





# Produção de Componentes por Fundição Injectada Usando Ligas de Alumínio

# António Luís de Meneses Brighton da Conceição Rodrigues

# Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia de Materiais

Júri

Presidente: Prof<sup>a</sup>. Fernanda Margarido Orientador: Rogério Colaço Vogais: Prof. Pedro Vilaça

Setembro de 2010

### I – Agradecimentos

Graças a este trabalho, foi-me dada a oportunidade de trabalhar com pessoas que muito contribuíram para a minha formação profissional, e acima de tudo para o meu crescimento como pessoa. Gostaria desde já de agradecer a quem me deu esta oportunidade, o Prof. Rogério Colaço, pela mesma, pelo conhecimento partilhado e pela excelente orientação e acompanhamento que me deu, invariavelmente, em todas as fases deste trabalho. Também gostava de deixar o meu agradecimento a todos os que trabalharam comigo na Halla Climate Control Portugal, em Palmela, e com os quais não teria sido possível obter os resultados pretendidos e alcançados: os meus orientadores de estágio na Halla Climate Control Portugal, Eng.º Miguel Cunha e posteriormente Eng.ª Maria João Ferreira; o meu último chefe no departamento do Casting, António Loureiro; os Controladores de Processo, Jorge Português e José Elódio, que sempre demonstraram enorme interesse e colaboração em todas as fases deste estudo; Luís Serralha, responsável pelo controlo e registo da qualidade das peças no Casting, responsável pela obtenção de inúmeros dados e informações que ajudaram a complementar e orientar muito do meu trabalho; Alexandre Gouveia, pelo apoio e introdução aos procedimentos e equipamentos do Departamento da Qualidade; ao Eng.º Hugo Marques, do Departamento de Engenharia, por toda uma série de documentação facultada sobre o assunto estudado; e também a pessoas como Paulo Bom, Eng.º Hélder Marques, Fernando Sousa, e a muitos outros, em todos os departamentos, que, sem excepção, me fizeram sentir não só parte de uma Equipa, mas de uma Família. Também não podia deixar de agradecer ao meu antigo colega de curso, e sempre meu Amigo, o Eng.º José Pedro Rodrigues, pelas inúmeras formas de apoio que me prestou ao longo deste caminho, e não só. Também estendo este agradecimento, a todos os Professores do Instituto Superior Técnico, que me acompanharam ao longo da minha Formação Académica, e com isso me facultaram as ferramentas que permitiram que este trabalho se revestisse de sucesso.

E finalmente, agradecer ao meu Pai e à minha Mãe, que já não estão "aqui" para poderem testemunhar o finalizar deste percurso, mas a quem dedico totalmente este trabalho. Onde quer que estejam... obrigado por terem acreditado em mim, e por me terem ensinado o valor da perseverança. Graças a vocês, aprendi a nunca desistir. Não importam as circunstâncias.

2

# II – Resumo e Palavras-Chave

Esta dissertação tem como base o estudo visando a optimização da produção de corpos de compressores de ar-condicionado para veículos automóveis, por fundição injectada. O trabalho foi desenvolvido na empresa Halla Climate Control Portugal, em Palmela. Na produção destas peças (nomeadamente "rears" e "fronts" dos corpos compressores dos ar-condicionados para a indústria automóvel) eram recorrentemente observadas porosidades nas peças a um nível que as tornava inadequadas à sua utilização. Concluiu-se, após este estudo, que os problemas de porosidade observados, advêm da variação não controlada da concentração do ferro na liga, da temperatura dos Fornos de Espera, e da mistura indiscriminada de retornos das linhas de produção. Após a identificação das causas, foram propostas alterações na linha de produção visando corrigir estes problemas.

# Palavras-Chave:

- Fundição Injectada
- Ligas de Alumínio
- Composição Química
- Microestrutura
- Microscopia Electrónica de Varrimento

# III – ÍNDICE

| I – Agra  | adecimentos   | 2    |
|-----------|---|------|
| II – Res  | sumo e Palavras-Chave   | 3    |
| III – ÍNI | DICE  | 4    |
| IV – Ínc  | lice de Figuras   | 5    |
| V – Índ   | ice de Tabelas  | 7    |
| 1. In     | trodução  | 8    |
| 1.1.      | Âmbito e objectivo do trabalho  | 8    |
| 1.2.      | Empresa   | 8    |
| 1.2.1.    | O processo de Fundição Injectada  | 9    |
| 1.3.      | Ligas de Alumínio para Fundição Injectada utilizadas pela HCCP                | 10   |
| 1.4.      | "Sludge"  | 13   |
| 1.4.1.    | Efeitos do Sludge   | 13   |
| 1.4.2.    | O papel do ferro, do manganês e do crómio                                     | 14   |
| 1.4.3.    | Formação de compostos intermetálicos durante a solidificação                  | 15   |
| 1.4.4.    | O diagrama ternário Al-Fe-Si  | 17   |
| 1.4.5.    | Sludge Factor - Quanto é que é demais?  | 20   |
| 2. T      | écnicas Experimentais   | 24   |
| 2.1.      | Microscopia Óptica  | 24   |
| 2.2.      | Microscopia Electrónica de Varrimento (SEM)                                   | 26   |
| 2.3.      | Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS)                                  | 27   |
| 2.4.      | Difracção de Raios-X  | 28   |
| 2.5.      | Espectroscopia de Emissão Óptica  | 28   |
| 2.6.      | Amostragem  | 30   |
| 3. R      | esultados e Discussão   | 30   |
| 3.1.      | Observação por Microscopia Óptica   | 30   |
| 3.1.1.    | Observação das amostras Alcasa 1 e Befesa 1                                   | 31   |
| 3.1.2.    | Observação das amostras Alcasa, nas três diferentes fases do processo         | 32   |
| 3.1.3.    | Observação das amostras Befesa, nas três diferentes fases do processo         | 37   |
| 3.1.4.    | Micrografias de amostras de alumínio Alcasa e Befesa, de amostragens posterio | ores |
|           | 40  |      |
| 3.2.      | Análise Química   | 41   |
| 3.3.      | Estimativa da Percentagem de Fases  | 43   |
| 3.4.      | Micrografias SEM e Análises Químicas EDS                                      | 46   |
| 3.4.1.    | Preparação das Amostras   | 47   |
| 3.4.2.    | Ensaio  | 47   |
| 3.4.3.    | Resultados e Discussão  | 48   |
| 3.5.      | Difracção de Raios-X  | 55   |
| 3.5.1.    | Preparação das Amostras   | 55   |

| 3.5.2 | . Resultados e Discussão | 56 |
|-------|--------------------------|----|
| 4.    | Conclusões               | 57 |
| 5.    | Recomendações            | 60 |
| 6.    | Bibliografia             | 62 |
| 7.    | Anexos                   | 63 |
| 7.1.  | Historial                | 63 |

# IV – Índice de Figuras

Fig. 1 - Esquema simplificado do Processo de Fundição Injectada da Halla Climate Control Palmela......9 Fig. 2 – Morfologia (S – Si primário, P – poliédrico, N – agulha ou plagueta), C – script chinês, P – Fig. 3- Diagrama temário de elementos genéricos A-B-C ......17 Fig. 5 - Ampliação da secção mais relevante para o caso discutido, da figura anterior...... 19 Fig. 6 - Secção do diagrama ternário Al-Si-Fe, mostrando caminhos de solidificação de alumínio primário para todas as ligas com níveis críticos de Fe, e para ligas com 5%Si (x-x'), 7%Si (y-y') e 9%Si (z-z') com 0.8%Fe. Os pontos de intersecção com a linha AB são onde a formação de grandes plaquetas de fase β pode começar a ocorrer antes da formação de eutético em B .... 19 Fig. 8 - Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, mostrando o ponto de intercepção de um SF de 1.8 com a linha de separação da zona com e sem "sludge"...... 21 Fig. 9 - Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, mostrando o ponto de intercepção de um SF de 2.2 com a linha de separação da zona com e sem "sludge"...... 21 Fig. 10 - Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, mostrando o ponto de intercepção de um SF de 1.8 com a linha de separação da zona com e sem "sludge", de forma a ilustrar o Fig. 11 - Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, mostrando a zona correspondendo ao "sludge" total, relativo, na peça vazada, para um SF de 1.2 e um de 2.0 ...... 24 Fig. 16 - Micrografia da amostra ALCASA 1. Zonas escuras correspondendo a fase eutética Fig. 17 - Micrografia da amostra BEFESA 1. Zonas escuras correspondendo a fase eutética Fig. 18 - Micrografia da amostra AFF. Zonas escuras correspondendo a fase eutética lamelar, 

Fig. 19 - Micrografia da amostra AW. Zonas escuras correspondendo a agulhas de silício, zonas Fig. 20 - Micrografia da amostra AC. Zonas escuras correspondendo a agulhas de silício, claras a alumínio primário. Observa-se de forma mais pronunciada, a presença de vários precipitados Fig. 21 - Micrografia da amostra PP (ampliação 500X). Apesar do maior refinamento de grão, observam-se os mesmos precipitados de "sludge", e a ausência de fase eutética lamelar...... 35 Fig. 22 - Micrografia AFFL1c. Observa-se algo que aparenta ser fase eutética lamelar, e são Fig. 23 - Micrografia AWL3c. Observa-se apenas alumínio primário, e precipitados associados ao Fig. 24 - Micrografia ACL5d. Observa-se apenas alumínio primário, e precipitados associados ao Fig. 25 - Micrografia BFF1c. Zonas escuras correspondendo a fase eutética lamelar, claras a Fig. 26 - Micrografia BFF3b. Observam-se agulhas de silício, e precipitados tipo-estrela. Pelo Fig. 27 - Micrografia BW1c. Observam-se todos os precipitados associados ao "sludge". ...... 39 Fig. 28 - Micrografia BC1c. Observa-se fase eutética lamelar, e precipitados tipo-estrela...... 39 Fig. 29 – Befesa (amostra BE-2-FF), forno de fusão – 1.02% Fe, 0.92% Si...... 40 Fig. 36 - Micrografia de amostra de Alcasa, Forno de Fusão, (FMC - fase mais clara, FME - fase Fig. 37 - Espectro da análise química da amostra de alumínio Alcasa, Forno de Fusão, Fig. 38 - Alcasa, Forno de Espera, (FMC – fase mais clara, FME – fase mais escura, M – matriz, A Fig. 40 - Befesa, Forno de Fusão, (H - precipitado em forma de Hexágono, SE - Segundo Fig. 43 - Alcasa, Calha. Picos 38.505 (111), 44.778 (200), 65.194 (220) - Alumínio. Picos 47.061 (113), 55.020 (223) – γ-Al3FeSi. Pico 78.152 – β-Al5FeSi, ou 78.305 (311) – Alumínio....... 56 Fig. 44 - - Befesa, Calha. Picos 38.505 (111), 44.778 (200), 65.194 (220) – Alumínio. Picos 47.061 (113), 55.020 (223) – γ-Al3FeSi. Pico 78.152 – β-Al5FeSi, ou 78.305 (311) – Alumínio.......57

# V – Índice de Tabelas

| Tabela 1- Designação das duas primeiras amostras analisadas, da fase após Forno de Fundiçã | 0. |
|--|----|
|  |    |
| Tabela 2 - Amostragem inicial, referindo o fornecedor e o local da recolha da amostra      |    |
| Tabela 3 - Análises químicas das amostras da primeira fase 42                              |    |
| Tabela 4 - Valores de Sludge Factor obtidos para as diferentes amostras                    |    |
| Tabela 5 - Tabela com Resultados Vários  |    |
| Tabela 6 - Forno de Fusão, composição química total  |    |
| Tabela 7 - Alcasa, Forno de Fusão, composição química da Fase Mais Clara                   |    |
| Tabela 8 - Alcasa, Forno de Fusão, composição química da Fase Mais Escura                  |    |
| Tabela 9 - Alcasa, Forno de Fusão, composição química da Matriz                            |    |
| Tabela 10 - Alcasa, Forno de Espera, composição química da Fase Mais Clara                 |    |
| Tabela 11 - Alcasa, Forno de Espera, composição química da Fase Mais Escura                |    |
| Tabela 12 - Alcasa, Forno de Espera, composição química da Agulha50                        |    |
| Tabela 13 - Alcasa, Forno de Espera, composição química da Matriz                          |    |
| Tabela 14 - Alcasa, Calha, composição química total51                                      |    |
| Tabela 15 - Alcasa, Calha, composição química do Precipitado52                             |    |
| Tabela 16 - Befesa, Forno de Fusão, composição química total                               |    |
| Tabela 17 - Befesa, Forno de Fusão, precipitado em forma de Hexágono                       |    |
| Tabela 18 - Befesa, Forno de Fusão, composição química da área à volta do precipitado e    | m  |
| forma de Hexágono  |    |
| Tabela 19 - Befesa, Forno de Fusão, composição química do Segundo Eutético                 |    |
| Tabela 20 - Befesa, Forno de Fusão, Lamela53   |    |
| Tabela 21 - Befesa, Forno de Espera, Composição Total54                                    |    |
| Tabela 22 - Befesa, Calha, Composição Total  |    |

## 1. Introdução

## 1.1. Âmbito e objectivo do trabalho

A realização deste trabalho surgiu da necessidade da empresa Halla Climate Control (HCC) Portugal melhorar o processo de produção de peças por fundição injectada, de peças de corpos de compressores de ar-condicionado para veículos automóveis. Sem que se conseguisse detectar a razão para tal, de forma (aparentemente) aleatória, muitas peças surgiam com níveis de porosidade não aceitáveis, originando taxas de rejeição na fase de controlo de qualidade anormalmente elevadas.

Foi então proposto este trabalho de dissertação de Mestrado em Engenharia de Materiais, cujo objectivo era o de identificar as causas mais prováveis para estas anomalias de produção. A abordagem tomada foi a de se observar todo o processo de produção, e nele seleccionar zonas críticas, onde foram efectuadas amostragens do alumínio. Feito isso, procedeu-se a uma série de análises químicas e metalográficas, (Microscopia Óptica SEM, EDS, Espectroscopia de Emissão Óptica, Raios-X), e, com base nos resultados, foram-se detectando causas, criando um historial da qualidade das peças produzidas, e numa fase final, avançadas linhas de acção por forma a corrigir e controlar as variáveis metalúrgicas do processo que originavam desconformidades nas peças produzidas.

### 1.2. Empresa

A Halla Climate Control Corporation (HCC Corporation) é a principal empresa Sul-Coreana de produção de componentes automóveis para a indústria automóvel. Detém 60% do mercado coreano, estando entre os 10 maiores produtores mundiais de sistemas de climatização.

Na Coreia do Sul, tem instalações em Daejeon, Pyongtaek, Ulsan. Também é na Coreia do Sul que a HCC Corporation tem o seu R&D Center. A HCC Canadá, em Belleville, é, assim como a HCC Tailândia, uma joint venture entre a HCC Coreia (60%) e a Visteon Corp. (40%). Outra joint venture da HCC Coreia e a Visteon é a VASI - Visteon Automotive Systems Índia Private Ltd, com 94% e 6%, respectivamente.

A Halla Climate Control Portugal (HCCP), pertence ao grupo HCC. Dedica-se ao fabrico de corpos para compressores de ar condicionado para a indústria automóvel e respectivas embraiagens e tampas de protecção para centralinas. Criada em 1997, a sua primeira função era a de fornecer a unidade de compressores da Visteon Palmela. Actualmente, para além da Visteon Palmela, a HCCP fornece igualmente a Visteon Hungria e a HCC Canadá [1].

