

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE  
MATERIAIS DA ENGENHARIA**

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS HIPEREUTÉTICAS DE Al-Ni  
SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE**

**PATRÍCIA PEREIRA DANTAS**

**ORIENTADOR(A): Dr. DANIEL MONTEIRO ROSA**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS  
DA ENGENHARIA**

**BRASÍLIA/DF: 03/2014**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE  
MATERIAIS DA ENGENHARIA.**

**PATRÍCIA PEREIRA DANTAS**

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS HIPEREUTÉTICAS DE Al-Ni  
SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA DA FACULDADE GAMA E FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA.**

**ORIENTADOR: DANIEL MONTEIRO ROSA**

**BRASÍLIA  
2014**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE  
MATERIAIS DA ENGENHARIA.**

**CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS HIPEREUTÉTICAS DE Al-Ni  
SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE**

**PATRÍCIA PEREIRA DANTAS**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA DA FACULDADE GAMA E FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA.**

**APROVADA POR:**

---

**Prof. Dr. Daniel Monteiro Rosa  
(Orientador)**

---

**Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma**

---

**Prof. Dr. Edison Gustavo Cueva Galárraga**

## FICHA CATALOGRÁFICA

PATRÍCIA PEREIRA DANTAS

CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS HIPEREUTÉTICAS DE Al-Ni SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE, [Distrito Federal] 2014.

103p. 210 x 297 mm (FGA/FT/UnB, Mestre, Integridade de Materiais da Engenharia, 2014).

Dissertação de Mestrado - Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama. Programa de Pós-Graduação em Integridade de Materiais da Engenharia.

1. VARIÁVEIS TÉRMICAS

2. SOLIDIFICAÇÃO ASCENDENTE

3. MICROESTRUTURAS

4. INTERMETÁLICOS

I. FGA/FT/UnB

II. Processos de Produção

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

DANTAS, P. P. (2014). CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS HIPEREUTÉTICAS DE Al-Ni SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE. Dissertação de Mestrado em Integridade de Materiais da Integridade da Engenharia, Publicação 010A/2014, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, DF, 103.p.

## CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: PATRÍCIA PEREIRA DANTAS

TÍTULO: CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS HIPEREUTÉTICAS DE Al-Ni SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE.

GRAU: Mestre

ANO: 2014

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor.

---

PATRÍCIA PEREIRA DANTAS  
CLSW 105, BLOCO C, APT. 122  
70670-433, Brasília, DF – Brasil.

*Dedico este trabalho à memória de minha mãe, **Severina Pereira Dantas** e,  
Ao meu amado esposo e paciente companheiro, **Marcos Felipe Aragão Moraes**.*

## AGRADECIMENTOS

A **DEUS** por tudo.

A **Marcos Felipe Aragão Moraes**, querido esposo, que muito me incentivou para a conclusão deste trabalho.

Ao **Professor Dr. Daniel Monteiro Rosa**, pela colaboração e orientação na elaboração deste trabalho.

Aos **Professores do PPG em Integridade de Materiais de Engenharia**, pelos ensinamentos prestados.

Aos **Funcionários do SG9 e CAMPOS GAMA**, em especial aos técnicos da oficina, pelo apoio.

Ao Amigo, **Rafael Ribeiro**, pela colaboração e apoio no desenvolvimento do trabalho.

Ao **Laboratório de Geocronologia do Instituto de Geociências da Universidade de Brasília**, pela disposição do MEV para as análises.

Aos amigos **Wesley e Marcos Sá e Tadeu Castro** pelo incentivo, companhia e amizade.

## RESUMO

Dantas, Patrícia Pereira, *Caracterização de ligas hipereutéticas de Al-Ni solidificadas unidirecionalmente*. Brasília: Faculdade UnB Gama, Universidade de Brasília, Brasil, 2014. Dissertação de Mestrado.

O alumínio é o metal não-ferroso mais consumido do mundo, devido à suas propriedades, como baixa densidade, alta resistência à corrosão, alta condutibilidade térmica e elétrica, boa tenacidade, alta resistência a baixas temperaturas e excelente conformidade, entretanto, sua baixa resistência mecânica torna-se um limitador de suas aplicações. A adição de elementos de liga, como o níquel, tende a melhorar suas propriedades mecânicas, deixando-o atrativo para as mais diversas indústrias como a aeroespacial, a automotiva e a bélica. As ligas de alumínio-níquel, assim como os demais materiais fundidos, dependem do processo de solidificação para desenvolverem estruturas que atendam às exigências das indústrias. A evolução da microestrutura durante a solidificação não é afetado somente pelo teor de soluto mas também por variáveis que controlam o processo, tais como velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico. Desta forma, a cinética da solidificação pode influenciar de forma significativamente a estrutura final e como consequência, suas propriedades mecânicas. Diante disto, este trabalho buscou relacionar as variáveis térmicas da solidificação com os parâmetros microestruturais das ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni produzidas em dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente e verificou a influência do teor de níquel nas propriedades mecânicas através da realização de ensaio mecânico não destrutivo.

Palavra-chave: Variáveis térmicas, solidificação unidirecional ascendente, microestrutura.

## ABSTRACT

Dantas, Patrícia Pereira, *Characterization of hypereutectic Al-Ni alloys unidirectionally solidified*. Brasília: Faculdade UnB Gama, Universidade de Brasília, Brasil, 2014. Dissertação de Mestrado.

Aluminum is the most consumed non-ferrous metal in the world, due to its properties such as low density, high corrosion resistance, high thermal and electrical conductivity, good toughness, high resistance to low temperatures and excellent compliance, however, its low mechanical strength becomes a limiting their applications. The addition of alloying elements, such as nickel, tends to improve its mechanical properties, making it attractive for a variety of industries such as aerospace, automotive and war. The aluminum-nickel alloys, like other molten materials, depend on the solidification process to develop structures that meet the requirements of the industries. The evolution of microstructure during solidification is not only affected by the content of solute but also by controlling the process variables, such as speed of solidification cooling rate and thermal gradient. Thus, the kinetics of solidification can significantly influence the shape of the final structure, and as a result, its mechanical properties. Thus, this study sought to relate the solidification thermal variables with the microstructural parameters of the Al-8,5wt.%Ni and Al-9wt.%Ni alloys produced in vertical upward directional solidification device and verified the influence of nickel on the mechanical properties by performing non-destructive mechanical testing .

Keyword: thermal variables, unidirectional solidification, microstructure.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.1:</b> Diagrama de fases Alumínio-Níquel.....	3
<b>Figura 2.1:</b> Sequência esquemática dos eventos que caracterizam o processo de solidificação.....	6
<b>Figura 2.2:</b> Dispositivo de solidificação unidirecional ascendente.....	8
<b>Figura 2.3:</b> Dispositivo de solidificação unidirecional descendente.....	9
<b>Figura 2.4:</b> Dispositivo de solidificação unidirecional horizontal.....	10
<b>Figura 2.5:</b> Representação esquemática da macroestrutura de solidificação unidirecional.....	12
<b>Figura 2.6:</b> Representação esquemática do crescimento de grãos na região coquilhada e do surgimento de grãos colunares a partir dos grãos coquilhados com orientação favorável.....	13
<b>Figura 2.7:</b> Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação das estruturas de solidificação: SRC – grau de super-resfriamento; $G_L$ – gradiente térmico à frente da interface; $V_L$ – velocidade da isoterma liquidus; e $C_0$ – concentração.....	16
<b>Figura 2.8:</b> Esquema de desenvolvimento de uma interface celular.....	16
<b>Figura 2.9:</b> Ramificações interdendríticas primárias ( $\lambda_1$ ) e secundárias ( $\lambda_2$ ).....	17
<b>Figura 2.10:</b> Arranjo estrutural responsável pelas propriedades mecânicas dos materiais fundidos.....	18
<b>Figura 2.11:</b> Representação esquemática do crescimento dendrítico com indicações dos transportes longitudinal e lateral de soluto.....	20
<b>Figura 2.12:</b> Variação final da composição de um lingote colunar após segregação normal.....	22

<b>Figura 2.13:</b> Segregação por gravidade devido a diferença de massa específica das dendritas e do líquido.....	23
<b>Figura 2.14:</b> Variação final da composição de um lingote colunar após segregação inversa.....	24
<b>Figura 2.15:</b> Elemento de referência representativo do sistema metal/molde.....	25
<b>Figura 2.16:</b> Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde.....	25
<b>Figura 3.1:</b> Fluxograma do procedimento experimental.....	28 e 29
<b>Figura 3.2:</b> Típica curva de resfriamento evidenciando a obtenção da temperatura <i>liquidus</i> , através da formação do patamar.....	31
<b>Figura 3.3:</b> Desenho esquemático do (a) forno otimizado e da (b) lingoteira.....	32
<b>Figura 3.4:</b> Esquema do posicionamento dos termopares no interior da lingoteira, (a) visão externa dos termopares inseridos em parte do compartimento da lingoteira e (b) visão interna do compartimento com os termopares após aplicação do desmoldante.....	33
<b>Figura 3.5:</b> Esquema representativo para determinação das variáveis térmicas $V_L$ e $\dot{T}$ .....	36
<b>Figura 3.6:</b> Esquema ilustrativo da sequência dos cortes necessários para as análises macro e microestrutural.....	37
<b>Figura 3.7:</b> Representação esquemática das superfícies que sofreram preparação para a quantificação dos espaçamentos dendríticos.....	39
<b>Figura 3.8:</b> Esquema representativo da técnica utilizada para quantificar os espaçamentos interdendríticos: (a) seção transversal de uma estrutura dendrítica para quantificação de $\lambda_1$ e (b) seção longitudinal de uma estrutura dendrítica para medição de $\lambda_2$ .....	40
<b>Figura 3.9:</b> Equipamento FEI QUANTA 450 utilizado na caracterização e resultado de uma análise de EDS realizado no mesmo.....	41