Os clientes mais importantes da HCC são: Hyundai, Audi, General Motors Corp, Ford Motor Company, Visteon, Kia Motor Company, Volkswagen, Ssangyoung Motor Co. e Mazda [2].

# 1.2.1. O processo de Fundição Injectada

De uma forma muito simples, o processo de fundição injectada efectuado na Halla Climate Control Portugal pode esboçar-se da seguinte forma:

Inicialmente, o alumínio "virgem" (lingotes, vindos directamente do fornecedor) é colocado, juntamente com retornos (peças rejeitadas, jitos...) no Forno de Fusão, até fundir. Este trabalha a temperaturas entre os 750 a 780° C. Em seguida, o alumínio fundido é vertido para uma "colher", onde é transportado até às máquinas de injecção. Aí, o alumínio é vertido para os Fornos de Espera de cada uma das máquinas. Estes trabalham a temperaturas que rondam os 650° C. Daí, o alumínio é vertido, através de uma calha de alimentação, e injectado para a cavidade moldante, onde atinge rapidamente o estado sólido, com a forma da peça que se pretende produzir. A figura 1 mostra, de forma esquematizada, o esboço do processo.



Fig. 1 - Esquema simplificado do Processo de Fundição Injectada da Halla Climate Control Palmela.

# 1.3. Ligas de Alumínio para Fundição Injectada utilizadas pela HCCP

A grande maioria dos produtos produzidos por fundição injectada em todo o mundo é feita em ligas de alumínio. As ligas de alumínio para fundição injectada têm uma densidade específica de aproximadamente 2.7 g/cc, colocando-as entre as ligas leves estruturais.

Seis elementos principais constituem, em geral, as ligas de alumínio para fundição injectada: silício, cobre, magnésio, ferro, manganês e zinco. Cada elemento afecta a liga, quer individualmente, quer interactuando uns com os outros [3].

As ligas da sério 3xx.x são ligas de Alumínio-Silício que contém magnésio e/ou cobre [4], sendo a liga A380 (ANSI/AA A380.0), de longe, a liga de fundição injectada mais usada. Esta liga oferece a melhor combinação entre propriedades do material e facilidade de produção. Pode ser especificada para a maior parte das aplicações de produtos. Algumas destas utilizações incluem componentes electrónicos, componentes automotrizes, suportes de motores, caixas de transmissão e de mudanças, electrodomésticos, carcaças de cortadores de relva, componentes de mobília, ferramentas manuais e a motor. A liga A383 (ANSI/AA 383.0) e a 384 são alternativas à liga A380 para componentes com geometrias complexas, que requerem uma elevada capacidade de preenchimento. Além disso, a A383 oferece uma melhor resistência à fissuração a quente [3].

A liga utilizada nesta altura na HCC Portugal, é a A383.1 Esta liga possui, para além do alumínio, 15 elementos de liga, a saber:

### Elementos principais:

- <u>Silício (Si)</u> O efeito deste elemento de liga é a melhoria das características de fundição das ligas de alumínio. Adições de silício ao alumínio puro melhoram dramaticamente a fluidez, a resistência à fissuração a quente e a facilidade de alimentação (capacidade de injectar e preencher a cavidade moldante). A família de composições Alumínio-Silício é a mais utilizada em todos os processos de fundição. As ligas comerciais vão de ligas hipoeutéticas até hipereutéticas, indo até 25% de Si. Em geral, pode definir-se uma gama ideal de percentagem de silício para os processos de fundição. Para fundição injectada, esta encontra-se entre os 8 e os 12%. As bases para esta recomendação são a relação entre a taxa de arrefecimento e a fluidez, e o efeito da percentagem de eutético na capacidade de alimentação. Adições de silício são acompanhadas por uma redução na gravidade específica e no coeficiente de expansão térmica.
- <u>Ferro (Fe)</u> Melhora a resistência à fissuração a quente, e diminui a tendência para o vazado "soldar", ou colar, na cavidade moldante, em fundição injectada. No entanto,

aumentos no conteúdo em ferro são acompanhados por uma diminuição substancial na ductilidade. O ferro reage para formar um grande conjunto de fases insolúveis nas ligas de alumínio após ser fundido. As mais comuns são FeAl<sub>3</sub>, FeMnAl<sub>6</sub> e α-AlFeSi. Estas fases essencialmente insolúveis são responsáveis pela melhoria na resistência, especialmente a temperaturas elevadas. À medida que a fracção de fase insolúvel aumenta com o aumento do conteúdo em ferro, características de fundição tais como fluidez e alimentação são afectadas de forma adversa. O ferro participa na formação de fases associadas ao "sludge"<sup>(\*)</sup>, com o manganês, crómio, e outros elementos.

- <u>Cobre (Cu)</u> As primeiras e mais usadas ligas de alumínio eram ligas que continham 4 a 10% de Cu. O cobre aumenta a dureza da peça, quer no estado em que ela se apresenta após o vazamento, quer no pós-tratamento térmico. O cobre reduz geralmente a resistência à corrosão, e em composições específicas, e consoante as condições do material, a susceptibilidade à corrosão por tensão. Adições de cobre também reduzem a resistência à fissuração a quente e diminuem a aptidão à moldação por vazamento.
- <u>Manganês (Mn)</u> O manganês é um importante elemento de liga em composições em bruto, se bem que em composições secundárias de liga para fundição, o manganês não ofereça nenhum benefício significativo em ligas para fundição injectada. Mas existem evidências, no entanto, que uma maior fracção por volume de MnAl<sub>6</sub> em ligas contendo mais de 0,5% Mn pode eventualmente influenciar de forma benéfica a peça, de forma a esta estar, a nível interno, livre de falhas. O manganês pode igualmente ser bom para alterar a resposta a acabamentos químicos, e anodização.
- <u>Magnésio (Mg)</u> É o elemento base para o aumento da resistência e dureza em ligas Al-Si tratadas termicamente e usado em ligas Al-Si mais complexas, contendo cobre, níquel, e outros elementos usados com a mesma finalidade. A fase de endurecimento Mg<sub>2</sub>Si mostra um limite de solubilidade útil correspondendo a exactamente 0,70% Mg, além do qual não ocorre nem um maior endurecimento, nem um amaciamento da matriz. Muitas ligas de maior dureza na família Al-Si usam magnésio numa quantidade entre os 0,40 e os 0,70%
- <u>Zinco (Zn)</u> Nenhum benefício significativo é obtido pela adição de zinco ao alumínio. Acompanhado pela adição de cobre e/ou magnésio, no entanto, zinco resulta em composições de ligas passíveis de receberem tratamentos térmicos, ou envelhecimento natural.
- <u>Níquel (Ni)</u> É usualmente empregue com o cobre, para aumentar as propriedades a altas temperaturas. Também reduz o coeficiente de expansão térmica.

<sup>&</sup>lt;sup>(\*)</sup> Ver definição de "sludge" no ponto 1.4.

 <u>Chumbo (Pb)</u> – É usualmente usado em ligas de alumínio para fundição injectada com valores na composição acima dos 0,1% para melhoria da maquinabilidade.

# Elementos residuais:

- <u>Crómio (Cr)</u> São feitas usualmente adições em pequenas concentrações para permitir envelhecimento à temperatura ambiente, e a composições termicamente instáveis, onde se sabe que ocorre recristalização e coalescência de Grão. O crómio forma tipicamente o composto CrAl<sub>7</sub>, que demonstra ter uma solubilidade no estado sólido extremamente limitada. Logo, é útil no suprimir da tendência para crescimento de grão. "Sludge" que contenha ferro, manganês e crómio, é por vezes encontrado nas composições de peças de fundição injectada. O crómio aumenta a resistência à corrosão em certas ligas e aumenta a sensibilidade à têmpera, noutras.
- <u>Estanho (Sn)</u> É eficiente na redução do atrito. Logo, é útil em aplicações estruturais de suporte, com é o caso das chumaleiras. Ligas para fundição podem conter até 25% de estanho. Podem também ser feitas adições de forma a melhorar a maquinabilidade. O estanho pode igualmente influenciar a resposta ao endurecimento por precipitação em alguns sistemas de ligas.
- <u>Titânio (Ti)</u> É extensivamente usado para refinar a estrutura de grão de ligas de fundição de alumínio, muitas vezes em combinação com menores quantidades de boro. Titânio em excesso com a estequeometria do TiB<sub>2</sub> é necessário para um efectivo refinamento de grão. O titânio é muitas vezes empregue em concentrações maiores do que as necessárias para o refinamento de grão, de forma a reduzir a tendência à fissuração a quente em certas composições.
- <u>Bismuto (Bi)</u> Melhora a maquinabilidade em ligas de alumínio para fundição, em concentrações maiores que 0,1%.
- <u>Cálcio (Ca)</u> É um modificador fraco do Al-Si eutético. Aumenta a solubilidade do hidrogénio e é muitas vezes responsável pela porosidade na peça vazada quando em composições residuais. Concentrações de cálcio maiores que aproximadamente 0,005% também afectam de forma adversa a ductilidade em ligas de Al-Mg [4].
- Vanádio (V) Geralmente existe vanádio entre 10 a 200 ppm em ligas comerciais de alumínio, e como baixa a condutividade, geralmente é adicionado a ligas condutoras eléctricas com boro.

 Cobalto (Co) – não é uma adição muito comum a ligas de alumínio. Tem sido adicionado a algumas ligas de alumínio-silício contendo ferro (como é o caso da A383), porque transforma a fase β acicular numa fase mais arredondada de alumínio-cobalto-ferro, com isso melhorando a tenacidade e a sua capacidade de alongamento [a].

# 1.4. "Sludge"

Em fundições de alumínio, e especialmente em fundições injectadas de alumínio, ocorre a acumulação no fundo dos fornos de fusão e de espera, de sólidos compostos de elementos pesados, denominados comummente de "sludge" (termo inglês que significa lamas, ou lodo). O "sludge" é composto por cristais primários contendo alumínio e silício, mas que também são ricos em ferro, manganês e crómio. Estes cristais têm altos pontos de fusão, e elevadas gravidades específicas, o que faz com que se acumulem no fundo do forno. Estes cristais aparecem apenas em ligas que tenham quantidades suficientemente grandes de ferro, manganês, e/ou crómio, e consoante a temperatura de operação do forno. O acumular de "sludge" pode eventualmente reduzir o espaço efectivo do forno. Pode também causar outros efeitos adversos, tais como "pontos duros" nas peças (devido às inclusões), maior tendência de determinada liga se soldar à cavidade moldante, e restringir o fluir do metal durante a fundição. É portanto desejável minimizar a formação de "sludge" em fundições de alumínio. Pode ser constituído por fases de AlSiFe, ou AlSiFeMn(Cr). Esta última fase é benéfica, mas também cria aquilo que na fundição injectada se chama de "sludge" ou "fallout" (deposição) no forno, quando as concentrações de Fe/Mn/Cr no fundido são demasiado elevadas.

### 1.4.1. Efeitos do Sludge

Uma grande consequência de se ter "sludge", é o depositar de material pesado no fundo do forno. Mas existem igualmente outros efeitos prejudiciais.

**Brasagem ("Soldering")** – Foi dito anteriormente que o "sludge" é composto de cristais ricos em Fe, Mn e/ou Cr. O conteúdo em ferro do "sludge" é tipicamente de 4%, mas pode chegar até aos 20%. A formação de "sludge" empobrece o fundido de Fe, o que leva a que o fundido acabe por "soldar" na cavidade moldante, ao arrefecer.

**Pontos Duros** – Os cristais de "sludge" tendem a ser de grandes dimensões porque se formam a um ritmo de crescimento lento. À medida que o "sludge" se forma no chão do forno e se acumula, existe sempre a possibilidade de alguns destes cristais serem agitados de volta ao fundido, ao serem inadvertidamente colhidos durante a retirada do alumínio pelo tubo de ascensão, introduzidos no tubo de injecção de uma máquina de injecção, e eventualmente acabarem na peça injectada. Tais cristais de "sludge" são muito duros (normalmente com durezas superiores a

450 VHN, versus os 120 VHN para a matriz da liga A380) e podem causar danos consideráveis às ferramentas de corte durante a maquinação.

Pontos duros brilhantes e salientes das peças produzidas por fundição injectada são muitas vezes identificados por microanálise como sendo cristais de "sludge". A superfície cortada por uma ferramenta apresenta-se normalmente deteriorada devido à severidade do dano que a ferramenta de corte sofreu.

**Reduzida aptidão para fundição injectada ("castability")** – O efeito do ferro na aptidão para fundição de ligas de base Al-Si foi já muito estudado. É de consenso geral que o ferro tem o potencial para seriamente afectar essa aptidão, em particular através do aumento da porosidade, quando se está perante altos níveis de ferro. Uma das razões avançadas para que assim seja, é que as plaquetas de fase- $\beta$  impedem o fluir do líquido interdendrítico durante a alimentação, o que causa a porosidade por encolhimento ("shrinkage porosity").

**Reduzido tempo de vida das ferramentas** – O efeito adverso dos cristais de "sludge" formados no forno (depositar, acumular no chão do forno, e pontos duros nas peças produzidas), ou na calha e na câmara de injecção (fluxo de metal reduzido) são evidentes. Mas e quanto aos cristais de "sludge" que não causam qualquer destes problemas, de forma significativa?

Sempre que os cristais de "sludge" não se precipitam no forno (devido a um excessivo "sludge factor"<sup>(\*\*)</sup>), precipitam ou na calha, ou no tubo de injecção, ou na própria cavidade moldante.

Já foi dito que os cristais que se formam no forno tendem a fazê-lo muito lentamente, e são de grandes dimensões. Os cristais que se formam na calha ou no tubo de injecção tendem a ser extremamente pequenos, porque as taxas de arrefecimento na cavidade moldante são, por inerência, extremamente rápidas (centenas de graus Célsius por segundo).

### 1.4.2. O papel do ferro, do manganês e do crómio

O **ferro**, é um elemento desejado – aliás, necessário em determinadas gamas de composição – que ajuda a prevenir a liga fundida de se "soldar" na cavidade moldante. A composição de eutético de Al-Si-Fe ocorre a 0,8% de Fe. Logo, quando o ferro se encontra na liga com um valor um pouco superior a esse, o metal fundido, sobressaturado, tem pouca ou nenhuma tendência para dissolver o ferro da cavidade moldante, enquanto ambos estão em contacto próximo. Por esta razão, a maior parte das fundições injectadas que utilizam alumínio, preferem que as suas ligas contenham entre 0,8 e 1,1% de Fe [5].

<sup>(\*\*)</sup> Ver definição de Sludge Factor no ponto 1.4.5.

O ferro é uma impureza natural que surge durante o processo de manufactura de alumínio primário, através do Processo Bayer, em que a bauxite (o minério) é convertido em alumina (matéria-prima), e durante o processo de redução electrolítica Hall-Héroult, que converte a alumina em alumínio fundido. Dependendo da qualidade do minério recebido e do controle dos vários parâmetros do processamento de outros materiais em bruto, o alumínio primário fundido contém, tipicamente, entre 0,03 a 1,15% de ferro, sendo o intervalo de valores entre 0,07 e 0,10%, a média.

Não existe forma economicamente viável de remover completamente o ferro do alumínio, logo estes valores são a linha de base típica. O ferro pode ainda entrar no fundido durante as actividades posteriores de fundição através de dois mecanismos básicos:

- O alumínio líquido é capaz de dissolver ferro de partes de ferramentas e de fornos em ferro que não estejam protegidas, e, com longas exposições, o nível de ferro pode chegar a 2% a temperaturas normais de 700° C (um eutético de Fe-Al existe a 1,7% de Fe a 655° C). Para um fundido mantido a 800° C, o nível e ferro pode chegar a níveis acima dos 5%.
- O ferro também pode entrar no alumínio fundido através da adição de elementos de liga de baixa pureza, ou através da adição de sucata que contenha mais ferro na sua composição que o material primário.

Estas são as razões que levam a que os níveis de ferro continuem a aumentar a cada ciclo de refusão, e porque ligas secundárias, tais como as ligas Al-Si destinadas à fundição injectada a alta pressão ("High Pressure Die Casting", HPDC), podem acabar contendo níveis de ferro até 1,5%. No caso de HPDC, isto nem sempre é um facto negativo, já que níveis altos de ferro podem ajudar a minimizar o problema do agarrar do alumínio à cavidade moldante (brasagem) [6].

O manganês e o crómio encontram-se presentes em ligas secundárias de alumínio como impurezas. Mas estes também podem ser benéficos. Individualmente, ou em combinação, eles mudam a morfologia acicular de uma fase rica em ferro, para uma forma mais cúbica. Isto resulta numa melhoria da ductilidade (e possivelmente resistência) dos componentes produzidos por fundição injectada [5].

### 1.4.3. Formação de compostos intermetálicos durante a solidificação

O ferro, apesar de altamente solúvel no alumínio líquido (e suas ligas), tem muito pouca solubilidade no alumínio sólido, e tende então a combinar-se com outros elementos para formar partículas de fases intermetálicas de variados tipos. Na ausência de silício, as fases

predominantes são o Al<sub>3</sub>Fe e Al<sub>6</sub>Fe. Mas quando o silício está presente, as fases dominantes são Al<sub>8</sub>FeSi (conhecida como fase  $\alpha$ ) e Al<sub>5</sub>FeSi (conhecida como fase  $\beta$ ). Se o magnésio também estiver presente com o silício, pode formar-se uma fase alternativa, Al<sub>8</sub>FeMg<sub>3</sub>Si<sub>6</sub>, denominada de fase  $\pi$ . Outra fase comum que se forma quando o manganês está presente com silício, é a Al<sub>15</sub>(Fe, Mn)<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> (também conhecida por fase  $\alpha$ , o que pode gerar confusão). Esta fase tende a formar-se preferencialmente em relação à outra fase  $\alpha$ , sempre que o manganês está presente. Existem também outras fases, mais raras, que se formam na presença de elementos tais como Ni, Co, Cr e Be.

As fases acima citadas são evidentes dentro do microestrutura das ligas Al-Si, e podem ser habitualmente detectadas através de observação por microscópio, pela sua forma dominante (a sua morfologia) e cor [6], como se exemplifica nas figuras 2.a a 2.d.



Fig. 2 - Morfologia (S - Si primário, P - poliédrico, N - agulha ou plaqueta), C - script chinês, P - poliédrico [7].

Outro factor crítico para os intermetálicos de ferro e os seus efeitos, é a temperatura a que as diferentes fases se formam durante a solidificação. Isto depende quer da concentração dos elementos envolvidos, quer da taxa de arrefecimento. Partículas intermetálicas que se formem antes da solidificação da estrutura de grãos dendriticos do alumínio (i.e. que crescem livremente dentro do líquido), ou que se formam ao mesmo tempo que a estrutura dendrítica, (mas dentro do líquido restante) tendem a crescer muito mais que aquelas que se formam muito depois, durante ou após o período da solidificação do eutético Al-Si, porque há menos espaço ocupado por líquido disponível para o crescimento ocorrer durante esses estágios posteriores. De um modo geral, maior a partícula, mais provável será que ela se revele prejudicial. Aumentar a concentração de

ferro (e também de manganês) tende a resultar numa formação prévia de partículas de fase intermetálica, e daí é passível de ocorrer maior crescimento não controlado. Uma taxa de arrefecimento mais lenta também aumenta o risco de formação de partículas de maiores dimensões, porque o tempo disponível para o crescimento é maior. Já em fundições com taxas de arrefecimento muito altas (e.g. HPDC) e/ou com ligas com baixo teor de ferro (e.g lingotes de alumínio primário) as partículas são tipicamente da ordem dos 10 a 50 µm.

## 1.4.4. O diagrama ternário Al-Fe-Si

Um diagrama ternário é uma figura tridimensional, que nos dá a variação de fases existente entre três elementos, ao longo de uma determinada gama de temperaturas, a pressão constante. A figura 3 mostra um exemplo de um diagrama ternário genérico.



Fig. 3- Diagrama temário de elementos genéricos A-B-C [8].

Para a liga estudada, verifica-se que o diagrama ternário mais significativo é o do Al-Fe-Si. Isto porque o alumínio e o silício são os elementos em maior quantidade na liga, e quanto ao ferro,

verifica-se ser dos elementos que mais contribui para a formação de compostos intermetálicos na liga A383.

A figura 4 mostra-nos uma área específica de um destes diagramas ternários, vista do topo.



Fig. 4 - Projecção de uma área do diagrama ternário Al-Fe-Si, vista de cima [9].

Em seguida, a figura 5 mostra a ampliação da área onde está contida a gama de composições em alumínio, ferro e silício da liga estudada, para uma observação mais fácil.



Fig. 5 - Ampliação da secção mais relevante para o caso discutido, da figura anterior [9].

Os efeitos prejudiciais do ferro começam a níveis muito baixos, mas tornam-se muito mais sérios assim que um certo nível crítico (dependendo esse valor da liga utilizada) é excedido. À medida que o nível de ferro aumenta, a porosidade também aumenta. O nível crítico de ferro está directamente relacionado com a concentração de silício da liga. A figura 6 mostra uma secção do diagrama ternário de fase que ilustra a razão para a existência de um conteúdo crítico de ferro.





Fig. 6 - Secção do diagrama ternário Al-Si-Fe, mostrando caminhos de solidificação de alumínio primário para todas as ligas com níveis críticos de Fe, e para ligas com 5%Si (x-x'), 7%Si (y-y') e 9%Si (z-z') com 0.8%Fe. Os pontos de intersecção com a linha AB são onde a formação de grandes plaquetas de fase β pode começar a ocorrer antes da formação de eutético em B [6].

À medida que o conteúdo de silício na liga aumenta, também aumenta a quantidade de ferro que pode ser tolerada antes do início da formação da fase-β, que é anterior ao início da formação de eutético Al-Si (linha a tracejado na figura 6). A 5% de silício, o conteúdo crítico é de

aproximadamente 0,35%, a 7% de silício, esse valor aumenta para 0,5%. A 9%, é de 0,6%, e a 11% chega a aproximadamente 0,75%.

De igual modo, para uma dada percentagem de ferro, o aumento do conteúdo em Si causa uma diminuição na temperatura (e logo no tempo) a que a fase-β se pode formar antes da formação do eutético AI-Si. É na linha AB (entre a zona da fase-β e a zona da fase AI), que se formam as partículas maiores e mais prejudiciais para a fundição injectada [6].

### 1.4.5. Sludge Factor - Quanto é que é demais?

A fórmula abaixo descrita dá-nos o meio de calcular o que é denominado de "sludge factor", o que pode ser um passo útil na determinação de quanto Fe, Mn ou Cr é o limite máximo [5].

Sludge Factor = 
$$(1 \times \%Fe) + (2 \times \%Mn) + (3 \times \%Cr)$$
 [5]

Um critério alternativo envolve uma fórmula com uma razão Fe:Mn:Cr de 1:1.5:2. Mas considerando as análises químicas actuais de compostos de "sludge" removidos do fundo de fornos reverberatórios usados para ligas A380, estas sugerem que a proporção 1:2:3 é uma proporção mais realística para esse tipo de ligas.

Um gráfico Sludge Factor vs. Temperatura de Espera, como o apresentado na figura 7, é então útil para determinar o Sludge Factor tolerável para um dado fundido, considerando a sua temperatura operatória mínima.



Fig. 7 - Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera [5].

Aqui, novamente existem opiniões divergentes quanto ao declive e posicionamento da linha que separa a região com "sludge" (abaixo) da região sem "sludge" (acima). Na verdade, esta depende, de certa forma, da liga; por exemplo, do nível de silício e da presença ou ausência de cobre. A

posição e declive no gráfico da figura 7 demonstrou ser precisa em vários testes feitos em ligas A380. Logo, poderá ser usada para ilustrar os exemplos seguintes.

Suponhamos um forno de espera a operar entre os 1200 e os 1225º F (648.9 e os 662.8º C), prática comum em ligas A380. Como se mostra na figura 8, essa temperatura indicar-nos-ia um Slugde Factor tolerável de 1.8. Ou seja, enquanto o Sludge Factor não exceder 1.8, não é provável que ocorra no forno formação de "sludge", ou "fallout".



Fig. 8 - Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, mostrando o ponto de intercepção de um SF de 1.8 com a linha de separação da zona com e sem "sludge" [5].

Se, no entanto, se permitir que o sludge factor chegue a 2.2, e a temperatura de funcionamento permanecer entre os 1220 e os 1225º F (660 e os 662.8º C) (figura 9), um certo grau de formação de "sludge", ou "fallout" irá ocorrer no forno.



Fig. 9 - Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, mostrando o ponto de intercepção de um SF de 2.2 com a linha de separação da zona com e sem "sludge" [5].

Noutras palavras, a temperatura, com um Sludge Factor mais elevado, não é suficiente para impedir que ocorra um certo nível precipitação dos elementos pesados na solução. Ao longo do tempo, o "sludge" vai continuar a precipitar-se e depositar-se no fundo do forno, e eventual e significativamente, irá reduzir a capacidade efectiva do forno.

Olhando para o exemplo na figura 9, deveria parecer que o problema da formação de "sludge" poderia ser evitado ou corrigido, simplesmente aumentando a temperatura do fundido para um valor que satisfaça o Sludge Factor. Talvez, mas tal pode não ser uma solução com aplicação prática. Em primeiro lugar, a temperatura mais elevada provavelmente teria um efeito adverso na durabilidade da cavidade moldante, e possivelmente na qualidade da peça produzida. Em segundo lugar, se o forno tiver estado a trabalhar à temperatura normal, com um Sludge Factor de 2.2 durante um determinado tempo, o acumular de "sludge" já teria ocorrido no chão do forno. Isto significa que a concentração de Fe, Mn e Cr no fundo do forno será muito maior que no equilíbrio do fundido – talvez tão elevada que até a temperatura indicada como ideal para o sludge factor de 2.2, aproximadamente entre os 1285 e os1290°F (696.1 a 698.9°C), não conseguir permitir a total re-dissolução desses elementos.

Só existem duas formas de abordar a correcção de um desequilíbrio grosseiro entre o Sludge Factor e a temperatura do fundido. A uma temperatura normal de funcionamento, o conteúdo de "sludge" pode ser reduzido pela "raspagem" (raking") do chão do forno, e o descartar do "sludge" removido. Ou então, o desequilíbrio pode ser corrigido através da diluição dos níveis de Fe, Mn e Cr no fundido usando ligas de alto índice de pureza (ou então, uma combinação destas tuas abordagens poderá revelar-se apropriada).

O simples facto de um Sludge Factor ser suficientemente baixo para que se previna o depositar de "sludge" no chão de um forno, não significa que as partículas de "sludge" não se formem de todo. Como se mostra na figura 10, a liga fundida arrefece na calha e na câmara de injecção muito abaixo da temperatura de operação do forno de espera.

22



Fig. 10 - Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, mostrando o ponto de intercepção de um SF de 1.8 com a linha de separação da zona com e sem "sludge", de forma a ilustrar o arrefecimento do fundido na calha e na câmara de injecção [5].

À medida que tal sucede, formam-se cristais de "sludge". Estes têm tendência a serem muito menores que os cristais formados num forno, porque a taxa de arrefecimento é relativamente muito mais rápida. No entanto, podem ser grandes o suficiente para afectar, de forma adversa, o fluxo do metal através dos jitos de enchimento para a cavidade moldante.

Na prática, actualmente, a maior parte das peças produzidas por fundição injectada têm poucos (ou nenhuns) cristais a formar-se no forno, mesmo quando o Sludge Factor é muito elevado. Mas quase todas as peças feitas por fundição injectada contêm alguma fracção volúmica de cristais de "sludge" formados na calha, na câmara de injecção, e na cavidade moldante. Estes apresentam-se, geralmente, numa mistura de vários tamanhos de cristais, cada tamanho correspondendo ao local onde se formaram.

A fracção volúmica total relativa de cristais do tipo "sludge" numa peça por fundição injectada é então uma função do "Sludge Factor" do fundido, e da temperatura do mesmo. O tamanho dos seus grãos é uma função das suas taxas de crescimento.

Para usar como exemplo dois extremos práticos, e recorrendo à figura 11.



Fig. 11 – Gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, mostrando a zona correspondendo ao "sludge" total, relativo, na peça vazada, para um SF de 1.2 e um de 2.0 [5].

À esquerda temos assinalado um Sludge Factor de 1.2, suficientemente baixo para que os cristais de "sludge" não se tenham formado, ou venham a formar-se, no forno, e provavelmente também não se irão formar nem na calha nem no tubo de injecção. À direita está assinalado um Sludge Factor de 2.0. Assumindo que, em ambas as situações, as temperaturas de espera foram mantidas para que não tenha ocorrido deposição de "sludge", poder-se-á esperar que peças obtidas de um fundido com 2.0 tenham um valor de fracção volúmica de cristais de "sludge" 2.5 vezes superior do que peças com 1.2 de Sludge Factor [5].

# 2. <u>Técnicas Experimentais</u>

# 2.1. Microscopia Óptica

O instrumento usado para observações em materiais opacos designa-se por microscópio metalográfico. A figura 12 ilustra o percurso óptico deste equipamento, que constitui a base da observação no microscópio metalográfico.



Fig. 12 – Esquema do percurso do feixe luminoso no microscópio metalográfico [10].

O feixe luminoso proveniente da fonte luminosa (F), depois de atravessar um conjunto de lentes do condensador e do iluminador e os diafragmas de abertura Da e de campo Dc, é reflectido por uma placa semi-reflectora a 45° (ou por um prisma), atravessa a objectiva e vai incidir na superfície do objecto a examinar; é, por sua vez, reflectido, voltando a atravessar a objectiva e a placa reflectora e, ao incidir num prisma de reflexão total, é enviado para a ocular para observação visual directa. Se o prisma for retirado do percurso, os raios luminosos são focados sobre um vidro despolido ou película fotográfica por meio de um espelho e uma ocular de projecção.