<b>Figura 3.10:</b> Corpo de prova utilizado para ensaio não destrutivo de excitação por impulso.....	42
<b>Figura 3.11:</b> Curvas características do ensaio de excitação por impulso fornecidas pelo Sonelastic, (a) Esquema experimental e (b) espectro sonoro obtido.....	44
<b>Figura 4.1:</b> Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior da lingoteira durante o processo de solidificação unidirecional para liga Al-8,5%Ni.....	45
<b>Figura 4.2:</b> Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior da lingoteira durante o processo de solidificação unidirecional para liga Al-9%Ni.....	46
<b>Figura 4.3:</b> Posição da isoterma <i>liquidus</i> a partir da chapa-molde ou interface metal/molde em função do tempo, para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni solidificadas unidirecionalmente e suas leis experimentais.....	47
<b>Figura 4.4:</b> Evolução da velocidade da isoterma <i>liquidus</i> , em função da posição, para as ligas Al-9%Ni e Al-8,5%Ni.....	48
<b>Figura 4.5:</b> Taxa de resfriamento experimental em função da posição da isoterma <i>liquidus</i> , para as ligas Al-9%Ni e Al-8,5%Ni solidificadas no dispositivo unidirecional vertical ascendente.....	49
<b>Figura 4.6:</b> Gradientes térmicos locais versus Posições.....	50
<b>Figura 4.7:</b> Macroestruturas da seção longitudinal da liga Al-8,5%Ni.....	51
<b>Figura 4.8:</b> Macroestrututra da seção longitudinal da liga Al-9%Ni.....	51
<b>Figura 4.9:</b> Porosidade na liga de Al-9%Ni.....	52
<b>Figura 4.10:</b> Detalhe da fase primária Al <sub>3</sub> Ni desenvolvida de forma aleatória em região próxima e retirada de calor na liga Al-9%Ni.....	53
<b>Figura 4.11:</b> Cristais de fase primária de Al <sub>3</sub> Ni da liga Al-8,5%Ni obtida via microscopia ótica, com aumento de 50x.....	54

<b>Figura 4.12:</b> Cristais de fase primária de $Al_3Ni$ da liga Al-9%Ni obtida via microscopia ótica, com aumento de 50x.....	54
<b>Figura 4.13:</b> Fase primária de $Al_3Ni$ da liga Al-9%Ni obtida via microscopia ótica, com aumento de 50x.....	55
<b>Figura 4.14:</b> Microestrutura obtida em microscópio ótico com aumento de 100x da liga Al-9%Ni a 3 mm da chapa-molde.....	56
<b>Figura 4.15:</b> Fases Primárias de $Al_3Ni$ , obtidas via microscopia ótica com aumento de 1000x.....	56 e 57
<b>Figura 4.16:</b> $Al_3Ni$ na forma de nanofibras em 5 e em 6, estrutura eutética composta por $Al_3Ni$ na forma de nanofibras e alumínio ao fundo, aumentos de 1000x e 200x, respectivamente em microscópio ótico.....	57
<b>Figura 4.17:</b> Análise de composição química da liga Al-9%Ni obtida com MEV-EDS, aumento de 2400x, evidenciando a primeira fase de $Al_3Ni$ , as nanofibras de $Al_3Ni$ e a matriz eutética.....	58
<b>Figura 4.18:</b> Micrografia da liga Al-8,5%Ni obtida em MEV com aumento de 1600x, evidenciando a primeira fase de $Al_3Ni$ e a matriz eutética.....	59
<b>Figura 4.19:</b> Matriz eutética composta por alumínio e nanofibras do intermetálico $Al_3Ni$ da liga Al-8,5%Ni obtida em MEV com aumento de 2400x.....	60
<b>Figura 4.20:</b> Microestruturas obtidas a partir de cortes transversais da liga Al-8,5%Ni para obtenção do espaçamento dendrítico primários.....	61, 62 e 63
<b>Figura 4.21:</b> Microestruturas obtidas a partir de cortes longitudinais da liga Al-8,5%Ni para obtenção do espaçamento dendrítico secundário.....	63 e 64
<b>Figura 4.22:</b> Microestruturas obtidas a partir de cortes transversais da liga Al-9%Ni para obtenção do espaçamento dendrítico primários.....	65 e 66
<b>Figura 4.23:</b> Microestruturas obtidas a partir de cortes longitudinais da liga Al-9%Ni para obtenção do espaçamento dendrítico secundário.....	67 e 68

<b>Figura 4.24:</b> Espaçamentos dendríticos primários em função da posição relativa à chapa-molde, para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni, respectivamente.....	69
<b>Figura 4.25:</b> Espaçamentos dendríticos secundários em função da posição relativa à chapa-molde, para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni, respectivamente.....	70
<b>Figura 4.26:</b> Correlação dos espaçamentos dendríticos primários com a taxa de resfriamento, em gráfico Log-Log.....	71
<b>Figura 4.27:</b> Correlação dos espaçamentos dendríticos secundários com a velocidades de avanço da isoterma <i>liquidus</i> , em gráfico Log-Log.....	72
<b>Figura 4.29:</b> Perfis experimentais da macrossegregação ao longo dos lingotes de Al-8,5%Ni e Al-9%Ni.....	74
<b>Figura 4.30:</b> Módulos de elasticidade em função da posição no lingote para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni solidificadas unidirecionalmente.....	76

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.1:</b> Propriedades do alumínio.....	1
<b>Tabela 3.1:</b> Composição química do alumínio e níquel utilizados para a fabricação dos lingotes.....	30
<b>Tabela 3.2:</b> Temperaturas de transformação para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni.....	31
<b>Tabela 3.3:</b> Composição químicas das ligas obtidas via FRX.....	34
<b>Tabela 4.1:</b> Parâmetros estruturais dos cristais de Al <sub>3</sub> Ni.....	55
<b>Tabela 4.2:</b> Composição química obtida via MEV-EDS dos pontos registrados na Figura 4.17.....	58
<b>Tabela 4.3:</b> Composição química obtida via MEV-EDS dos pontos registrados na Figura 4.18.....	60
<b>Tabela 4.4:</b> Composição química obtida via MEV-EDS dos pontos registrados na Figura 4.19.....	61
<b>Tabela 4.5:</b> Espaçamentos dendríticos primários das ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni.....	68
<b>Tabela 4.6:</b> Espaçamentos dendríticos secundários das ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni.....	68

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- $V_L$  = Velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*  
 $\dot{T}$  = Taxa de resfriamento  
 $G_L$  = Gradiente térmico local ou à frente da interface sólido-líquido  
 $\lambda_1$  = Espaçamentos dendríticos interdendrítico primários  
 $\lambda_2$  = Espaçamentos dendríticos interdendrítico secundários  
 $k$  = Coeficiente de partição ou distribuição de soluto  
 $k_0$  = Coeficiente de partição ou distribuição de soluto no equilíbrio  
 $C_s$  = Concentração de soluto no sólido  
 $C_L$  = Concentração de soluto no líquido  
 $C_0$  = Concentração inicial da liga  
 $\bar{C}_S$  = Composição média em determinado ponto  
 $C_{Máx}$  = Composição máxima  
 $C_{Min}$  = Composição mínima  
 $T_r$  = Temperatura de vazamento  
 $h_i$  = Coeficiente de transferência de calor  
 $V_s$  = Velocidade de solidificação  
 $L$  = Seção longitudinal de um estrutura dendrítica  
 $n$  = Número de braços dendríticos  
 $t$  = Tempo  
 $T$  = Temperatura  
 $s$  = Distância  
 $x$  = Distância  
SRC = Super-resfriamento constitucional  
TCE = Transição Colunar-Equiaxial  
TEI = Técnica de excitação por impulso  
SEM = Scanning electron microscopy  
BKS = Backscatring  
MO = Microscopia ótica  
MEV = Microscopia eletrônica de varredura  
EDS = Energy dispersive spectroscopy  
IACS = International Annealed Copper Standard

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>1</b>
1.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	1
1.2. OBJETIVOS .....	4
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>5</b>
2.1. SOLIDIFICAÇÃO.....	5
2.1.1. Solidificação Unidirecional.....	7
2.1.1.1. Solidificação Unidirecional Ascendente .....	8
2.1.1.2 Solidificação Unidirecional Descendente.....	9
2.1.1.3. Solidificação Unidirecional Horizontal.....	10
2.2. ESTRUTURAS DE SOLIDIFICAÇÃO .....	11
2.2.1. Macroestrutura .....	11
2.2.1.1. Zona Coquilhada .....	12
2.2.1.2. Zona Colunar .....	13
2.2.1.3. Zona Equiaxial .....	14
2.2.1.4. Transição Colunar-Equiaxial (TCE) .....	14
2.2.2. Microestruturas.....	15
2.2.2.1 A Influência dos Espaçamentos Dendríticos nas Propriedades Mecânicas do Material.....	18
2.3 SEGREGAÇÃO .....	19
2.3.1 Macrossegregação.....	21
2.4. VARIÁVEIS TÉRMICAS.....	24
2.4.1. Velocidade Da Isotherma <i>Liquidus</i> ( $V_L$ ).....	26
2.4.2. Taxa De Resfriamento (T) .....	26
2.3.2. Gradiente Térmico.....	27
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>28</b>