O sistema de observação é essencialmente formado por dois componentes instalados no corpo do microscópio: objectiva e ocular. A objectiva é um sistema óptico constituído por várias lentes, associadas de tal modo que permitem anular ou diminuir os defeitos de imagem e/ou as aberrações. Destina-se à observação directa do objecto e à formação duma primeira imagem amplificada desse objecto. As oculares são sistemas ópticos constituídos por duas ou mais lentes. Destinam-se ampliar a imagem real formada pela objectiva e, em conjunto com o olho, formar a imagem virtual, ou, funcionando como lente de projecção, projectar essa imagem real num vidro despolido ou numa película fotográfica. Podem também corrigir defeitos das objectivas. É também essencial uma iluminação correcta da superfície em observação, assim como um bom aproveitamento da resolução da objectiva, para que se obtenham imagens nítidas e

25

suficientemente contrastadas que reproduzam fielmente as características estruturais da amostra estudada. O sistema de iluminação é constituído pela fonte de iluminação, o condensador, os filtros e o iluminador [10].

O equipamento usando para estas observações, foi uma Olympus PME-3.

## 2.2. Microscopia Electrónica de Varrimento (SEM)

A microscopia electrónica de varrimento (SEM – Scanning Electron Microscopy) é uma das técnicas mais usadas em laboratórios de caracterização de materiais.

O SEM permite obter informação quanto a características topográficas, morfologia, distribuição de fases, diferenças composicionais, estrutura cristalina, orientação dos cristais, e a presença e localização de defeitos eléctricos.

Também permite determinar a composição de elementos presentes em micro-volumes, com a adição ao equipamento de um espectrómetro de raios-X, ou de electrões, e permite igualmente a identificação de fases, por análise dos padrões de difracção electrónica. O SEM é um instrumento poderoso, devido à multiplicidade de resultados gerados, por ter um processo simples de geração de imagem, um grande poder de ampliação, e excelente profundidade de campo. O seu princípio de funcionamento é descrito, de forma resumida, em seguida.

O feixe de electrões emitido pelo SEM, é posicionado e movido sobre a amostra por campos electromagnéticos. A coluna óptica do SEM é utilizada para garantir que o feixe que retorna é de energia e trajectória similar. Estes feixes de electrões interagem com os átomos da amostra através de vários mecanismos, ao incidir na superfície da amostra. Em interacções inelásticas, a energia é transferida do feixe para a amostra. Já interacções elásticas são definidas por uma mudança de trajectória, sem que haja perda de energia. Já que os electrões sofrem múltiplas interacções, as interacções elásticas e inelásticas resultam no espalhar dos electrões do feixe (com mudança de direcção em relação ao foco original da sonda), perdendo energia. Esta perda de energia e mudanca de trajectória simultâneas produz uma interacção com o volume do material. Os sinais resultantes destas interacções (electrões e fotões) vão alcançar diferentes profundidades dentro da amostra, de onde podem escapar por via das suas propriedades e energias próprias. É a leitura destes sinais característicos que nos permite obter as várias leituras possíveis, através deste método (figura13). A construção da imagem em SEM é conseguida pelo mapeamento da intensidade de um dos sinais emitidos da amostra para um ecrã. A informação da intensidade é interpretada para uma escala de cinzentos, com a maior intensidade de sinal correspondendo ao sinal mais brilhante. A imagem é portanto uma rede de pixels, com cada pixel definido por coordenadas espaciais x e y, e um valor cinzento correspondendo à intensidade do sinal [11].



Fig. 13 - Esquema de um equipamento SEM, e os seus vários elementos constituintes [b].

No presente trabalho foi utilizado um microscópio electrónico de varrimento marca Hitachi, modelo S2400.

### 2.3. Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS)

A espectroscopia de dispersão de energia (EDS - Energy Dispersive Spectroscopy) é uma técnica para medição da intensidade como função da energia dos fotões de raios-X. As fontes de excitação para os raios-X podem ser electrões energéticos, fotões ou iões. A intensidade dos raios-X pode ser relacionada com a concentração (i.e. fracção atómica ou mássica) para cada elemento presente. Os princípios básicos da medição do processo para o semicondutor do espectrómetro de raios-X de energia dispersiva são apresentados na figura 14:



Fig. 14 - Esquema de um equipamento EDS e seus componentes [c].

Um raio-X é absorvido fotoelectricamente por um átomo num semicondutor de cristal (de Si ou Ge) criando um fotoelectrão, com energia Ev – Ec, onde Ec é a energia de ionização crítica (energia de ligação) do "escudo", que deixa o átomo absorvente num estado excitado, ionizado.

Para um detector feito em silício, por exemplo, o átomo de Si vai subsequentemente des-excitarse através de transições electrónicas que vão causar a subsequente emissão ou de um electrão de Auger, ou de um feixe de raios-X característico. É pelo registo e leitura deste sinal, que se consegue a leitura do elemento analisado. Esse registo é feito na forma de um gráfico com os picos de intensidade respectivos [11].

### 2.4. Difracção de Raios-X

A difracção de raios-X permite identificar a estrutura cristalina das fases presentes na amostra, e consequentemente as próprias fases. O difractómetro de raios-X possuiu um contador de radiação de forma a detectar o ângulo e a intensidade do feixe difractado. Enquanto o contador se move no gionómero circular (aparelho de medição de ângulos), em sincronia com a amostra, um registador representa automaticamente a intensidade do feixe difractado, numa gama de valores 20. A leitura faz-se através do registo de difracção de raios-X, com a intensidade do feixe difractado, em função dos ângulos de difracção 20. Pode-se registar simultaneamente os ângulos dos feixes difractados e as respectivas intensidades.

A identificação da estrutura cristalina é efectuada através do parâmetro de rede, a, ou da distância interplanar, d, obtida por aplicação da Lei de Bragg:

$$\lambda = 2dsen(\theta)$$
 [15]

No presente trabalho foi utilizado um difractómetro de raios-X Phillips, Modelo PW 1830.

### 2.5. Espectroscopia de Emissão Óptica

Esta técnica é uma Espectroscopia de Emissão, que é uma técnica que consiste na excitação dos átomos de uma amostra, através de um arco, ou faísca eléctrica. Deste modo, vaporiza-se a amostra, que é introduzida no estado sólido, e provoca-se a excitação de electrões da camada externa à custa da energia eléctrica e das altas temperaturas atingidas aquando da descarga eléctrica de algumas centenas, ou mesmo milhares, de volts.

Os átomos, iões ou moléculas gasosas, quando excitados térmica ou electricamente, emitem radiação característica na zona do visível e ultravioleta. A caracterização e identificação dos comprimentos de onda da emissão e das intensidades de radiação produzidas deste modo permitem o emprego destas técnicas em análise qualitativa e quantitativa.

A espectrometria de emissão é uma técnica fundamental para análise qualitativa de cerca de 70 elementos, através da excitação de alguns miligramas de amostra, sem haver necessidade de

qualquer tratamento prévio. Pode fazer-se a determinação de vários elementos simultaneamente, pelo que é um método muito rápido, razão pela qual é usado em laboratórios de controlo industrial onde o tempo de execução de análise é muitas vezes fundamental. Por outro lado, permite também análises semiquantitativas ou mesmo quantitativas, necessitando porém neste caso, de um rigoroso controlo de muitas variáveis, nomeadamente do ponto de excitação, que tem uma grande influência na intensidade das linhas emitidas. Deste modo, a precisão e a exactidão do método poderão não ser boas, podendo atingir-se em alguns casos incertezas de 10% a 20% ou mesmo superiores.

É então uma técnica importante para análise qualitativa e mesmo quantitativa, em situações em que o tempo de execução da análise é mais importante que o erro da análise, como por exemplo em processos industriais. A análise permite-nos obter um espectro de riscas [13].

No presente trabalho foi utilizado um equipamento SPECTROLAB, da Spectro, mostrado em esquema na figura 15.



Fig. 15 – Diagrama do Espectómetro de Emissão Óptica Usado na HCCP [14].

# 2.6. Amostragem

A abordagem efectuada ao problema consistiu na análise de conjuntos de amostras da liga de alumínio A383.1, referentes a cada dos fornecedores com que a Halla trabalhava, correspondendo estas amostras à fase após fundição no Forno de Fusão, e posterior desgasificação (tabela 1). Cada uma das amostras correspondia a lotes de material que haviam resultado em peças com as menores percentagens de peças não-conformes.

| Tabela 1- Designação das duas primeiras amostras analisadas, da fase apos Forno de Fundição. |            |  |  |  |  |  |
|--|------------|--|--|--|--|--|
| Lote   | Designação |  |  |  |  |  |
| ALCASA   | ALCASA 1   |  |  |  |  |  |
| BEFESA   | BEFESA 1   |  |  |  |  |  |

----~ . . . . . ... . . de Eusedie ä án En

Em seguida, após averiguação das condições do processo de fundição injectada da Halla, optouse por proceder a uma amostragem correspondente a três fases específicas do processo.

As fases, assim como a respectiva amostragem, são descritas na tabela 2:

| Lote                 | Amostra do Forno  | Amostra do Forno | Amostra da Calha |
|----------------------|-------------------|------------------|------------------|
|                      | de Fusão +        | de Espera        |                  |
|                      | Desgasificação,   |                  |                  |
|                      | Durante 5 minutos |                  |                  |
| ALCASA               | AFF               | AW               | AC               |
| ALCASA (Corte AFFL   |                   | AWL              | ACL              |
| Longitudinal)        |                   |                  |                  |
| BEFESA               | BEFESA BFFL       |                  | BCL              |
| (Corte Longitudinal) |                   |                  |                  |

Tabela 2 - Amostragem inicial, referindo o fornecedor e o local da recolha da amostra

Para além destas amostras, foram recolhidas amostras referentes a uma peça feita com alumínio Alcasa, com adição de TiB (inoculante), de uma moldação que, de forma recorrente, produzia peças com porosidades no mesmo local. Esta amostra foi designada como amostra PP.

#### Resultados e Discussão 3.

# 3.1. Observação por Microscopia Óptica

As amostras Alcasa e Befesa referentes às três fases do processo foram preparadas para observação metalográfica. As amostras tinham inicialmente a forma de medalhões de aproximadamente 70 milímetros de diâmetro, sendo o resultado de se verter uma porção do alumínio fundido numa pequena moldação. Efectuou-se um corte nestas amostras, e seguidamente uma montagem a quente, em resina. Depois procedeu-se ao polimento das amostras, sequencialmente, com lixas de granulomentria 240, 600, 1000 e 2400. Finalmente, foi feito um polimento a cada uma das amostras usando para o efeito solução de sílica, vertendo a mesma sobre um pano, colocado na base rotativa da polideira. Após polimento e posterior contrastação, foram observadas no microscópio óptico. (Micrografias obtidas com uma ampliação de 200X).

## 3.1.1. Observação das amostras Alcasa 1 e Befesa 1

As figuras 16 e 17 mostram as microestruturas das amostras Alcasa 1 e Befesa 1, respectivamente. Nelas, pode observar-se uma predominância de eutético lamelar (zonas escuras), numa matriz de alumínio primário (zonas claras). Não é visível nenhum dos precipitados associados ao "sludge".



Fig. 16 - Micrografia da amostra ALCASA 1. Zonas escuras correspondendo a fase eutética lamelar, claras a alumínio primário.



Fig. 17 - Micrografia da amostra BEFESA 1. Zonas escuras correspondendo a fase eutética lamelar, claras a alumínio primário.

Isto sugere que uma distribuição mais ou menos equitativa de alumínio primário e fase eutética lamelar (já que pode observar-se que a percentagem de cada fase será aproximadamente 50%) corresponde à microestrutura ideal para a não ocorrência de porosidades durante o processo de fundição injectada.

### 3.1.2. Observação das amostras Alcasa, nas três diferentes fases do processo

Para aprofundar a análise, de seguida foram efectuados novos ensaios, agora correspondendo a amostras das três fases do processo de produção das peças. Primeiro, as do distribuidor Alcasa.

A figura 18 corresponde a outra amostra de alumínio Alcasa, logo após o Forno de Fusão. Nela nota-se uma distribuição eutético lamelar-alumínio primário muito semelhante à da amostra Alcasa 1, se bem que é notório um pequeno aumento da quantidade de alumínio primário, por comparação à amostra referida.



Fig. 18 - Micrografia da amostra AFF. Zonas escuras correspondendo a fase eutética lamelar, claras a alumínio primário.

A figura 19 corresponde a uma amostra de alumínio tirada de um forno de espera. Aqui, já não se observa eutético lamelar, mas sim agulhas de silício, assim como alguns precipitados associados ao "sludge". Isto sugere que já nesta fase nos afastamos da microestrutura associada à produção de peças conformes.



Fig. 19 - Micrografia da amostra AW. Zonas escuras correspondendo a agulhas de silício, zonas claras a alumínio primário. Observam-se já alguns precipitados associados ao "sludge".

A figura 20 corresponde a alumínio retirado directamente da calha, imediatamente antes de ser injectado na cavidade moldante. Observa-se maior quantidade de precipitados de "sludge", e com maiores dimensões. Também se observa um aumento da percentagem de alumínio primário.



Fig. 20 - Micrografia da amostra AC. Zonas escuras correspondendo a agulhas de silício, claras a alumínio primário. Observa-se de forma mais pronunciada, a presença de vários precipitados associados ao "sludge"

A figura 21 corresponde á análise de uma peça com um nível de porosidades não conforme. Apesar da utilização do TiB como refinador de grão, continua a observar-se muitos precipitados de "sludge", numa microestrutura onde não se observa qualquer eutético lamelar. A conclusão a que se é conduzido, é que a utilização de refinador de grão (caro) não resulta na melhoria da qualidade das peças obtidas.



Fig. 21 - Micrografia da amostra PP (ampliação 500X). Apesar do maior refinamento de grão, observam-se os mesmos precipitados de "sludge", e a ausência de fase eutética lamelar.

Após estes resultados, procedeu-se ao corte longitudinal de cada um dos "medalhões" de alumínio do fornecedor Alcasa (e posterior polimento e contrastação das áreas dos cortes), referentes às três fases do processo, a saber:

- Fase 1 Vazamento do Forno de Fusão
- Fase 2 Fornos de Espera
- Fase 3 Calha

Em cada uma das novas amostras, foram seleccionadas 5 áreas, e em cada uma dessas áreas foram efectuadas observações metalográficas. Apresenta-se a seguir algumas micrografias respectivas às observações efectuadas.

A figura 22 corresponde a uma das várias micrografias tiradas à amostra vazada do Forno de Fusão. Permitiram verificar que já nesta fase existia a formação de alguns pequenos grãos de "sludge", e que a fase eutética lamelar não era tão homogénea ao longo da amostra como seria desejável. Em algumas zonas, esta fase era quase inexistente.



Fig. 22 - Micrografia AFFL1c. Observa-se algo que aparenta ser fase eutética lamelar, e são pouco visíveis, grãos de "sludge".

A figura 23 corresponde a uma das micrografias obtidas ao longo da amostra obtida do Forno de Espera. Permitiu constatar que, para além de uma pronunciada presença de precipitados associados ao "sludge", já se verificava a existência de porosidades. Isso, e a não existência de qualquer fase eutética lamelar.



Fig. 23 - Micrografia AWL3c. Observa-se apenas alumínio primário, e precipitados associados ao "sludge". Para além disso, nota-se uma porosidade já considerável.

A figura 24 é uma das várias micrografias tiradas à amostra referente à calha. Verificou-se um aumento do tamanho de alguns dos precipitados do "sludge", assim como do alumínio primário.



Fig. 24 - Micrografia ACL5d. Observa-se apenas alumínio primário, e precipitados associados ao "sludge".

## 3.1.3. Observação das amostras Befesa, nas três diferentes fases do processo

A seguir, revelou-se importante proceder a uma observação idêntica em amostras do fornecedor de alumínio Befesa. Nestas, optou-se por fazer apenas micrografias à área dos cortes longitudinais aos "medalhões" que constituíam as amostras. As figuras 25 e 26 correspondem à amostra obtida através do vazamento após Forno de Fusão. Na figura 25, verifica-se eutético lamelar, numa matriz de alumínio primário. Mas aqui, já nesta fase do processo, observa-se a existência de vários precipitados associados ao "sludge", tais como precipitados tipo-estrela, e de silício primário, como pode ser visto na figura 26.



Fig. 25 - Micrografia BFF1c. Zonas escuras correspondendo a fase eutética lamelar, claras a alumínio primário.



Fig. 26 - Micrografia BFF3b. Observam-se agulhas de silício, e precipitados tipo-estrela. Pelo menos dois precipitados de silício primário são visíveis.

A figura 27 é uma micrografia obtida da amostra de alumínio do fornecedor Befesa, no Forno de Espera. Observam muitos precipitados tipo-estrela. Ainda assim, aparenta ter uma microesturura mais próxima da conforme, por comparação à amostra do fornecedor Alcasa, na mesma fase do processo, nomeadamente por aparentar ter menor percentagem de fase de alumínio primário.



Fig. 27 - Micrografia BW1c. Observam-se todos os precipitados associados ao "sludge".

A figura 28 corresponde a uma das várias micrografias obtidas da amostra de alumínio do fornecedor Befesa, retirada da calha. O mais notório, é observar-se ainda alguma fase eutética lamelar, e baixa percentagem de fase de alumínio primário, por comparação à amostra de alumínio do fornecedor Alcasa, obtida na mesma fase do processo.



Fig. 28 - Micrografia BC1c. Observa-se fase eutética lamelar, e precipitados tipo-estrela.

Para aprofundar a análise das amostras obtidas, de seguida foram efectuadas mais análises, nomeadamente químicas e de percentagem de fases.

# 3.1.4. Micrografias de amostras de alumínio Alcasa e Befesa, de amostragens posteriores

Numa fase posterior à dos ensaios a seguir citados, foram realizadas diversas amostragens e posteriores observações por microscopia óptica, mais análises químicas (um registo dessas amostragens, e resultados obtidos, pode ser visto no Historial, apresentado nos anexos deste documento). A seguir, apresenta-se algumas das micrografias mais relevantes, com correspondente composição percentual do Ferro e Silício.

Na figura 29, uma amostra de alumínio Befesa retirada do forno de fusão, verifica-se boa dispersão do alumínio, grão eutético lamelar, e quase nenhum dos precipitados de "sludge".



Fig. 29 – Befesa (amostra BE-2-FF), forno de fusão – 1.02% Fe, 0.92% Si.

Já na figura 30, uma amostra de alumínio Alcasa retirada do forno de espera, a microestrura não apresenta qualquer grão eutético lamelar, e muitos grãos de "sludge", numa matriz de alumínio primário algo excessiva.



Fig. 30 - Alcasa (amostra AL-5-W), formo de espera, 0.790% Fe, 10.59% Si.

A micrografia mostrada na figura 31, é de uma amostra de alumínio Alcasa, retirada do forno de espera. Aqui, só se observa grão eutético lamelar, em quantidade apreciável, numa matriz de alumínio primário mais escassa.



Fig. 31 – Alcasa (amostra AL-10-W), forno de espera, 0.873% Fe. 11.01% Si

# 3.2. Análise Química

# Os resultados obtidos das análises químicas resumem-se na Tabela 3:

| Amostra |       | Elemento (Média de 3 "sparks", em %) |      |       |        |       |        |        |        |         |        |          |         |         |         |       |
|---------|-------|--------------------------------------|------|-------|--------|-------|--------|--------|--------|---------|--------|----------|---------|---------|---------|-------|
|         | Si    | Fe                                   | Cu   | Mn    | Mg     | Zn    | Ni     | Cr     | Pb     | Sn      | Ti     | Bi       | Ca      | V       | Co      | Al    |
| ALCASA1 | 10.94 | 0.724                                | 2.53 | 0.188 | 0.0827 | 0.721 | 0.0613 | 0.0269 | 0.0785 | 0.00767 | 0.0402 | <0.00100 | 0.00096 | 0.00544 | 0.00031 | 84.60 |
| BEFESA1 | 11.32 | 0.880                                | 2.33 | 0.160 | 0.112  | 1.63  | 0.135  | 0.0680 | 0.144  | 0.0152  | 0.0817 | 0.0111   | 0.00207 | 0.00963 | 0.00082 | 83.12 |
| AFFL    | 10.73 | 0.793                                | 2.45 | 0.146 | 0.119  | 1.78  | 0.129  | 0.0468 | 0.157  | 0.0170  | 0.0710 | >0.600   | 0.00141 | 0.0109  | 0.00259 | 82.95 |
| AWL     | 10.40 | 0.836                                | 2.46 | 0.153 | 0.117  | 1.75  | 0.135  | 0.0498 | 0.169  | 0.0180  | 0.0696 | >0.600   | 0.00113 | 0.0109  | 0.00262 | 83.22 |
| ACL     | 9.89  | 0.816                                | 2.52 | 0.150 | 0.127  | 1.79  | 0.150  | 0.0481 | 0.191  | 0.0228  | 0.0698 | >0.600   | 0.00141 | 0.0108  | 0.00282 | 83.61 |
| BFFL    | 10.50 | 0.857                                | 2.10 | 0.160 | 0.0423 | 1.46  | 0.110  | 0.0562 | 0.150  | 0.0293  | 0.0662 | 0.0237   | 0.00081 | 0.00905 | 0.00116 | 84.42 |
| BWL     | 10.82 | 0.857                                | 1.98 | 0.154 | 0.0433 | 1.45  | 0.103  | 0.0532 | 0.140  | 0.0231  | 0.0682 | 0.0240   | 0.00103 | 0.00925 | 0.00111 | 84.26 |
| BCL     | 10.56 | 0.877                                | 2.10 | 0.164 | 0.0443 | 1.47  | 0.104  | 0.0589 | 0.143  | 0.0239  | 0.0669 | 0.0231   | 0.00128 | 0.00958 | 0.00120 | 84.35 |

Tabela 3 - Análises químicas das amostras da primeira fase

A partir da composição química, foi calculado o Sludge Factor, através da equação apresentada anteriormente no ponto 1.4.5.

1%Fe + 2%Mn + 3%Cr

Os resultados obtidos apresentam-se na tabela 4.

| Amostra  | Sludge Factor |
|----------|---------------|
| ALCASA 1 | 1.18          |
| BEFESA1  | 1.40          |
| AFFL     | 1.23          |
| AWL      | 1.29          |
| ACL      | 1.26          |
| BFFL     | 1.35          |
| BWL      | 1.32          |
| BCL      | 1.38          |

Tabela 4 - Valores de Sludge Factor obtidos para as diferentes amostras.

Olhando para estes valores, observa-se pouca variação dos mesmos, oscilando entre os 1.18 e os 1.38. Considerando o referido no ponto 1.4.5, seria de esperar que ocorresse pouca ou nenhuma formação de cristais de "sludge", já que nos fornos de espera o valor limite de Sludge Factor seria aproximadamente de 1.8, e no Forno de Fusão, seria até mais elevado, chegando aos 2.2. (Toma-se estes valores como referencia, já que os valores das temperaturas de trabalho dos fornos da Halla eram, salvo pequenas variações pontuais, idênticas às referidas no ponto citado). Mas verifica-se, de facto, formação de cristais de "sludge" em todas as amostras retiradas do Forno de Espera, e até em alguns casos, no próprio Forno de Fusão. Isto acentuou a necessidade de aprofundar o estudo das amostras, e do que ocorria no processo de fabrico.

# 3.3. Estimativa da Percentagem de Fases

A partir das micrografias obtidas por microscopia óptica, foi efectuada uma análise da percentagem de fases presentes, utilizando um programa de análise de imagem (Mocha).

A metodologia foi a seguinte:

1 – Inicialmente, abrir a micrografia através do programa (para efeitos de exemplo é apresentada a micrografia BW5e, na figura 32).



Fig. 32 - Micrografia BW5e.

 2 – Seleccionar toda a área (através do comando "threshold"), e obter um valor numérico para a área completa (ver figura 33).





3 - Seleccionar, usando o comando "manual measurement", os precipitados presentes, obtendo um valor que corresponda ao valor da soma das áreas dos precipitados. Dividir este valor pelo valor da área total. Isso permite obter o valor da percentagem de fase da fase considerada (ver figuras 34 e 35. Em cada uma, é seleccionado uma fase diferente).



Fig. 34





Na tabela 5, apresenta-se uma súmula de resultados obtidos para as várias amostras: quer composição química, quer percentagem de fases, assim como a "qualidade relativa" (uma observação empírica da qualidade da microestrutura das amostras, tomando em conta a distribuição de fases, a presença de grãos de "sludge", o seu tamanho, porosidades...)

|          | T        | Tabela         | 5 - Tabela cor | n Resultados | Vários.        |                 | r          |  |  |
|----------|----------|----------------|----------------|--------------|----------------|-----------------|------------|--|--|
| Amostra  | Local    | Composição     | % Mé           | edia de Fas  | es ± Desvio Pa | drão            | "Qualidade |  |  |
|          | de       | Química (%     |                |              |                |                 |            |  |  |
|          | Recolha  | de Al, Fe, Si, |                |              |                |                 |            |  |  |
|          |          | Cu)            |                |              |                |                 |            |  |  |
|          |          |                | Fase           | Alumínio     | AlSiFeMn(Cr)   | Grãos           |            |  |  |
|          |          |                | Futética       | Primário     |                | de              |            |  |  |
|          |          |                | Ediction       | 1 minuno     |                | Silício         |            |  |  |
|          |          |                |                |              |                | Drimário        |            |  |  |
|          | Forno    | 94609/ 1       | 50 67 9/       | 40.22.0/     | 0.04.9/        | Filliano        | Molbor     |  |  |
| Alcasa I | FUITIO   | 04.00 % AI,    | 50,07 %        | 49,33 %      | 0,04 %         | -               | wentor     |  |  |
|          | de       | 0.72 % Fe,     | ±              | ±            | ±              |                 |            |  |  |
|          | Fusao    | 10.94 % Si,    | 0,014315       | 1,43%        | 1,43%          |                 |            |  |  |
|          |          | 2.53 % Cu      |                |              |                |                 |            |  |  |
| AFFL     | Forno    | 82.95 % Al,    | 36,57 %        | 63,40 %      | 0,27 %         | -               | Média      |  |  |
|          | de       | 0.793 % Fe,    | ±              | ±            | ±              |                 |            |  |  |
|          | Fusão    | 10.73 % Si,    | 6,96 %         | 6,92 %       | 0,11 %         |                 |            |  |  |
|          |          | 2.45 % Cu      |                |              |                |                 |            |  |  |
| AWL      | Forno de | 83.22 % Al,    | -              | 74,84 %      | 1,55 %         | 23,59 %         | Pior       |  |  |
|          | Espera   | 0.836 % Fe,    |                | ±            | ±              | ±               |            |  |  |
|          |          | 10.40 % Si.    |                | 4.82 %       | 1.02 %         | 5.12 %          |            |  |  |
|          |          | 2.46 % Cu      |                | 1,02 /0      | 1,02 /0        | 0,12 /0         |            |  |  |
| ACL      | Calha    | 83 61 % Al     | -              | 77 92 %      | 0.67 %         | 21 24 %         | Pior       |  |  |
|          | Canta    | 0.816 % Fe     |                | +            | +              | +               | 1 101      |  |  |
|          |          | 0.010 % TC,    |                | 5 10 %       | 0 40 %         | 4 07 %          |            |  |  |
|          |          | 2.52 % Cu      |                | 5,19 %       | 0,49 %         | 4,97 /0         |            |  |  |
|          |          | 2.52 /0 00     |                |              |                |                 |            |  |  |
| Befesa   | Forno    | 83.12 % ΔI     | 43 37 %        | 56 63 %      |                |                 | Melhor     |  |  |
| 1        | de       | 11 32 % Si     | +0,07 70       | 50,05 70     |                |                 | Memor      |  |  |
| •        | Eucão    | 0.880 % Eq.    | <u> </u>       | 1 1 2 0/     |                |                 |            |  |  |
|          | i usao   |                | 1 1 2 0/       | 1,12 %       |                |                 |            |  |  |
| DEEL     | <b>-</b> | 2.33 /0 Cu     | 1,12 %         | 40.05.0/     |                | 0.40.0/         | Mallaan    |  |  |
| BFFL     | Forno    | 84.42 % AI,    | 51,64 %        | 46,95 %      | 0,95 %         | 0,42 %          | weinor     |  |  |
|          | de       | 0.857 % Fe,    | ±              | ±            | ±              | ±               |            |  |  |
|          | Fusao    | 10.50 % Si,    | 5,95 %         | 4,98 %       | 1,18 %         | 0,60 %          |            |  |  |
|          |          | 2.10 % Cu      |                |              |                |                 |            |  |  |
|          |          |                |                |              |                |                 |            |  |  |
| BWL      | Forno    | 84.26 % Al,    | 39,94 %        | 58,35 %      | 1,08 % ±       | 0,68 %          | Melhor     |  |  |
|          | de       | 0.857 % Fe,    | ±              | ±            | 0,73 %         | ±               |            |  |  |
|          | Espera   | 10.82 % Si,    | 4,90 %         | 4,54 %       |                | 0,53 %          |            |  |  |
|          |          | 1.98 % Cu      |                |              |                |                 |            |  |  |
| BCL      | Calha    | 84.35 % Al,    | 45,69 %        | 53,12 %      | 0,97 %         | 0,22 %          | Melhor     |  |  |
|          |          | 0.877 % Fe     | ±              | ±            | ±              | ±               |            |  |  |
|          |          | 10.56 % Si.    | 7.90 %         | 7.97 %       | 0.56 %         | 0.22 %          |            |  |  |
|          |          | 2.10 % Cu      | .,,.           | .,,.         | -,,-           | -,_ <b>_</b> /0 |            |  |  |
| PP       | Peca     | -              | -              | 78.17 %      | 0.85 %         | 20.44 %         | Pior       |  |  |
|          | Acabada  |                |                | +            | +              | +               |            |  |  |
|          |          |                |                | 7.10 %       | 0.64 %         | 5.81 %          |            |  |  |
| 1        | 1        | 1              | 1              | .,,.         |                |                 | 1          |  |  |

# 3.4. Micrografias SEM e Análises Químicas EDS

Já se tinha, através de microscopia óptica, obtido imagens com uma ampliação de 200X, que por comparação com o descrito no ponto 1.4.3, dava uma ideia da possível composição dos precipitados observados. Através do método SEM-EDS, pretendeu-se obter imagens das amostras com uma maior ampliação, assim como a composição química de cada um dos

precipitados em particular. Outra das situações que se pretendeu averiguar, nestas análises, foi a existência de uma eventual contaminação do alumínio por elementos estranhos à liga A383.