3.1 CÁLCULOS ESTEQUIOMÉTRICOS, CORTES E PESAGENS .....	29
3.2 PRIMEIRA FUSÃO E HOMOGENEIZAÇÃO DA LIGA COM AFERIÇÃO TÉRMICA DA COMPOSIÇÃO .....	30
3.3 PREPARO DA LINGOTEIRA .....	32
3.4 VAZAMENTO DA LIGA FUNDIDA NA LINGOTEIRA DO DISPOSITIVO DE SOLIDIFICAÇÃO E REALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO.....	33
3.5 DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DAS VARIÁVEIS TÉRMICAS .....	35
3.6 CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL .....	36
3.6.1 Procedimento Metalográfico para Caracterização Macroestrutural.....	38
3.6.2 Procedimento Metalográfico para Caracterização Microestrutural.....	38
3.6.3 Procedimento Metalográfico para Caracterização Microestrutural em MEV.....	40
3.7 CARACTERIZAÇÃO DA MACROSSEGREGAÇÃO .....	41
3.8 DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE OU DE YOUNG.....	42
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>45</b>
4.1 DETERMINAÇÃO DAS VARIÁVEIS TÉRMICAS DE SOLIDIFICAÇÃO .....	45
4.1.1 Curva de Resfriamento das Ligas .....	45
4.1.2 Tempo de Passagem da Isoterma <i>Liquidus</i> em Relação às Posições Específicas.....	46
4.1.3 Obtenção das Velocidades de Deslocamento da Isoterma <i>Liquidus</i> .....	48
4.1.4 Determinação das Taxas de Resfriamento.....	49
4.1.5 Determinação dos Gradientes Térmicos Locais ( $G_L$ ) .....	49
4.2 CARACTERIZAÇÃO MACROESTRUTURAL.....	50
4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL .....	53
4.4 CORRELAÇÃO ENTRE AS VARIÁVEIS TÉRMICAS DE SOLIDIFICAÇÃO E PARÂMETROS MICROESTRUTURAI.....	61
4.5 CARACTERIZAÇÃO DA MACROSSEGREGAÇÃO .....	73
4.8 PROPRIEDADES MECÂNICAS .....	75

<b>5. CONCLUSÕES.....</b>	<b>78</b>
<b>6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>79</b>
<b>ANEXO 1.....</b>	<b>83</b>
<b>ANEXO 2.....</b>	<b>84</b>

# 1. INTRODUÇÃO

## 1.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O alumínio é um metal de grande importância na indústria atual, sendo o metal não-ferroso com maior produção, e o segundo metal mais produzido no mundo, perdendo somente para o ferro (ABAL, 2007). É um metal que se destaca devido à suas propriedades, como baixa densidade, alta resistência à corrosão, mesmo quando exposto a uma ampla gama de meios corrosivos, alta condutibilidade térmica e elétrica, boa tenacidade, alta resistência a baixas temperaturas e excelente conformidade (ASM, 2010), algumas propriedades do alumínio estão apresentadas da Tabela 1.1. As aplicações do alumínio e suas ligas vão desde o setor de embalagens, a construção civil e transporte (IAI, 2014).

A Tabela 1.1 apresenta algumas das propriedades físicas, mecânicas e térmicas do alumínio puro.

Tabela 1.1: Propriedades do alumínio.

<b>Densidade (Kg/m<sup>3</sup>)*</b>	<b>Condutibilidade Elétrica (%I.A.C.S.)*</b>	<b>Condutibilidade Térmica a 25°C (Cal/(cm.°C))*</b>	<b>Calor Específico Médio 0-100°C (J/(Kg°C)**</b>	<b>Calor Latente de Fusão (KJ/Kg)**</b>
2700	61	0,53	940	388
<b>Ponto de Fusão (°C)*</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)*</b>	<b>Constante de Poisson**</b>	<b>Tensão de Ruptura (MPa)**</b>	<b>Dureza (HB)**</b>
660	70	0,33	230-570	17-20

Fontes: \*ABAL, 2007; \*\*ASM, 2010.

Quando se associa a crescente demanda por produtos de maior qualidade e durabilidade aos requisitos de redução de consumo e preservação do meio ambiente, o alumínio e suas ligas aparecem como alternativas bastante atrativas, já que a substituição de materiais como o aço e o ferro fundido, permite a redução do peso do componente, fator relevante para um grande número de aplicações, pois permite um funcionamento mais eficiente e econômico, principalmente na fabricação de sistemas móveis, ou mesmo de transporte; a redução de perdas por corrosão e o aumento do

potencial de reciclagem.

As principais limitações do alumínio referem-se a resistência mecânica, uma vez que seu módulo de elasticidade é relativamente baixo em comparação aos materiais estruturais, como o aço e o cobre; mas suas propriedades mecânicas podem ser melhoradas com a adição de elementos de liga. Desta forma, justifica-se o significativo crescimento do emprego do alumínio e suas ligas em um número cada vez maior de aplicações sujeitas a severas solicitações mecânicas, como as ligas desenvolvidas para as indústrias automotiva, aeroespacial, naval, bélica e elétrica (ABAL, 2014).

Através da adição controlada de alguns elementos, muitas propriedades do alumínio podem ser melhoradas, ampliando desta forma sua aplicação industrial. O alumínio pode formar ligas com diversos metais, dentre eles o níquel, elemento pouco solúvel no alumínio, capaz de formar intermetálicos como  $Al_3Ni$ ,  $Al_3Ni_2$ ,  $AlNi$ ,  $Al_3Ni_5$  e  $AlNi_3$ , que produzem efeitos pronunciados nas propriedades mecânicas, mesmo presente em pequenas quantidades. A Figura 1.1 apresenta o diagrama de fases Al-Ni evidenciando as regiões de formação dos compostos intermetálicos em questão.

Os intermetálicos formados nas ligas de alumínio e níquel possuem elevada dureza e tendem a sofrer fraturas frágeis. Suas estruturas cristalinas ordenadas de longo alcance provocam distorções na matriz da liga provocando mudanças nas propriedades mecânicas. A composição química da liga é um fator fundamental para a determinação dos intermetálicos e sua dispersão.

Propriedades como alta temperatura de fusão, densidade baixa, boa resistência a oxidação, elevada dureza e aumento da resistência à deformação com o aumento da temperatura tem atraído o interesse de pesquisadores em aplicar os sistemas intermetálicos à base de alumínio em aplicações tecnológicas (RAJAN *et al.*, 2008; WANG *et al.*, 2008).

Vale ressaltar que as propriedades mecânicas das ligas de alumínio-níquel não dependem somente do tipo de intermetálico presente, mas também de parâmetros microestruturais, que caracterizam sua morfologia e arranjo, como espaçamentos interdendríticos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ), distribuição e composição química das fases, tamanho de grão, segregação e porosidade; que são fortemente influenciadas pelas condições de solidificação. Desta maneira, torna-se imprescindível o controle das variáveis térmicas da solidificação, como velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e gradiente térmico

(G). Com o controle destas variáveis pode-se alterar características macro e microestruturais dos intermetálicos possibilitando o controle das propriedades influenciadas pela presença dos intermetálicos (GARCIA, 2001).

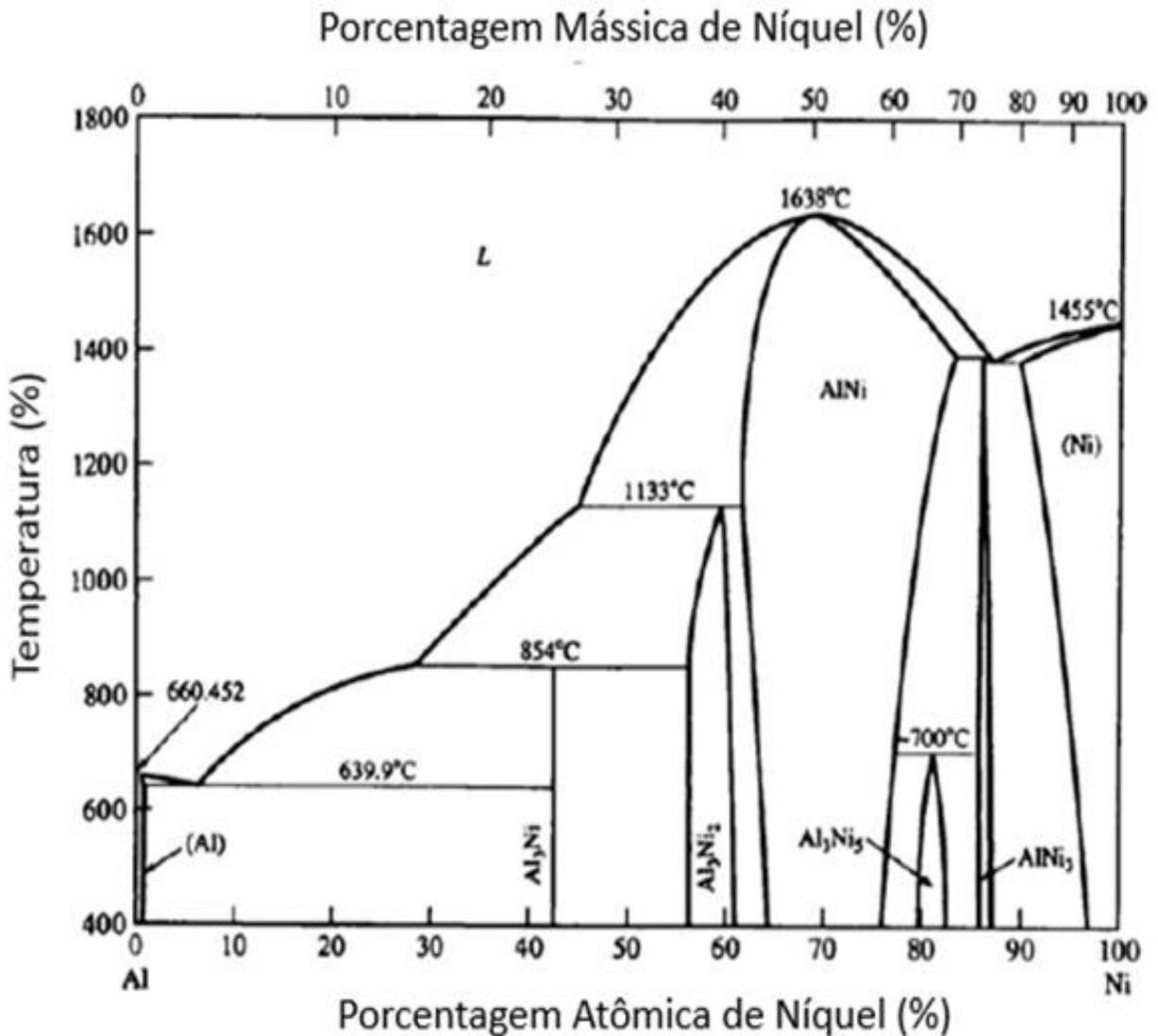


Figura 1.1: Diagrama de fases Alumínio-Níquel.