## 3.4.1. Preparação das Amostras

Efectuou-se a preparação das 6 amostras obtidas: 3 do fornecedor Alcasa e três do fornecedor Befesa, nomeadamente: Alcasa – forno de fusão, forno de espera e calha, e Befesa – forno de fusão, forno de espera e calha. As amostras tinham inicialmente a forma de medalhões de aproximadamente 70 milímetros de diâmetro, sendo o resultado de se verter uma porção do alumínio fundido numa pequena moldação. À semelhança da preparação para observação por microscopia óptica, efectuou-se um corte nestas amostras, e seguidamente uma montagem a quente, em resina. Depois procedeu-se ao polimento das amostras, sequencialmente, com lixas de granulomentria 240, 600, 1000 e 2400. Finalmente, foi feito um polimento a cada uma das amostras usando para o efeito solução de sílica, vertendo a mesma sobre um pano, colocado na base rotativa da polideira.

### 3.4.2. Ensaio

Para cada amostra, efectuou-se o seguinte procedimento:

- As amostras são limpas, e em seguida colocadas no porta-amostras, com luvas sem pó. A amostra é posicionada de modo a que fique ao nível da superfície superior do portaamostras. (Cada amostra deve, idealmente, ter um diâmetro máximo de 3 centímetros). Como a resina usada não era condutora, é necessário colocar-se na montagem uma fita específica que garanta a condução entre a amostra e o porta-amostras.
- 2. Abre-se o fecho metálico da pré-câmara, para assegurar que a pressão do azoto não é excessiva, procedendo depois à ventilação da mesma. Verifica-se se a pressão é a indicada (neste caso, 9x10<sup>-4</sup> Pa), e define-se a tensão de aceleração para um valor que, habitualmente, é de 15 KV. Obtém-se a imagem, e a partir daí fazem-se os vários ajustamentos necessários, a nível de contraste, brilho, ampliação, e posição da zona observada.
- 3. Podem-se obter dois tipos de imagem, consoante se use o modo de electrões secundários ou o modo de electrões retrodifundidos. A imagem de electrões secundários dá-nos informação maioritariamente topográfica, pelo que se optou por usar o modo de electrões retrodifundidos, que nos dá uma imagem em função dos elementos químicos presentes. Quanto mais clara a zona da imagem, maior o peso atómico do elemento

químico observado. A imagem é seleccionada no visor do SEM, e depois exportada para outra consola, onde é observada e guardada.

- 4. Para fazer a análise química das amostras com o detector EDS, é necessário antes retirar o detector de electrões retrodifundidos, e colocar o detector EDS. Para garantir que nenhum elemento deixa de ser detectado, é ideal que se use uma tensão de aceleração pelo menos três vezes superior à da linha mais energética a ser observada.
- 5. Obtém-se para cada amostra a composição total, e depois, seleccionando com a sonda de EDS a área a analisar (que aparece no visor como um ponto luminoso), analisa-se a composição pontual de várias fases visíveis em cada amostra. A largura mínima da sonda de EDS vai de 500 nanómetros a 1 mícron.

Através deste procedimento, foram obtidas várias micrografias das amostras, com duas ampliações diferentes, e os respectivos espectros com os elementos presentes, e suas composições percentuais.

# 3.4.3. Resultados e Discussão

Procedeu-se então à análise dos dados obtidos, desta vez com o SEM. Apresenta-se inicialmente as micrografias de cada amostra com as duas ampliações usadas, cuja escala é apresentada em cada uma, e em seguida, quer a composição total de cada amostra, quer as composições de cada elemento analisado separadamente, em forma de tabela, com os elementos em quantidade mais significativa. Como exemplo, mostra-se também, para a primeira análise química, o espectro que se obtém da análise com o EDS.



Fig. 36 - Micrografia de amostra de Alcasa, Forno de Fusão, (FMC – fase mais clara, FME – fase mais escura, M – matriz).



Fig. 37 – Espectro da análise química da amostra de alumínio Alcasa, Forno de Fusão, Composição Total.

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 75.83   | +- 9.96 |
| Si   | 21.13   | +- 2.40 |
| Cu   | 3.04    | +- 0.72 |

Tabela 6 - Forno de Fusão, composição química total.

| Tabela 7 - Alcasa, | Forno de Fusão, | , composição ( | química da Fa | ase Mais Clara |
|--------------------|-----------------|----------------|---------------|----------------|
|                    |                 |                |               |                |

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 46.89   | +- 5.26 |
| Si   | 26.35   | +- 2.99 |
| Fe   | 18.53   | +- 2.41 |
| Cu   | 8.24    | +- 1.90 |

A fase mais clara, pelos elementos acima identificados na tabela 7, aparenta ser um precipitado intermetálico de AlSiFe, com presença de Cu. Possivelmente, um segundo eutético, concordante com o diagrama ternário Al-Fe-Si apresentado na figura 5 do ponto 1.4.4.

Tabela 8 - Alcasa, Forno de Fusão, composição química da Fase Mais Escura.

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 21.84   | +- 3.14 |
| Si   | 78.16   | +- 9.82 |

Já a fase mais escura, tendo apenas Alumínio e Sílica em percentagem consideráveis, aparenta ser um precipitado com sílica primária. Isto é também concordante com informação obtida sobre o "sludge", e os precipitados que o constituem.

Tabela 9 - Alcasa, Forno de Fusão, composição química da Matriz.

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| Al   | 100.00  | +-12.69 |

Na matriz, nada se detecta, para além de alumínio.



Fig. 38 - Alcasa, Forno de Espera, (FMC - fase mais clara, FME - fase mais escura, M - matriz, A - agulha).

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 54.37   | +- 7.83 |
| Si   | 12.17   | +- 1.83 |
| Fe   | 23.04   | +- 2.64 |
| Cr   | 2.58    | +- 0.69 |
| Mn   | 7.85    | +- 1.67 |

Tabela 10 - Alcasa, Forno de Espera, composição química da Fase Mais Clara.

Por comparação com a composição da fase mais clara do alumínio no forno de fusão, observa-se a inexistência de Cu e a presença de Cr e Mn. Tal facto, adicionando à diferença na percentagem de silício, leva a concluir que seja um precipitado diferente.

| Tabela 11 - Alca | isa, Forno de Es | pera, composiçã | o química da l | Fase Mais Escura. |
|------------------|------------------|-----------------|----------------|-------------------|
|                  |                  | (1000)          | <i>(</i> ) ,   |                   |

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 4.01    | +- 0.61 |
| Si   | 95.99   | +- 9.01 |

Pelo aumento quer da percentagem de silício, quer do tamanho dos precipitados, detecta-se um crescimento e/ou coalescência dos precipitados de silício observados anteriormente.

| elem | c(100%) | confid. | 1 |
|------|---------|---------|---|
| AI   | 68.26   | +-18.07 | 1 |
| Si   | 28.59   | +- 5.90 |   |

Tabela 12 - Alcasa, Forno de Espera, composição química da Agulha.

| Zn | 1.15 | +- 0.89 |
|----|------|---------|
| Cu | 1.99 | +- 0.92 |

Pela presença de Zn nesta análise, supõe-se estar na presença de um outro tipo de precipitado.

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 94.05   | +-11.79 |
| Zn   | 3.86    | +- 1.86 |
| Cu   | 2.09    | +- 1.03 |

Tabela 13 - Alcasa, Forno de Espera, composição química da Matriz.

Aqui, e pela tabela 13, nota-se que a matriz continua a ser predominantemente de alumínio, mas observa-se a presença pontual de outros elementos, nomeadamente Zn e Cu, o que leva a crer que possa haver uma difusão de elementos de liga na matriz de alumínio, nos fornos de espera.



Fig. 39- Alcasa, Calha, (P – Precipitado).

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 73.73   | +- 6.25 |
| Si   | 21.99   | +- 1.14 |
| Fe   | 0.76    | +- 0.17 |
| Cu   | 1.95    | +- 0.27 |
| Zn   | 1.57    | +- 0.27 |

Tabela 14 - Alcasa, Calha, composição química total.

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 96.98   | +- 9.25 |
| Cu   | 2.07    | +- 0.34 |
| Pb   | 0.95    | +- 0.26 |

Tabela 15 - Alcasa, Calha, composição química do Precipitado.

Aqui, este precipitado, correspondendo a um dos pontos mais claros da figura 41, e identificado com a letra P, apresenta maioritariamente alumínio na composição, de acordo com a tabela 15. Isto pode não ser realista, e ser sim resultado da emissão de electrões do interior da amostra e ao redor do precipitado, ou seja, do alumínio da matriz.



Fig. 40 - Befesa, Forno de Fusão, (H - precipitado em forma de Hexágono, SE - Segundo Eutético, L - Lamela).

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 74.42   | +- 7.78 |
| Si   | 18.01   | +- 1.95 |
| Fe   | 3.03    | +- 0.66 |
| Cu   | 1.92    | +- 0.65 |
| Zn   | 1.79    | +- 0.79 |

|--|

Tabela 17 - Befesa, Forno de Fusão, precipitado em forma de Hexágono.

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 55.44   | +- 5.52 |
| Si   | 12.30   | +- 1.47 |
| Fe   | 22.92   | +- 2.14 |
| Cr   | 2.79    | +- 0.60 |
| Mn   | 6.55    | +- 1.17 |

Pela composição apresentada na tabela 17, somos levados a crer que este precipitado é mais um precipitado intermetálico de AlSiFe, mas este com a presença de Cu e Zn.

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 93.54   | +-10.58 |
| Si   | 3.76    | +- 1.06 |
| Cu   | 1.08    | +- 0.80 |
| Zn   | 1.62    | +- 1.00 |

Tabela 18 - Befesa, Forno de Fusão, composição química da área à volta do precipitado em forma de Hexágono.

Pelos resultados mostrados na tabela 18, nota-se que na área ao redor do precipitado, essencialmente só existe AI, e traços de Cu e Zn, elementos que não foram detectados no próprio precipitado.

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 62.02   | +- 7.06 |
| Si   | 7.91    | +- 1.40 |
| Cu   | 6.53    | +- 1.91 |
| Mn   | 2.97    | +- 0.89 |
| Fe   | 20.57   | +- 2.80 |

Tabela 19 - Befesa, Forno de Fusão, composição química do Segundo Eutético.

Existem, nesta liga de alumínio, duas fases eutéticas distintas. A informação obtida quanto à composição química (tabela 19) revelou-se importante para confirmar, na amostra, a reacção ocorrida para as composições desta liga, e às temperaturas de trabalho praticadas, num diagrama ternário AI-Fe-Si.

| elem | c(100%) | confid. |  |  |  |  |  |
|------|---------|---------|--|--|--|--|--|
| Al   | 80.36   | +- 8.72 |  |  |  |  |  |
| Si   | 16.83   | +- 2.06 |  |  |  |  |  |
| Cu   | 1.18    | +- 0.57 |  |  |  |  |  |
| Zn   | 1.62    | +- 0.71 |  |  |  |  |  |

Tabela 20 - Befesa, Forno de Fusão, Lamela.

Pelos elementos presentes na tabela 20, tirando variações no valor das percentagens, somos levados a crer estar na presença da mesma fase encontrada na amostra Alcasa, forno de espera, e identificada como "Agulha".



Fig. 41 - Befesa, Forno de Espera.

Pela morfologia dos precipitados observados nas imagens obtidas pelo SEM, figuras 45 e 46, aparenta estar-se na presença das mesmas espécies identificadas no forno de fusão. Optou-se então por não analisar os precipitados individualmente, quer na amostra referente ao forno de espera, quer na amostra referente à calha (figuras 47 e 48).

| elem | c(100%) | confid. |
|------|---------|---------|
| AI   | 73.66   | +-10.10 |
| Si   | 18.59   | +- 2.18 |
| Cu   | 3.54    | +- 0.93 |
| Zn   | 2.86    | +- 1.00 |
| Fe   | 1.35    | +- 0.57 |

### Tabela 21 - Befesa, Forno de Espera, Composição Total.



Fig. 42 - Befesa, Calha.

| Tabela 22 - Be | fesa, Calha, Con | nposição Total. |
|----------------|------------------|-----------------|
| elem           | c(100%)          | confid.         |
| AI             | 74.48            | +- 8.19         |
| Si             | 18.49            | +- 2.26         |
| Cu             | 3.62             | +- 1.14         |
| Zn             | 2.12             | +- 1.06         |
| Fe             | 1.29             | +- 0.64         |

Observam-se, no essencial, as mesmas fases nas amostras quer do fornecedor Alcasa, quer no fornecedor Befesa. A diferença mais significativa verifica-se na morfologia: maior tamanho dos precipitados formados nas amostras do fornecedor Alcasa.

Quanto à hipótese de contaminação, não foram detectados elementos estranhos à liga. Mesmo com as limitações do EDS (impossibilidade em detectar elementos leves), não é de crer que tenha havido qualquer contaminação da liga em alguma fase do processo. Aliás, quer pela morfologia, quer pela composição química, tudo se verifica de acordo com o que era expectável, seja pela análise do diagrama ternário Al-Fe-Si, seja pelo que é referido no ponto 1.4.3 sobre a morfologia e composição dos precipitados de "sludge".

Deve ser referido que os valores de composição química percentual totais, não são os valores tidos como finais. Mesmo entrando em conta com as variações do grau de confiança, estes valores são muito díspares em relação aos valores obtidos pelo método espectroscopia de emissão óptica. O EDS é essencialmente um método qualitativo. O EDS foi usado principalmente para identificar os elementos presentes, e não para obter valores percentuais de composição exactos.

O método de SEM-EDS apresenta algumas limitações, nomeadamente quando se analisa um ponto em particular da superfície de uma amostra, já que o que os electrões e fotões que são emitidos por esta, após incidência do feixe de electrões, não provém só da área analisada, mas também do interior e do redor da zona de incidência. Também apresenta uma limitação, ao não ser capaz de detectar elementos leves (detecta elementos do U<sub>5</sub> até ao U<sub>92</sub>). Mas, para o caso em estudo, não se considerou ser uma limitação relevante.

### 3.5. Difracção de Raios-X

De modo a identificar as fases presentes nas amostras de alumínio, nomeadamente as dos precipitados que constituem o "sludge", decidiu fazer-se uma análise por Difracção de Raios-X.

### 3.5.1. Preparação das Amostras

As amostras utilizadas foram as mesmas usadas no método SEM-EDS. Como preparação adicional, fez-se novo corte, com uma serra mecânica, de modo a obter peças mais pequenas e finas, com aproximadamente trinta milímetros de comprimento, 15 de largura e 3 milímetros de espessura cada.

### 3.5.2. Resultados e Discussão

Após o ensaio, procedeu-se á análise dos resultados. Em seguida apresentam-se os espectros representativos das análises realizadas, e respectiva identificação. Esta foi feita comparando os gráficos obtidos, com os valores de 20 dos picos conhecidos, em base de dados, das várias fases envolvendo Alumínio-Ferro-Silício, que foram as de maior interesse para o estudo. As cartas usadas foram as seguintes: #040787 (Alumínio); #20031 ( $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi); #200032 ( $\gamma$ -Al<sub>3</sub>FeSi) e #410894 (Al<sub>8</sub>Fe<sub>2</sub>Si).

Como se verificou que, apesar de variar o número de contagens em cada pico, estes ocorrem para os mesmos valores de 20, apenas se mostra dois dos difractogramas obtidos, um para cada uma das amostras dos fornecedores Alcasa e Befesa referentes à fase da calha, mais os picos identificados de cada uma das fases detectadas, e respectivos índices de Miller.



Fig. 43 - Alcasa, Calha. Picos 38.505 (111), 44.778 (200), 65.194 (220) – Alumínio. Picos 47.061 (113), 55.020 (223) –  $\gamma$ -Al3FeSi. Pico 78.152 –  $\beta$ -Al5FeSi, ou 78.305 (311) – Alumínio.



Fig. 44 - - Befesa, Calha. Picos 38.505 (111), 44.778 (200), 65.194 (220) – Alumínio. Picos 47.061 (113), 55.020 (223) – γ-Al3FeSi. Pico 78.152 – β-Al5FeSi, ou 78.305 (311) – Alumínio.

Deparou-se com uma dificuldade em distinguir o pico próximo de  $2\theta \approx 78.2$ , não se sabendo se se estava na presença do pico 78,152 da fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi, ou do pico 78,305, do Alumínio (ambos apresentam valores muito próximos). Mas será de prever, com base nos restantes dados obtidos, que seja um pico referente à fase  $\beta$ -Al<sub>5</sub>FeSi.

Estes ensaios serviram principalmente para confirmar as conclusões obtidas pelos restantes métodos de análise, mas também complementou a informação obtida, nomeadamente em relação aos tipos de composição química das fases Al-Fe-Si existentes, assim como as respectivas direcções dos planos cristalográficos presentes, informação que não foi obtida em nenhum dos métodos de análise anteriores.

## 4. Conclusões

Do trabalho de análise das ligas utilizadas para fundição injectada pela empresa Halla Climate Control Portugal, foi possível concluir que:

 Não foi detectada (através do recurso ao EDS) contaminação por elementos estranhos ao processo, em qualquer das curvas das análises espectográficas nas ligas analisadas;

- O Sludge Factor não é um critério suficiente para evitar a formação de "sludge" (apesar de se estar claramente abaixo da margem empírica de 1.8, conforme o discutido no ponto 3.2, forma-se ainda "sludge" de forma significativa);
- Conforme se mostrou e discutiu nos pontos 3.1.2 e 3.1.3, no alumínio Befesa, alguns precipitados associados ao "sludge" apareceram logo na primeira fase, a seguir ao forno de fusão. Isto não se verificou com o alumínio Alcasa. Esses precipitados mantiveram essencialmente o mesmo tamanho, controlado, durante as fases seguintes do processo. Com Alcasa, os precipitados apareceram com um tamanho considerável no forno de espera, e na calha esses precipitados crescem ainda mais;
- Também dos pontos 3.1.2 e 3.1.3, constata-se no alumínio Alcasa a formação de mais precipitados de silício primário do que no alumínio Befesa. Estes precipitados podem levar a uma menor fluidez do alumínio líquido na cavidade moldante;
- A observação mais relevante que pode ser retirada dos pontos 3.1.2 e 3.1.3, é que no alumínio Alcasa, nas últimas duas fases do processo, simplesmente não se observou a presença de qualquer eutético lamelar (que é a fase que preferencialmente se pretende que se forme no alumínio considerado). Por outro lado, em Befesa, a estrutura eutética lamelar permaneceu presente, e com uma percentagem considerável (como foi mostrado no ponto 3.3, nos valores de percentagens de fase, na tabela 5), mesmo depois da fase da calha;
- Por observação das composições químicas das várias amostras, ao longo de todo o estudo (sumarizado no Historial, nos Anexos), cruzando essa informação com a qualidade da microestrutura obtida, verificou-se que a variação mais significativa era a do Ferro, já que quando esta se afastava muito de uma percentagem ideal (que ronda os 0.85 a 0.90%), havia perda de eutético lamelar e aumento de grãos de "sludge". Pôde-se ter uma ideia dos compostos que se formam com estas percentagens, por observação do diagrama ternário Al-Si-Fe (abordado no ponto 1.4.4). Localizando neste as composições das amostras, observou-se que reacções de formação de fases sólidas ocorrem, à medida que o alumínio vai arrefecendo. Com uma percentagem mais baixa de ferro, estáse numa região do diagrama ternário (mostrada na figura 5) que é mais distante dos "vales eutéticos" (linhas no diagrama ternário, quando visto de cima, onde se dão reacções eutéticas), e mais dentro da região que leva a uma formação inicial de alumínio primário;
- O alumínio primário é uma fase que apresenta vários problemas, tais como, por exemplo, a grande solubilidade do hidrogénio no alumínio. Esse hidrogénio, então, poderá coalescer, levando à formação de porosidades no interior da liga de alumínio;

- Conclui-se então que a percentagem da composição química do ferro é o principal factor que, nas condições de trabalho verificadas na Halla Climate Control Portugal, leva ao aparecimento de cristais de "sludge", e à não formação de grão eutético. E à consequente formação exagerada de grão primário de alumínio. Tudo factores que contribuem para aparecimento de porosidade nas peças produzidas;
- Analisando o conjunto de todas as amostragens realizadas (Historial), concluiu-se que a composição ideal em relação ao ferro estará entre os 0,83% e os 0,90%, aproximadamente. A figura 31, no ponto 3.1.4, apresenta-se como um forte indicador de tal. Quase sempre que abaixo de 0,83%, há descontrolo da microestrutura, e como exemplo, pode citar-se a figura 30. Mas, consoante a composição do silício, esta regra pode permitir menos, ou mais percentagem de ferro. Exemplo: numa amostra de alumínio Befesa, com 1% de ferro, cuja micrografia é apresentada na figura 29, observou-se boa dispersão do alumínio primário, grão eutético, e quase nenhum "sludge". A percentagem de silício era pouco menor que 10% (regra geral, é 11%). Poder-se-ia talvez permitir um limite superior de 1% em ferro, quando a composição do silício fosse mais baixa (rondando os 10%). Só teria sido possível confirmar isto com certeza, após mais ensaios, pois o diagrama Al-Si-Fe não é suficientemente conclusivo, já que a liga A383 tem as suas linhas deslocadas pelos outros elementos presentes, e a forma exacta como essas linhas estão deslocadas não é conhecida;
- Os fornecedores (pelo menos, Alcasa), garantem no seu alumínio uma percentagem de ferro nunca inferior a 0,850%. No entanto, nas amostras retiradas, a grande maioria estava abaixo desse valor. Conclui-se que este descontrole na composição química ocorre a partir do momento em que se misturam os retornos (jitos, peças rejeitadas...) com o material "virgem", em lingotes. Como estes retornos eram acrescentados numa proporção (aproximada) de 50% retorno, 50% "virgem", e como os retornos eram introduzidos no forno de fusão de forma indiscriminada, sem qualquer selecção prévia (consoante fornecedor, lote, tipo de retorno...), tinha-se muitas vezes uma variação de composição química suficiente para desequilibrar a percentagem de ferro, tornando-a, por exemplo, deficitária.

Vários factores levarão a esta ocorrência:

- <u>Segregação de elementos, em particular nos jitos.</u> A composição de ferro, nestes retornos, poderá não ser completamente homogénea, idêntica à do resto do produto da injecção. Logo, haverá aí um desequilíbrio inerente, aquando da mistura com o resto do material para fundir, no Forno de Fusão;
- <u>Aproveitamento de retornos onde já exista um número de cristais de "sludge"</u> <u>considerável.</u> – Os cristais de "sludge" têm, na sua maioria, um alto teor de ferro, e um

ponto de fusão mais elevado que o do alumínio (logo, menos ferro estará no banho fundido, em estado líquido, pois estes cristais ainda estarão presentes no estado sólido, por dissolver no alumínio líquido). E poderão contribuir até para o empobrecimento do ferro que está em solução, por crescimento de grão, à custa dos elementos em fusão no banho;

• <u>Simples mistura de lotes.</u> – Ao misturar retornos de lotes e fornecedores diferentes, a composição final do fundido não será igual à do alumínio "virgem" introduzido.

# 5. <u>Recomendações</u>

Para controlar estes desvios às condições ideais de composição e estrutura, foram apresentadas à Halla Climate Control Portugal as seguintes recomendações:

- <u>Fazer um controle metalográfico, através de micrografias e de composição química, mais constante.</u> Ver a microestrutura, quer de peças produzidas, quer do alumínio no Forno de Fusão, em periodicidades estabelecidas, e de acordo com o que se for constatando na linha de produção;
- Consoante se verifique qual a composição química de ferro presente, e se constatar que esta está abaixo do valor pretendido (abaixo do intervalo entre 0.83% e 0.90% de ferro), poder-se-á proceder a uma afinação da mesma, por adição, na Colher ou no Forno de Fusão, de ferro: por exemplo ferroliga, ou aço macio (este último apresenta como possível problema o seu teor em enxofre). Esta adição seria feita mediante cálculo cuidado, para se saber qual a quantidade a adicionar para obter o valor mais correcto possível;
- Se a composição química do ferro for excessiva, recomenda-se que se tente trabalhar com uma temperatura no forno de espera que seja o mais alta que o processo possa permitir, porque isso permitir-nos-ia evitar a linha isotérmica do diagrama que ocorre a 650° C (conforme mostrado na figura 5, do ponto 1.4.4), e que promove a formação de uma das fases associada com o "sludge";
- As ligas de alumínio mais "problemáticas", poderão ser tendencialmente colocadas no forno de fusão, durante o fim de semana, quando o forno fica ligado, sem que haja produção – Isto, porque na impossibilidade de aumentar mais a temperatura de fusão para dissolver os cristais de "sludge" no alumínio líquido, estes poderão dissolver-se a temperaturas mais baixas que a ideal, se for dado tempo para a cinética das reacções envolvidas ocorrer;

Fazer uma separação mais cuidada das peças que retornam rejeitadas (por ensaios mecânicos, etc), da Visteon, fábrica que era o destino principal das peças produzidas, e que também fazia um controle próprio da qualidade das peças enviadas. – Saber lote, saber tipo de peça que é, saber a composição química desse lote. Fazer uma amostragem a cada grupo, e analisar a microestrutura. E consoante, separar e reaproveitar.

Como nota final, refere-se que se tentou efectuar o traçado de um gráfico Sludge Factor VS Temperatura de Espera, (similar aos mostrados no ponto 1.4.5) com os dados obtidos na segunda fase da amostragem (presentes nos Anexos do Historial). Mas a dispersão de valores não permitiu um traçado de uma recta, uma linha média, que separasse a zona sem "sludge", da zona com "sludge" (ver figura 45).



Fig. 45 – Gráfico com várias coordenadas correspondendo a um valor de Sludge Factor (S. F.) e de Temperatura de Espera, e informação adicional da existência ou não de sludge, em cada ponto.

É-se levado a concluir que tal dispersão advém exactamente do referido anteriormente, ou seja, uma não-uniformidade das condições de ensaio.

# 6. Bibliografia

[1] HCC - Manual de Apoio à Qualidade, Halla Clima Control Portugal, Palmela, 2004

[2] HCC - Manual de Acolhimento, Halla Clima Control Portugal, Palmela, 2004

[3] NADCA Product Specification Standards for Die Casting, 4th Edition, NADCA, 2000

[4] Metals Handbook Volume 2, 9th Edition, America Society For Metals, 1986

[5] Understanding Sludge, John L. Jorstad, Die Casting Engineer, NADCA, 1996

[6] Effect of Iron in Al-Si Casting Alloys, John A. Taylor, Cooperative Research Center for Cast Metals Manufacturing (CAST), The University of Queensland, Brisbane, Australia, 2004

[7] Follow-up report from the program titled "Alloy – Microstruture – Performance interactions in Aluminium Die Casting Alloys", Advanced Casting Research Center (ACRC), Worchester polytechnic Institute (WPI), 1995

[8] Apontamentos Complementares Às Aulas Práticas de Materiais Cerâmicos, Diagramas de Fase Ternários, M. Clara Gonçalves, IST, 1994

[9] ASM Handbook, Volume 03 - Alloy Phase Diagrams, Hugh Baker; Hiroaki Okamoto, ASM International, 1992

[10] Metalurgia Geral – Metalografia, Volume 3, Antera Valeriana de Seabra, Laboratório Nacional de Engenharia Civil, Lisboa, 1985

[11] Metals Handbook Volume 10, 9th Edition, Materials Caracterization, America Society For Metals, 1986

[12] Princípios de Ciência e Engenharia dos Materiais, Terceira Edição, McGraw Hill, 1998

[13] Métodos Instrumentais Para Análise de Soluções, Análise Quantitativa, Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1983

[14] SPECTROLAB – User Manual, Spectro Analytical Instruments, 2002

[a] http://www.keytometals.com/Article55.htm

- [b] http://laser.phys.ualberta.ca/~egerton/SEM/fig02.gif
- [c] http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/img/EDSSys.gif

# 7. <u>Anexos</u>

# 7.1. Historial

Este documento é um registo das amostras que foram analisadas ao longo da duração deste estudo, desde 12 de Fevereiro até ao seu término, a 16 de Outubro do mesmo ano, e principais resultados obtidos.

# Chave de para as designações utilizadas:

- AL Alcasa.
- BE Befesa
- AB Alcasa mais Befesa
- FF Forno de Fusão
- W-Westofen
- C Calha

# Lotes e datas:

| Designação | Lote          | Data       |  |  |
|------------|---------------|------------|--|--|
| BEFESA 1   | Não facultado | Janeiro    |  |  |
| ALCASA 1   | Não facultado | Janeiro    |  |  |
| AFFL       | 7/02045       | 23/02/2003 |  |  |
| AWL        | 7/02045       | 23/02/2003 |  |  |
| ACL        | 7/02045       | 23/02/2003 |  |  |
| BFFL       | 6688          | 09/03/2007 |  |  |
| BWL        | 6688          | 09/03/2007 |  |  |
| BCL        | 6688          | 09/03/2007 |  |  |
| AL-1       | 7/0517        | 21/06/2007 |  |  |
| AL-2       | 7/06121       | 29/06/2007 |  |  |
| AL-3       | 7/06121       | 10/07/2007 |  |  |
| AL-4       | 7/06153       | 19/07/2007 |  |  |
| AL-5       | 7/06153       | 13/08/2007 |  |  |
| AL-6       | Não facultado | 17/08/2007 |  |  |
| AL-7       | Não facultado | 20(08/2007 |  |  |
| AL-8       | Não facultado | 27/08/2007 |  |  |
| BE-1       | Não facultado | 10/09/2007 |  |  |
| AB-1       | Não facultado | 14/09/2007 |  |  |
| BE-2       | Não facultado | 17/09/2007 |  |  |
| AL-9       | Não facultado | 17/09/2007 |  |  |
| AL-10      | 07273         | 18/09/2007 |  |  |
| AL-11      | Não facultado | 27/09/2007 |  |  |
| AL-12      | 09052         | 12/10/2007 |  |  |
| AL-12+1    | 09052         | 12/10/2007 |  |  |