Adaptado de RAJAN *et al.*, 2008.

Propriedades microestruturais e mecânicas de ligas à base de alumínio solidificadas unidirecionalmente são relatadas em diversas investigações (KARAKOSE e KESKIN, 2011; PARIONA *et al.*, 2010; KAYA *et al.*, 2008) embora sejam escassos relatos de ligas hipereutéticas do sistema binário alumínio-níquel (RAJAN *et al.*, 2008; WANG *et al.*, 2008; HERNANDEZ e JONES, 1997; BÁRCZY *et al.*, 1992) e ainda, são raros os estudos que correlacionam parâmetros macroestruturais e

microestruturais de ligas hipereutéticas de alumínio-níquel com variáveis térmicas da solidificação transitória e propriedades mecânicas finais.

## 1.2. OBJETIVOS

Considerando-se a importância das ligas de alumínio-níquel para as aplicações industriais e a escassez na literatura de estudos que envolvam o estudo destas ligas, especificamente as ligas com teores de níquel superiores ao ponto eutético (hipereutéticas) foram propostos os seguintes objetivos para este trabalho:

- Realizar revisão crítica e atualizada da literatura no que diz respeito ao processo de solidificação, às técnicas de solidificação, às microestruturas obtidas e às variáveis térmicas;
- Obter as liga binárias Al-8,5%Ni e Al-9%Ni solidificadas em dispositivo unidirecional ascendente;
- Determinar para as referidas ligas, as variáveis térmicas do processo de solidificação, tais como: velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), taxas de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e gradientes térmicos ( $G_L$ ) a partir dos registros térmicos experimentais;
- Caracterizar as microestruturas resultantes e quantificar os parâmetros microestruturais: espaçamentos interdendríticos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ), empregando técnicas metalográficas adequadas;
- Correlacionar os parâmetros microestruturais experimentais (espaçamentos interdendríticos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) com as variáveis térmicas de solidificação ( $V_L$ ,  $\dot{T}$ ,  $G_L$ ) e;
- Correlacionar as microestruturas resultantes com o módulo de elasticidade obtidos via ensaio não destrutivo, técnica de excitação por impulso (sonelastic).

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Uma análise global dos atuais processos de manufatura de peças e componentes metálicos mostra que, com exceção dos artigos produzidos por técnicas de metalurgia do pó, todos os demais passam, pelo menos alguma vez, pelo processo de solidificação; por esse motivo a compreensão da teoria da solidificação é fundamental para o planejamento dos processos de fabricação, já que permite o conhecimento dos fatores que influenciam a microestrutura e, conseqüentemente, a qualidade do produto tanto em produtos de fundição, que já apresentam essencialmente a forma definitiva, quanto nos produtos oriundos de deformação, como chapas, fios ou forjados (GARCIA, 2001).

### 2.1. SOLIDIFICAÇÃO

A solidificação de metais e ligas é caracterizada por uma transformação de fase com mudança de estado, em que a fase líquida se transforma em uma fase sólida, quando as condições termodinâmicas são tais que o sólido apresenta menor energia livre, devido a liberação de calor latente, tornando-se mais estável; dá-se através da nucleação e do crescimento de partículas da fase sólida no interior da fase líquida (SANTOS, 2006).

É na fundição dos metais que a solidificação encontra seu mais vasto campo de aplicação. O objetivo fundamental é o de dar forma adequada ao metal, vertendo-o em estado líquido dentro da cavidade de um molde com a forma desejada, o próprio molde retira calor do metal líquido provocando sua solidificação e fixando sua forma inicial. Entretanto, apesar da extrema simplicidade do processo, durante a solidificação do metal no molde ocorrem diversos eventos que, se não forem devidamente controlados, podem comprometer o desempenho do produto final. Tais eventos podem dar origem a diversos tipos de heterogeneidades que interferem drasticamente na qualidade metalúrgica do produto final. Além das heterogeneidades físicas, geralmente decorrentes da variação do volume específico do metal (rechupe, trincas de contração, porosidades e outros tipos de defeitos), podem surgir heterogeneidades químicas (segregação de impurezas ou de elementos de liga em escala microscópica ou macroscópica) e heterogeneidades estruturais (tipo, distribuição, tamanho e orientação dos grãos cristalinos) (CAMPOS FILHO e

GRAEME, 1978).

Atualmente, já se conhecem a natureza das heterogeneidades, suas causas e seus efeitos, os parâmetros de controle que podem ser manipulados de forma a otimizar os processos de fundição e maximizar a qualidade e o desempenho do produto final. A figura 2.1 apresenta de modo esquemático a sequência de correlações existente entre as variáveis do processo de solidificação (velocidade de solidificação, gradientes térmicos e composição química do metal) e os fatores de qualidade do metal solidificado (estrutura, segregação e defeitos), correlações essas que se verificam através dos eventos característicos do processo de solidificação, tais como: nucleação e crescimento da fase sólida, redistribuição do soluto durante o processo e variações da morfologia da interface sólido/líquido (CAMPOS FILHO e GRAEME, 1978).

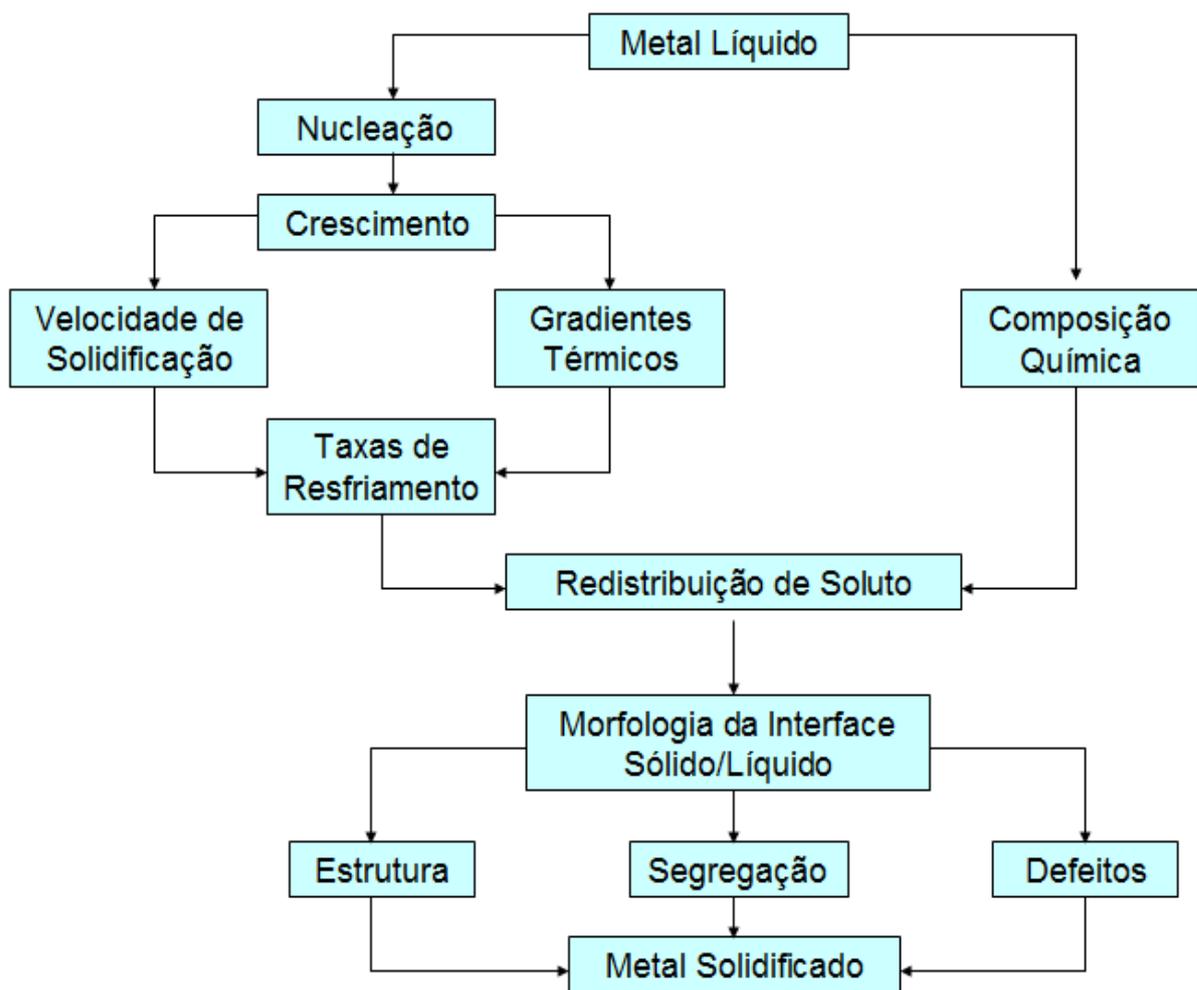


Figura 2.1: Sequência esquemática dos eventos que caracterizam o processo de solidificação.

Adaptada de CAMPOS FILHO e GRAEME, 1978.

Convém ressaltar que a estrutura bruta de solidificação determina as propriedades finais também dos produtos oriundos de conformação, embora muitos defeitos desapareçam macroscopicamente com o processo de deformação, geralmente a maioria destes é conduzida até o produto acabado, interferindo em suas propriedades mecânicas, elétricas e químicas (GARCIA, 2001).

### **2.1.1. Solidificação Unidirecional**

Uma técnica de solidificação que tem sido bastante utilizada em estudos de caracterização de aspectos da macroestrutura, da microestrutura e de análise da segregação de soluto é a solidificação unidirecional, que pode ser dividida em duas categorias: aquelas que tratam da solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor e as que abordam a solidificação em regime transitório de fluxo de calor (ROSA, 2007). Na primeira, o gradiente de temperatura ( $G$ ) e a velocidade da frente de solidificação ( $V_L$ ) são controlados independentes e mantidos constantes ao longo do experimento; embora seja uma técnica extremamente útil na determinação de relações quantitativas entre aspectos da microestrutura, como os espaçamentos interdendríticos e as variáveis térmicas de solidificação, permitindo analisar a influência de cada variável de forma independente e mapear experimentalmente os parâmetros microestruturais, não representa o fluxo de calor da maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação (ROCHA, 2003).

Na solidificação em condições transitórias de fluxo de calor, tanto o gradiente de temperatura ( $G$ ) quanto a velocidade de deslocamento de interface sólido-líquido ou velocidade de frente de solidificação ( $V_L$ ) variam livremente com o tempo e a posição dentro do metal, situação que ocorre nos processos industriais e que dificulta a modelagem teórica, diante disto, torna-se extremamente importante a avaliação teórico-experimental da influência das variáveis térmicas (velocidade de solidificação, gradiente térmico e taxa de resfriamento) em condições de solidificação unidirecional transitória, sobre parâmetros da macroestrutura e da microestrutura para sistemas metálicos (GARCIA, 2005).

O fenômeno da solidificação também pode ser investigado experimentalmente em função da direção na qual o fluxo de calor é extraído e do sentido de avanço da frente de solidificação, ou seja, a solidificação pode ser unidirecional vertical transitória

ascendente, descendente ou até mesmo unidirecional horizontal.

#### 2.1.1.1. Solidificação Unidirecional Ascendente

Para que haja solidificação unidirecional transitória ascendente a refrigeração do metal deve ocorrer na parte inferior da lingoteira, fazendo com que a solidificação se processe na forma vertical e de baixo para cima, ou seja, no sentido contrário da ação da gravidade, produzindo um perfil crescente de temperaturas no metal líquido em sentido ascendente, forçando o líquido mais denso a localizar-se junto à fronteira de transformação sólido/líquido, minimizando as correntes convectivas tanto por diferença de temperatura quanto por diferenças de concentração. A transferência de calor ocorre essencialmente por condução térmica unidirecional, o que permite uma análise experimental e cálculos teóricos isentos de convecção natural. Como o soluto é rejeitado na frente de solidificação, dependendo do par soluto/solvente, pode ocorrer a formação de um líquido interdendrítico mais denso que o restante do volume global de metal líquido, garantindo assim, do ponto de vista de movimentação de líquido, a estabilidade do processo de solidificação (SPINELLI, 2005).

O fato da solidificação ocorrer no sentido contrário à ação da gravidade favorece o contato entre o metal e a base do molde, implicando em valores de  $h_i$  maiores e aproximadamente constante durante toda a solidificação. A Figura 2.2 apresenta um esquema ilustrativo de um dispositivo de solidificação unidirecional ascendente.

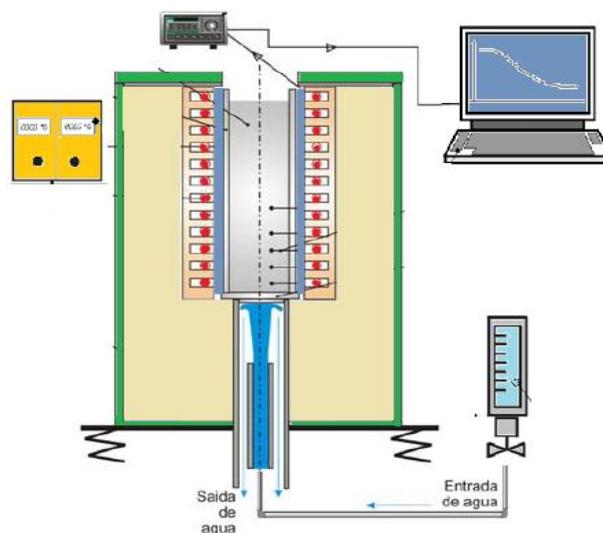


Figura 2.2: Dispositivo de solidificação unidirecional ascendente.

Adaptado de GARCIA (2005).

### 2.1.1.2 Solidificação Unidirecional Descendente

É bastante similar a anterior quanto à estruturação, entretanto, a câmara refrigerada é localizada no topo da lingoteira. Nestas condições, a solidificação dar-se-á no mesmo sentido da ação da força gravitacional, com a força peso atuando no sentido de deslocar o lingote do contato com a base refrigerada, o que irá configurar situação de maior resistência térmica à passagem de calor do lingote em direção ao fluido de refrigeração, quando comparada com a solidificação ascendente. Outra diferença essencial consiste sempre na presença de algum movimento convectivo, já que o perfil de temperatura do líquido é crescente em direção à base do lingote, que se encontra isolada termicamente, o que significa que ocorrerá convecção ocasionada pela diferença de temperatura no líquido. Se o soluto rejeitado promover um líquido interdendrítico de maior densidade do que o líquido nominal ocorrerá movimento convectivo por diferença de densidade (SPINELLI, 2005).

Utiliza-se esse arranjo experimental com a finalidade de fazer o contraponto com a solidificação ascendente, permitindo a verificação da influência das correntes convectivas sobre o arranjo da estrutura de solidificação, mostrando as diferenças entre ambas configurações quando se solidificam ligas de mesma composição. Um esquema de um dispositivo de solidificação unidirecional vertical descendente é apresentado na Figura 2.3.

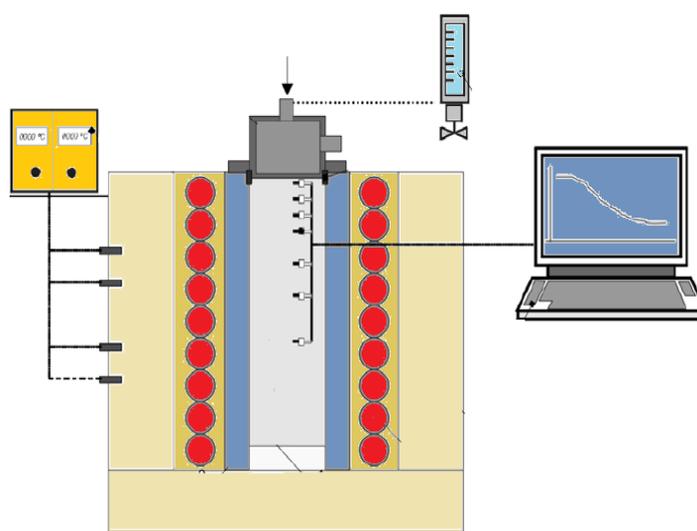


Figura 2.3: Dispositivo de solidificação unidirecional descendente.

Adaptado de GARCIA (2005).

### 2.1.1.3. Solidificação Unidirecional Horizontal

Esta configuração é sem dúvida a mais complexa sob o ponto de vista de determinação das variáveis térmicas de solidificação. O processo pode ser conduzido de duas formas distintas: a partir do vazamento do metal líquido dentro do molde isolado termicamente nas laterais e com remoção de calor por apenas uma das extremidades através de um bloco maciço metálico ou de uma câmara de refrigeração, ou através de sistema semelhante, porém que permita fundir o metal em seu interior até que uma determinada temperatura seja alcançada, a partir da qual a refrigeração se inicia promovendo a solidificação.

No primeiro caso, a turbulência do vazamento induz correntes de convecção forçada que levam algum tempo para se dissipar e agem com intensidades diferentes ao longo da seção do lingote. Não se pode afirmar que neste caso esteja ocorrendo rigorosamente uma solidificação unidirecional mesmo com a fonte fria determinando o transporte de calor essencialmente em sua direção. Na segunda situação, a solidificação unidirecional é garantida devido a maior estabilidade em relação ao movimento do metal líquido, já que o metal funde no interior da lingoteira. Entretanto, é importante ressaltar que não se podem garantir as mesmas variáveis térmicas de solidificação ao longo de diferentes seções horizontais da base ao topo do lingote, já que instabilidades térmicas e diferenças de densidade no líquido irão induzir correntes convectivas que serão diferentes ao longo destas seções (SPINELLI, 2005). A Figura 2.4 mostra um esquema de um dispositivo de solidificação unidirecional horizontal com vazamento de metal líquido dentro da câmara molde.

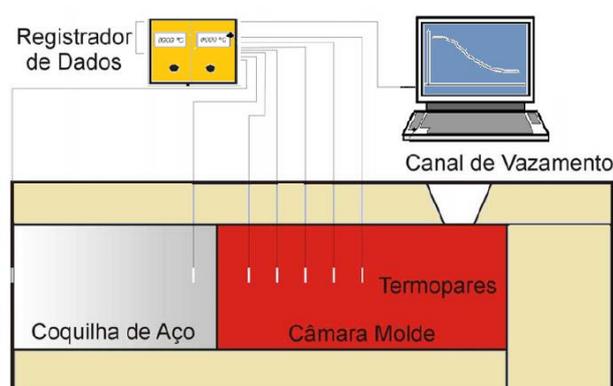


Figura 2.4: Dispositivo de solidificação unidirecional horizontal.

Adaptado de GARCIA (2005).

## 2.2. ESTRUTURAS DE SOLIDIFICAÇÃO

Qualquer processo baseado na solidificação de um metal com o objetivo de produzir uma peça sólida, deve atender certas exigências, que dependem de sua aplicação futura, e que decorrem de aspectos estruturais e geométricos. Sabe-se que as propriedades finais do fundido dependerão da estrutura solidificada, por consequência de diversos fatores do processo que a controlam, como o fluxo de calor do metal líquido, propriedades químicas e termofísicas do metal em estudo, condições de vazamento e propriedades do sistema de solidificação (PEIXOTO, 2009).