# Composições Químicas

| Amostra | Si    | Fe    | Cu    | Mn    | Mg      | Zn    | Ni     | Cr     | Pb     | Sn      | Ti     | Bi      | Ca      | V       | Со      | Al    |
|---------|-------|-------|-------|-------|---------|-------|--------|--------|--------|---------|--------|---------|---------|---------|---------|-------|
| ALCASA1 | 10.94 | 0.724 | 2.53  | 0.188 | 0.0827  | 0.721 | 0.0613 | 0.0269 | 0.0785 | 0.00767 | 0.0402 | 0.00100 | 0.00096 | 0.00544 | 0.00031 | 84.60 |
| BEFESA1 | 11.32 | 0.880 | 2.33  | 0.160 | 0.112   | 1.63  | 0.135  | 0.0680 | 0.144  | 0.0152  | 0.0817 | 0.0111  | 0.00207 | 0.00963 | 0.00082 | 83.12 |
| AFFL    | 10.73 | 0.793 | 2.45  | 0.146 | 0.119   | 1.78  | 0.129  | 0.0468 | 0.157  | 0.0170  | 0.0710 | 0.600   | 0.00141 | 0.0109  | 0.00259 | 82.95 |
| AWL     | 10.40 | 0.836 | 2.46  | 0.153 | 0.117   | 1.75  | 0.135  | 0.0498 | 0.169  | 0.0180  | 0.0696 | 0.600   | 0.00113 | 0.0109  | 0.00262 | 83.22 |
| ACL     | 9.89  | 0.816 | 2.52  | 0.150 | 0.127   | 1.79  | 0.150  | 0.0481 | 0.191  | 0.0228  | 0.0698 | 0.600   | 0.00141 | 0.0108  | 0.00282 | 83.61 |
| BFFL    | 10.50 | 0.857 | 2.10  | 0.160 | 0.0423  | 1.46  | 0.110  | 0.0562 | 0.150  | 0.0293  | 0.0662 | 0.0237  | 0.00081 | 0.00905 | 0.00116 | 84.42 |
| BWL     | 10.82 | 0.857 | 1.98  | 0.154 | 0.0433  | 1.45  | 0.103  | 0.0532 | 0.140  | 0.0231  | 0.0682 | 0.0240  | 0.00103 | 0.00925 | 0.00111 | 84.26 |
| BCL     | 10.56 | 0.877 | 2.10  | 0.164 | 0.0443  | 1.47  | 0.104  | 0.0589 | 0.143  | 0.0239  | 0.0669 | 0.0231  | 0.00128 | 0.00958 | 0.00120 | 84.35 |
| AL-1-FF | 11.23 | 0.743 | 2.36  | 0.207 | 0.112   | 1.16  | 0.0739 | 0.0281 | 0.119  | 0.0137  | 0.0488 | 0.001   | 0.00102 | 0.00611 | 0.00049 | 83.90 |
| Al-1-W  | 11.29 | 0.759 | 2.35  | 0.235 | 0.105   | 1.04  | 0.0642 | 0.0293 | 0.117  | 0.0116  | 0.0428 | 0.001   | 00092   | 0.00528 | 0.00042 | 83.94 |
| AL-1-C  | 11.29 | 0.766 | 2.27  | 0.227 | 0.110   | 1.01  | 0.0622 | 0.0289 | 0.106  | 0.0106  | 0.0458 | 0.001   | 0.0018  | 0.00568 | 0.00039 | 84.06 |
| AL-2-FF | 10.79 | 0.811 | 2.05  | 0.188 | 0.118   | 1.57  | 0.0953 | 0.0813 | 0.0956 | 0.0107  | 0.0711 | 0.0354  | 0.0135  | 0.0108  | 0,00083 | 84.07 |
| AL-2-W  | 10.99 | 0.843 | 2.21  | 0.175 | 0.131   | 1.57  | 0.104  | 0.0744 | 0,101  | 0.0114  | 0.0716 | 0.00133 | 0.0105  | 0.0105  | 0.00088 | 83.66 |
| AL-2-C  | 10.84 | 0.854 | 2.15  | 0.192 | 0.126   | 1.59  | 0.101  | 0.0847 | 0.101  | 0.0116  | 0.0690 | 0.0372  | 0.00120 | 0.0110  | 0.00088 | 83.82 |
| AL-3-FF | 10.59 | 0.818 | 2.15  | 0.183 | 0.00952 | 1.78  | 0.0556 | 0.0649 | 0.107  | 0.0138  | 0.0631 | 0.0268  | 0.00082 | 0.0112  | 0.00052 | 84.04 |
| AL-3-W  | 10.86 | 0.828 | 2.24  | 0.169 | 0.121   | 1.76  | 0.0625 | 0.0577 | 0.0824 | 0.0142  | 0.0651 | 0.0246  | 0.00076 | 0.0108  | 0.00054 | 83.70 |
| AL-3-C  | 10.63 | 0.809 | 2.20  | 0.158 | 0.119   | 1.69  | 0.0637 | 0.0525 | 0.0939 | 0.0130  | 0.0653 | 0.0225  | 0.00101 | 0.0101  | 0.00047 | 84.06 |
| AL.4-FF | 10.80 | 0.794 | 2.080 | 0.156 | 0.0885  | 1.56  | 0.0774 | 0.0489 | 0.120  | 0.0110  | 0.0658 | 0.0220  | 0.00338 | 0.00839 | 0.00053 | 84.16 |
| AL-4-W  | 10.70 | 0.785 | 2.15  | 0.154 | 0.0965  | 1.57  | 0.0776 | 0.0480 | 0.0936 | 0.0117  | 0.0888 | 0.0217  | 0.00061 | 0.00825 | 0.00061 | 84.22 |
| AL-4-C  | 10.68 | 0.761 | 2.19  | 0.152 | 0.0941  | 1.60  | 0.0799 | 0.0466 | 0.0830 | 0.0125  | 0.0636 | 0.0235  | 0.00065 | 0.00806 | 0.00062 | 84.20 |
| AL-5-FF | 10.78 | 0.838 | 2.21  | 0.167 | 0.105   | 1.56  | 0.0826 | 0.0545 | 0.0825 | 0.0127  | 0.0646 | 0.0214  | 0.00054 | 0.00891 | 0.00067 | 84.00 |
| AL-5-W  | 1059  | 0.790 | 2.16  | 0.166 | 0.0848  | 1.55  | 0.0800 | 0.0537 | 0.0955 | 0.0132  | 0.0615 | 0.0273  | 0.00104 | 0.00859 | 0.00072 | 84.31 |
| AL-6-W  | 10.78 | 0.819 | 2.16  | 0.175 | 0.0979  | 1.58  | 0.0830 | 0.0574 | 0.0885 | 0.0131  | 0.0604 | 0.0279  | 0.00063 | 0.00852 | 0.00076 | 84.05 |
| AL-6-C  | 10.83 | 0.806 | 2.14  | 0.176 | 0.126   | 1.76  | 0.0846 | 0.0601 | 0.0857 | 0.0166  | 0.0716 | 0.0290  | 0.00110 | 0.00992 | 0.00087 | 83.60 |

| AL-7-FF       | 10.47 | 0.848 | 2.08 | 0.190 | 0.071   | 1.52 | 0.0817 | 0.0673  | 0.107  | 0.0124  | 0.0645 | 0.0227  | 0.00075 | 0.00916 | 0.00070 | 84.42 |
|---------------|-------|-------|------|-------|---------|------|--------|---------|--------|---------|--------|---------|---------|---------|---------|-------|
| AL-8-FF       | 10.53 | 0.770 | 2.10 | 0.197 | 0.0951  | 1.50 | 0.0811 | 0.0671  | 0.111  | 0.0126  | 0.0635 | 0.0467  | 0.00086 | 0.0102  | 0.00104 | 84.41 |
| AL-8-W        | 10.85 | 0.809 | 2.23 | 0.171 | 0.121   | 1.50 | 0.0864 | 0.0534  | 0.114  | 0.0126  | 0.0656 | 0.0427  | 0.00054 | 0.00962 | 0.00097 | 83.93 |
| AL-8-C        | 11.15 | 0.836 | 2.30 | 0.179 | 0.120   | 1.54 | 0.0885 | 0.0560  | 0.120  | 0.0132  | 0.0645 | 0.0457  | 0.00056 | 0.00981 | 0.00101 | 83.47 |
| BE-1-FF       | 9.88  | 0.740 | 2.34 | 0.138 | 0.0124  | 2.63 | 0.0704 | 0.0574  | 0.202  | 0.0169  | 0.0323 | 0.00100 | 0.00057 | 0.00447 | 0.00093 | 83.87 |
| BE-1-W        | 9.64  | 0.746 | 2.23 | 0.157 | 0.00823 | 2.49 | 0.0672 | 0.0700  | 0.193  | 0.0176  | 0.0321 | 0.00210 | 0.00051 | 0.00511 | 0.00105 | 84.35 |
| AB-1-FF       | 9.95  | 0.741 | 2.31 | 0.137 | 0.0243  | 2.42 | 0.0715 | 0.0511  | 0.171  | 0.0152  | 0.0352 | 0.00100 | 0.00052 | 0.00516 | 0.00084 | 84.05 |
| AB-1-W        | 10.04 | 0.699 | 2.28 | 0.145 | 0.0298  | 2.38 | 0.0720 | 0.0511  | 0.166  | 0.0160  | 0.0341 | 0.00100 | 0.00034 | 0.00529 | 0.00090 | 84.08 |
| BE-2-FF       | 9.47  | 1.02  | 2.17 | 0.244 | 0.00494 | 2.55 | 0.0654 | 0.147   | 0.188  | 0.0161  | 0.0315 | 0.00100 | 0.00070 | 0.00702 | 0.00114 | 84.08 |
| AL-9-FF       | 10.35 | 0.743 | 2.21 | 0.162 | 0.101   | 1.91 | 0.0741 | 0.00541 | 0.0921 | 0.0116  | 0.0453 | 0.00100 | 0.00102 | 0.00731 | 0.00058 | 84.24 |
| AL-10-FF      | 11.01 | 0.873 | 2.28 | 0.163 | 0.107   | 1.65 | 0.0802 | 0.0525  | 0.114  | 0.00939 | 0.0511 | 0.00624 | 0.00134 | 0.00832 | 0.00041 | 83.58 |
| AL-11-FF      | 11.00 | 0.816 | 2.32 | 0.160 | 0.130   | 1.75 | 0.105  | 0.0431  | 0.0822 | 0.0146  | 0.0665 | 0.00100 | 0.00112 | 0.0160  | 0.0044  | 83.49 |
| AL-11-W       | 11.85 | 0.870 | 2.34 | 0.181 | 0.122   | 1.79 | 0.104  | 0.0543  | 0.0877 | 0.0148  | 0.0626 | 0.00100 | 0.00082 | 0.0160  | 0.00056 | 83.50 |
| AL-12-W       | 10.60 | 0.801 | 2.33 | 0.175 | 0.0929  | 1.81 | 0.0940 | 0.0511  | 0.0120 | 0.0160  | 0.0662 | 0.00369 | 0.00109 | 0.0121  | 0.00059 | 83.83 |
| AL-12+1-<br>W | 11.01 | 0.853 | 2.48 | 0.164 | 0.111   | 1.86 | 0.0984 | 0.0476  | 0.0948 | 0.0162  | 0.0684 | 0.00356 | 0.00125 | 0.0117  | 0.00065 | 83.18 |

| Amostra   | Temperatura   | Sludge | Há "sludge"? | Há eutético? | Fe (%) | Si (%) |
|-----------|---------------|--------|--------------|--------------|--------|--------|
|           | ( <b>0</b> °) | Factor |              |              |        |        |
| ALCASA 1  | Não facultada | 1.18   | Não          | Sim          | 0.724  | 10.94  |
| BEFESA 1  | Não facultada | 1.40   | Não          | Sim          | 0.880  | 11.32  |
| AFFL      | Não facultada | 1.23   | Não          | Sim (pouco)  | 0.793  | 10.73  |
| AWL       | Não facultada | 1.29   | Sim          | Não          | 0.836  | 10.40  |
| ACL       | Não facultada | 1.26   | Sim          | Não          | 0.816  | 9.89   |
| BFFL      | Não facultada | 1.35   | Não          | Sim (muito)  | 0.857  | 10.50  |
| BWL       | Não facultada | 1.32   | Sim          | Sim          | 0.857  | 10.82  |
| BCL       | Não facultada | 1.38   | Sim          | Sim          | 0.877  | 10.56  |
| AL-1-FF   | 768           | 1,24   | Não          | Sim (muito)  | 0.743  | 11.23  |
| AL-1-W    | 655           | 1,32   | Sim (muito)  | Sim (pouco)  | 0.759  | 11.29  |
| AL-1-C    | -             | 1,31   | Sim (pouco)  | Sim          | 0.766  | 11.29  |
| AL-2-FF   | 778           | 1,43   | Sim (pouco)  | Não          | 0.811  | 10.79  |
| AL-2-W    | 654           | 1,42   | Sim (muito)  | Não          | 0.843  | 10.99  |
| AL-2-C    | -             | 1,49   | Sim (muito)  | Não          | 0.854  | 10.84  |
| AL-3-FF   | 768           | 1,38   | Sim (pouco)  | Sim          | 0.818  | 10.59  |
| AL-3-W    | 651           | 1,34   | Sim (pouco)  | Sim (muito)  | 0.828  | 10.86  |
| AL-3-C    | -             | 1,28   | Sim (muito)  | Sim (pouco)  | 0.809  | 10.63  |
| AL-4-FF   | 776           | 1,25   | Não          | Sim (muito)  | 0.794  | 10.80  |
| AL-4-W    | 658           | 1,24   | Sim          | Sim (pouco)  | 0.785  | 10.70  |
| AL-4-C    | -             | 1,20   | Sim (muito)  | Sim          | 0.761  | 10.68  |
| AL-5-FF   | 769           | 1,34   | Sim (pouco)  | Não          | 0.838  | 10.78  |
| AL-5-W    | 650           | 1,28   | Sim (muito)  | Não          | 0.790  | 10.59  |
| AL-6-W    | 655           | 1,34   | Sim (muito)  | Não          | 0.819  | 10.78  |
| AL-6-C    | -             | 1,34   | Sim (muito)  | Não          | 0.806  | 10.83  |
| AL-7-FF   | 766           | 1,43   | Sim (muito)  | Não          | 0.848  | 10.47  |
| AL-8-FF   | 763           | 1,37   | Sim (muito)  | Não          | 0.770  | 10.53  |
| AL-8-W    | 653           | 1,31   | Sim (muito)  | Não          | 0.809  | 10.85  |
| AL-8-C    | -             | 1,37   | Sim          | Não          | 0.836  | 11.15  |
| BE-1-FF   | 771           | 1,19   | Sim (muito)  | Não          | 0.740  | 9.88   |
| BE-1-W    | 655           | 1,27   | Sim (muito)  | Não          | 0.746  | 9.64   |
| AB-1-FF   | 769           | 1,17   | Sim (pouco)  | Sim (pouco)  | 0.741  | 9.95   |
| AB-1-W    | 655           | 1,14   | Sim (muito)  | Sim          | 0.699  | 10.04  |
| BE-2-FF   | 769           | 1,95   | Sim          | Sim (pouco)  | 1.02   | 9.47   |
| AL-9-FF   | 769           | 1,23   | Sim (pouco)  | Sim          | 0.743  | 10.35  |
| AL-10-W   | 660           | 1,36   | Não          | Sim (muito)  | 0.873  | 11.01  |
| AL-11-FF  | 770           | 1,27   | Não          | Sim          | 0.816  | 11.00  |
| AL-11-W   | 664           | 1,39   | Não          | Sim          | 0.870  | 11.85  |
| AL-12-W   | 660           | 1,31   | Não          | Sim          | 0.801  | 10.60  |
| AL-12+1-W | 670           | 1,32   | Não          | Sim          | 0.853  | 11.01  |