De modo geral, as substâncias podem assumir três estados físicos de agregação atômica: gasoso, líquido e sólido. Do estado sólido, por aquecimento, passa-se para o estado líquido, mudança conhecida como fusão, que ocorre em uma única temperatura para metal puro e geralmente em um intervalo de temperatura para ligas metálicas. O caminho contrário ao da fusão por resfriamento é conhecido por solidificação e pode ser entendido como sendo a mudança do estado líquido para o estado sólido de uma substância. Essa mudança se dá com o aparecimento de pequenas partículas da nova fase sólida, que crescem até que a transformação de complete (SANTOS, 2006). O aparecimento e o crescimento dessas partículas sólidas caracterizam o modo de formação da microestrutura em metais e ligas metálicas em momentos sucessivos de tal modo que aspectos cinéticos, térmicos, químicos e termodinâmicos estão fortemente relacionados (PEIXOTO, 2009).

A estruturas de solidificação podem ser subdivididas em: macroestruturas e microestruturas. Torna-se importante salientar que se denominam macroestruturas as formações morfológicas estruturais que são observadas e avaliadas a olho nu, ou com auxílio de aumento óptico em até 10 vezes, após preparo e ataque químico da superfície a ser observada. As microestruturas, no entanto, só são efetivamente observadas por intermédio de aumentos ópticos de no mínimo 10 vezes em microscópios ópticos e avançando na observação nanométrica com auxílio da microscopia eletrônica (PEIXOTO, 2009).

### 2.2.1. Macroestrutura

A solidificação se processa a partir da formação, no líquido, de núcleos sólidos que crescem em função das condições locais de resfriamento. A macroestrutura de um metal solidificado é definida como a caracterização dos seus grãos cristalinos, ou

seja, suas dimensões, orientações cristalográficas, forma e distribuição. O aspecto mais importante na formação da macroestrutura de um metal fundido está ligado à sua correlação com as propriedades mecânicas do produto solidificado.

De maneira geral, nos materiais policristalinos podem-se identificar três zonas macroestruturais distintas, denominadas: coquilhada, colunar e equiaxial, conforme apresentado na Figura 2.5.

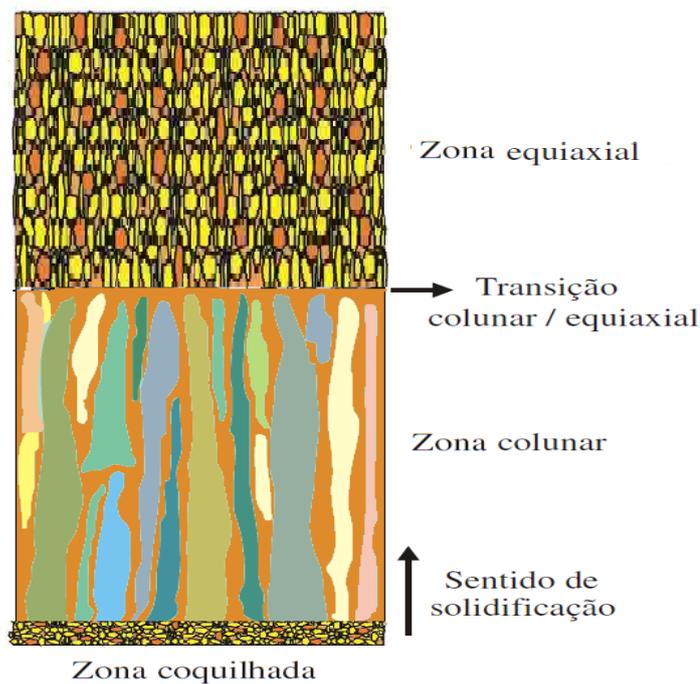


Figura 2.5: Representação esquemática da macroestrutura de solidificação unidirecional.

#### 2.2.1.1. Zona Coquilhada

A zona coquilhada é formada por uma camada de grãos cristalinos com orientações aleatórias, normalmente de pequenas dimensões, localizados junto às paredes do molde, resultado do primeiro contato do metal líquido com o molde frio no vazamento. As altas taxas de resfriamento obtidas irão provocar uma rápida diminuição local da temperatura e favorecer uma nucleação intensa de grãos. Esse decréscimo de temperatura ocasionará um super-resfriamento térmico; com isso, os primeiros grãos cristalinos começam a se desenvolver de forma e tamanho pequenos, quase sempre uniformes, constituindo uma fina camada de grãos de crescimento

aleatório junto às paredes do molde (PERES, 2005).

O tamanho dessa zona depende de uma série de fatores dentre os quais pode-se citar as propriedades termofísicas do material do molde, o coeficiente de transferência de calor metal/molde e a temperatura de vazamento do metal líquido (GARCIA, 2001).

#### 2.2.1.2. Zona Colunar

A zona colunar é constituída por grãos alongados e alinhados paralelamente à direção do fluxo de calor, ou seja, normais às paredes do molde. Inicia-se a formação desta zona pelo crescimento dos grãos formados a partir dos núcleos oriundos do rápido resfriamento do líquido nos instantes iniciais da solidificação, e que apresentam direção cristalográfica favorável ao crescimento na direção da extração de calor. Esses núcleos tendem a crescer mais rapidamente que os outros, bloqueando o crescimento dos demais grãos coquilhados. A Figura 2.6 mostra uma representação esquemática do crescimento dos grãos colunares a partir dos coquilhados. Os grãos assim formados são alongados e de dimensões bem maiores que os grãos da zona coquilhada, apresentando ainda direções cristalográficas fortemente orientadas (PERES, 2005).

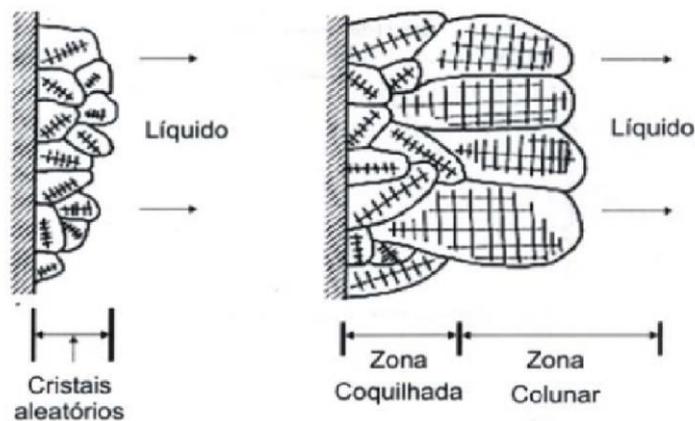


Figura 2.6: Representação esquemática do crescimento de grãos na região coquilhada e do surgimento de grãos colunares a partir dos grãos coquilhados com orientação favorável.

GARCIA (2001).

Quando se refere a ligas, essa região é caracterizada por um crescimento de dendritas orientadas e em equilíbrio térmico com o líquido que as envolvem, e crescem tão rapidamente quanto o calor latente possa fluir para as paredes do molde (GARCIA, 2001).

Algumas variáveis do processo de solidificação têm influência decisiva sobre o tamanho da zona colunar, que aumenta à medida que maiores temperaturas de vazamento são utilizadas e, como regra geral, diminui com o aumento do teor de soluto da liga (GARCIA, 2001).

O crescimento dos cristais colunares continua enquanto o calor é progressivamente retirado por condução através do sólido e conduzido ao molde, seu bloqueio pela zona equiaxial ocorre quando o líquido torna-se super-resfriado tanto por efeito térmico quanto constitucional, fazendo com que os embriões de sólido ao surgirem cresçam aleatoriamente (GARCIA, 2001).

#### 2.2.1.3. Zona Equiaxial

A terceira zona macroestrutural é denominada de equiaxial, e é constituída por grãos cristalinos sem orientações preferenciais e de dimensões relativamente grandes quando comparados aos grãos coquilhados. Diferentemente do crescimento da zona colunar, a zona equiaxial é caracterizada por grãos que crescem com direções cristalográficas aleatórias (PEIXOTO, 2009; PERES, 2005).

Os grãos equiaxiais podem surgir como decorrência de eventos isolados de nucleação, a partir da zona colunar ou da nucleação de cristais na superfície livre do líquido. Os núcleos geradores têm várias origens, mas só podem crescer após o líquido ter atingido temperaturas abaixo da *liquidus* (GARCIA, 2001).

#### 2.2.1.4. Transição Colunar-Equiaxial (TCE)

Peças fundidas ou lingotes de materiais metálicos podem apresentar estruturas completamente colunares ou totalmente equiaxiais, dependendo da composição química da liga e das condições de solidificação. Entretanto, uma estrutura mais complexa, e que geralmente ocorre na solidificação em moldes metálicos, apresenta os dois tipos de estrutura, cuja fronteira é chamada de zona de transição colunar-equiaxial (CANTÉ, 2009).

Essa forma estrutural mista só acontece se for possível nuclear e crescer grãos equiaxiais à frente da interface colunar de crescimento, provocando uma transição entre os modos de crescimento. Os grãos equiaxiais exercem um crescimento competitivo com a frente colunar, de forma que, se os cristais equiaxiais forem pequenos, eles são absorvidos pela frente e passam a crescer de forma colunar dendrítica. Entretanto, se a zona super-resfriada à frente da interface colunar for relativamente grande e com alta densidade de cristais, esses grãos equiaxiais podem formar uma fração volumétrica suficientemente alta a ponto de bloquear o crescimento colunar (CANTÉ, 2009).

A determinação do ponto em que ocorre a transição colunar/equiaxial é importante para o planejamento do processo e para que se possam projetar as propriedades mecânicas do produto (GARCIA, 2001).

### **2.2.2. Microestruturas**

Os tipos de microestruturas presentes em uma liga estão fortemente relacionados com a evolução da interface entre o sólido e o líquido (S/L) durante o processo de solidificação (PEIXOTO, 2009). Pode-se passar da forma plana, própria dos metais puros, para estruturas celulares e dendríticas em decorrência de alterações nos parâmetros térmicos do sistema metal/molde.

O soluto ou o solvente é segregado na interface sólido-líquido, o que provoca uma distribuição não uniforme no líquido à frente da interface, originando instabilidade. Este acúmulo de teor à frente da interface sólido/líquido promove o surgimento de um fenômeno favorável à nucleação e responsável por sua gradativa instabilidade, conhecido como super-resfriamento constitucional (SRC) (GOULART, 2010). Dependendo do valor do SRC, a instabilidade causada na interface sólido/líquido dá origem a diferentes morfologias que, por ordem crescente desse valor, são denominadas por: planar, celular e dendrítica, conforme o esquema apresentado na Figura 2.7.

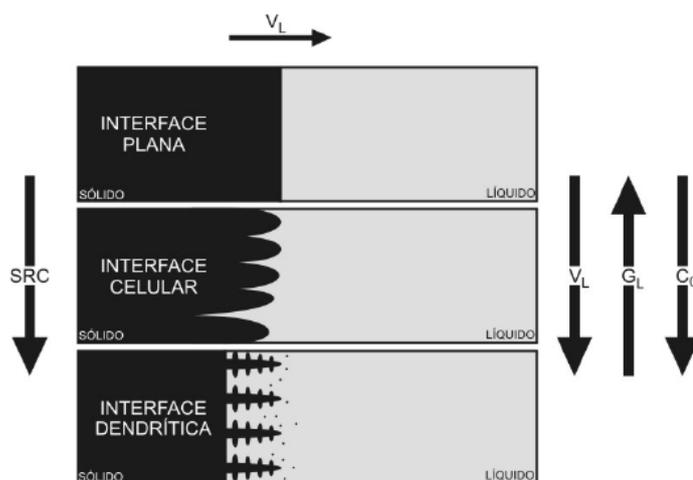


Figura 2.7: Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação das estruturas de solidificação: SRC – grau de super-resfriamento;  $G_L$  – gradiente térmico à frente da interface;  $V_L$  – velocidade da isoterma liquidus; e  $C_0$  – concentração.

GOULART, 2010.

Quando uma liga binária diluída é solidificada na presença de uma pequena quantidade de super-resfriamento constitucional, a interface sólido/líquido desenvolve, usualmente, uma morfologia celular, possível, devido a esse super-resfriamento ser suficiente para iniciar o processo de instabilização da interface sólido/líquido, acarretando a formação de uma protuberância que se projeta a partir da interface no líquido super-resfriado, até um ponto em que o super-resfriamento seja apenas necessário para manter a força motriz do crescimento, conforme apresentado na Figura 2.8.

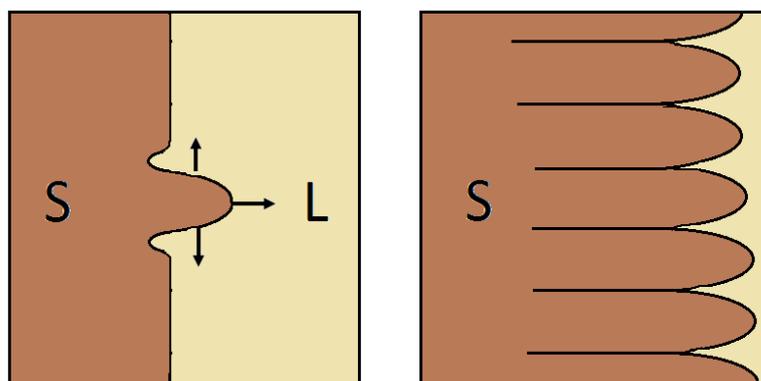


Figura 2.8: Esquema de desenvolvimento de uma interface celular.

Ao crescer, esta protuberância rejeita soluto tanto longitudinalmente à frente da interface quanto lateralmente, e a sua concentração lateral é maior do que em qualquer outro ponto do líquido. Nessas condições, a protuberância adquire uma forma instável que se estende por toda a interface, que degenera de uma situação plana a uma morfologia celular (Figura 2.8). Desta forma, o crescimento de células regulares dá-se a velocidades baixas e perpendicularmente à interface sólido/líquido, e na direção de extração do fluxo de calor, sendo praticamente independente da orientação cristalográfica (PERES, 2005).

Com o aumento do grau de super-resfriamento constitucional, ocorrem instabilidades de maior ordem e a estrutura celular de forma circular passa para dendrítica, na forma de “cruz de malta”; com os ramos cristalográficos primários em direções cristalográficas próximas à direção do fluxo de calor, a rejeição de soluto promove o aparecimento dos braços secundários em direções perpendiculares aos ramos primários (GARCIA, 2001), conforme apresentado na Figura 2.9.

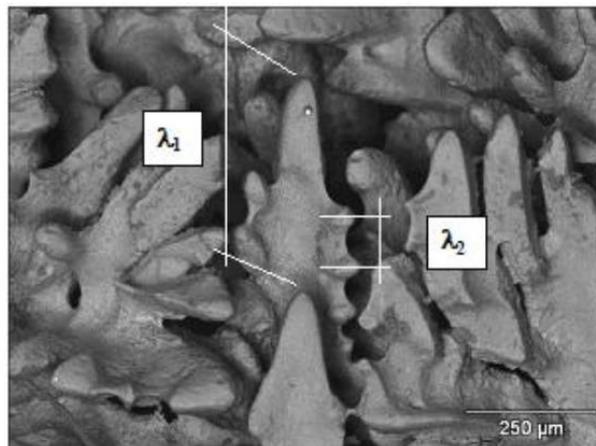


Figura 2.9: Ramificações interdendríticas primárias ( $\lambda_1$ ) e secundárias ( $\lambda_2$ ).

GOULARD, 2010.

As distâncias entre os centros de células e as ramificações, também denominadas de braços dendríticos são definidas como espaçamentos intercelulares e interdendríticos primários e secundários (Figura 2.9), esses parâmetros microestruturais quantitativos são utilizados na determinação dos efeitos das variáveis de solidificação sobre a microestrutura formada; e juntamente com os produtos segregados, porosidade e contornos de grão, constituem o arranjo estrutural responsável pelas características mecânicas resultantes do material, Figura 2.10.

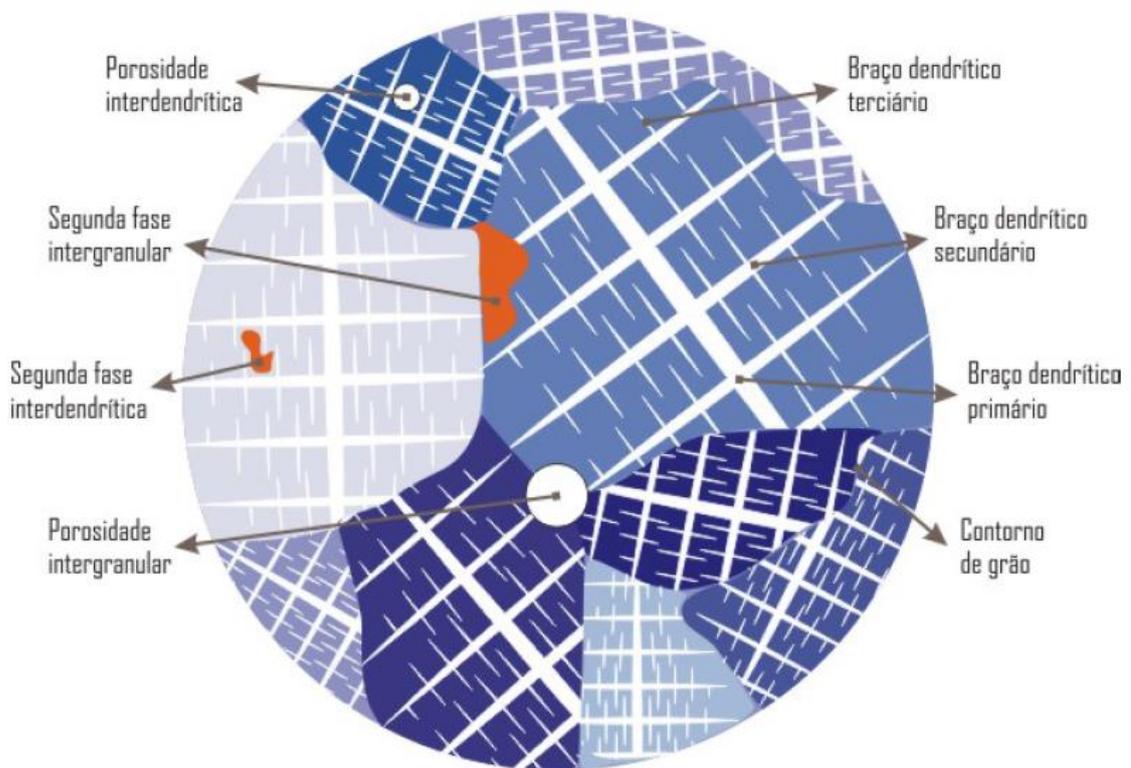


Figura 2.10: Arranjo estrutural responsável pelas propriedades mecânicas dos materiais fundidos.

ROSA, 2007.

Entretanto, apesar da forte influência do super-resfriamento constitucional, ele não é o único responsável pelas modificações que ocorrem na interface sólido/líquido, a velocidade de solidificação, gradientes de temperatura e taxas de resfriamento também assumem um papel de elevada importância, como apresentado na Figura 2.7.

#### 2.2.2.1 A Influência dos Espaçamentos Dendríticos nas Propriedades Mecânicas do Material

Os espaçamentos dendríticos dependem das condições térmicas durante o processo de solidificação, daí a importância de se poder contar com uma forma quantitativa que permita expressar essa interdependência. A taxa de resfriamento pode ser correlacionada com as variáveis térmicas da solidificação, como velocidades de deslocamento de isoterma características ( $V_L$ ) e gradientes térmicos ( $G_L$ ), que, por sua vez, estão relacionados com parâmetros operacionais como temperatura de

vazamento ( $T_v$ ) e coeficientes de transferência de calor nas interfaces metal/molde ( $h_i$ ) e molde/ambiente ( $h_{amb}$ ) (GOULARD, 2005).

A literatura mostra que os espaçamentos dendríticos diminuem com o aumento da velocidade de solidificação e da taxa de resfriamento (GARCIA, 2001). Dessa forma, sistemas de solidificação que favoreçam essas condições contribuem para a obtenção de produtos de melhor resistência mecânica.

Espaçamentos intercelulares e interdendríticos menores apresentam uma distribuição mais uniforme da segregação entre as ramificações celulares ou dendríticas, enquanto espaçamentos maiores podem exigir tratamentos térmicos específicos mais demorados e muito bem elaborados para a homogeneização da composição química. Desta forma, afim de se reduzir o tempo exigido para à homogeneização nos tratamentos térmicos, busca-se reduzir esses parâmetros microestruturais, através da adoção de sistemas de solidificação com condições de resfriamento eficazes, que permitam a obtenção de materiais com espaçamentos menores. Nesse sentido, é fundamental a determinação correta das condições que controlam o desenvolvimento desses espaçamentos durante a solidificação (GOULARD, 2010).

### 2.3 SEGREGAÇÃO

Conforme analisado anteriormente, as propriedades finais dos materiais dependem da estrutura solidificada e portanto dos diversos fatores que a controlam. Um fenômeno comum durante a solidificação e que influencia intimamente as propriedades do material é a segregação, esta normalmente age deteriorando as propriedades físicas e químicas do material de forma localizada (GOMES, 2012; FERREIRA, 2004).

A segregação pode ser entendida como qualquer diferença de concentração produzida em relação a uma distribuição uniforme de elementos químicos. Ela manifesta-se em uma liga ou em um componente impuro como resultado da rejeição de soluto ou impureza na fronteira sólido/líquido, seguida por sua distribuição durante a evolução da solidificação através do mecanismo de transporte de massa (GARCIA, 2001).

O líquido enriquecido de soluto pode movimentar-se por diferentes efeitos, tais como: movimento do líquido durante o preenchimento do molde; convecção causada por diferenças de densidade provocadas pela presença de diferenças de temperatura; convecção causada por diferenças de densidade decorrente de diferenças de composição no líquido; flutuação ou decantação de cristais em crescimento no líquido e movimento de líquido provocado por contrações térmicas ou volumétricas que acompanham a transformação sólido/líquido (GARCIA, 2001).

A variação na distribuição da composição química a nível microestrutural, tal como dendritas e grãos, é referenciada como microsegregação. Normalmente, pode ser reduzida de maneira significativa por meio de tratamentos térmicos de homogeneização porque as distâncias desenvolvidas na microsegregação são de curto alcance, geralmente na ordem de 10 a 100  $\mu\text{m}$ . Em contrapartida, a heterogeneidade química em nível macroscópico é definida como macrosegregação e dificilmente pode ser removida, pois suas distâncias normalmente variam da superfície ao centro da peça fundida, que dependendo do tamanho da peça, inviabiliza qualquer tipo de tratamento térmico de homogeneização (GOMES, 2012).

O esquema da Figura 2.11 mostra que a morfologia dendrítica provoca tanto rejeição de soluto lateral quanto longitudinal a partir do sólido formado. O transporte de soluto longitudinal ocorre de forma paralela às ramificações dendríticas primárias e provoca a macrosegregação, enquanto a rejeição lateral do soluto, que ocorre perpendicular a essas ramificações é responsável pela microsegregação (GARCIA, 2001).

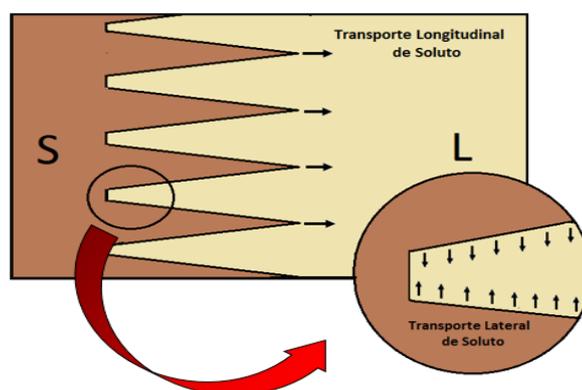


Figura 2.11: Representação esquemática do crescimento dendrítico com indicações dos transportes longitudinal e lateral de soluto.

### 2.3.1 Macrossegregação

A macrossegregação, como foi dita anteriormente, é uma segregação de longo alcance, que provoca uma composição química que difere da composição média do material; é causada pelo movimento de líquido ou de sólido que, através de mecanismos específicos, determina uma distribuição da composição de soluto ao longo do componente. As forças motrizes deste tipo de segregação são (FERREIRA, 2004): contração do volume específico do metal durante a solidificação; as diferenças de massa específica causadas pela formação de uma fase sólida ou por diferenças de composição; forças de origem externa ao sistema metal/molde, como por exemplo a ação de forças centrífugas ou a aplicação de campos eletromagnéticos, deformação da fase solidificada por ação de tensões térmicas ou de pressão e a formação de bolhas de gás.

A macrossegregação é avaliada normalmente pela relação apresentada na Equação 2.1:

$$\Delta C = \bar{C}_s - C_o \quad \text{Equação 2.1}$$

Onde  $C_o$  é a composição inicial da liga e  $\bar{C}_s$  é a composição média em determinado ponto após a solidificação. Pode também ser avaliada por um índice de segregação ou razão de segregação, dado por:

$$\frac{C_{M\acute{a}x}}{C_{M\acute{i}n}} \text{ ou } \frac{(C_{M\acute{a}x} - C_{M\acute{i}n})}{(C_o)} \quad \text{Equação 2.2}$$

Em que, os subscritos representam composição máxima e mínima, respectivamente. Uma terceira e última forma de se quantificar a macrossegregação é pelo grau de segregação, dado pela Equação 2.3:

$$\frac{\bar{C}_s}{C_o} \cdot 100 \quad \text{Equação 2.3}$$

A segregação é considerada positiva quando  $\bar{C}_s > C_o$ , e negativa quando  $\bar{C}_s < C_o$ .

A macrossegregação pode ser dividida em três categorias: segregação normal, segregação por gravidade e segregação inversa (GOMES, 2012).

A macrossegregação normal é característica da solidificação no qual a interface sólido/líquido se desenvolve planamente. Para ligas com  $k < 1$ , caracteriza-se por concentrações iniciais abaixo da composição nominal da liga e pelo acúmulo de soluto no final da solidificação na região central da peça ou lingote. A variação final da composição da superfície ao centro de um lingote que se espera no caso de segregação normal, está esquematizada na Figura 2.12.

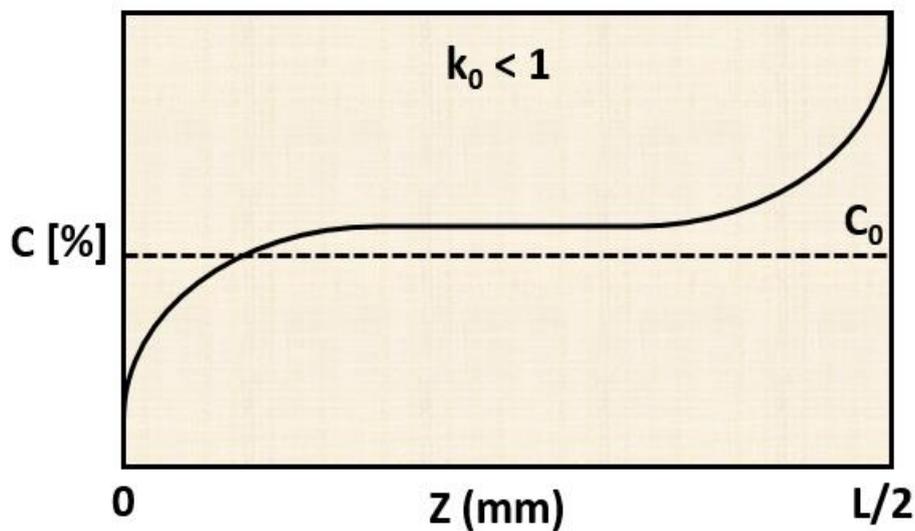


Figura 2.12: Variação final da composição de um lingote colunar após segregação normal.

Quando constituintes líquidos ou sólidos se separam em função de diferenças de massa específica, provocam a formação de um tipo de segregação conhecida como segregação por gravidade. Essas diferenças de massa específica causam a flutuação ou a decantação de fases líquidas ou sólidas de diferentes composições. Ocorrendo, por exemplo, a formação de dendritas livres, sua massa específica em relação ao líquido em que estão contidas é que determina sua direção durante o movimento. Se esses grãos dendríticos apresentarem massa específica superior à do líquido, eles irão decantar, provocando a formação de uma zona de segregação negativa na base da peça ou lingote (para ligas com  $k < 1$ ), uma vez que os cristais formados inicialmente têm menor concentração de soluto e darão origem a uma região

de concentração menor que a média, Figura 2.13. Uma situação inversa ocorre com ligas antimônio-chumbo, onde os cristais primários ricos em antimônio ao nuclearem tendem a flutuar em função de seu menor peso específico em relação à do líquido a partir do qual são formados (GARCIA, 2001).

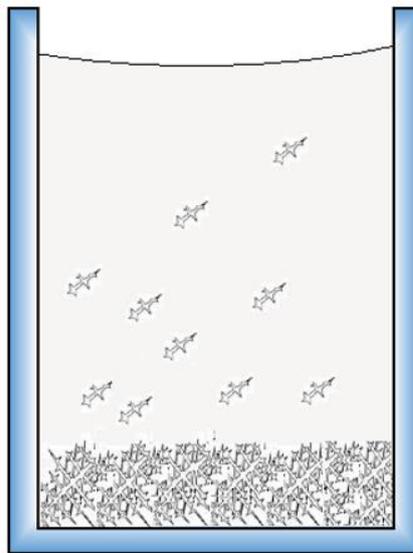


Figura 2.13: Segregação por gravidade devido a diferença de massa específica das dendritas e do líquido.

Contrária à segregação normal, a segregação inversa é caracterizada por concentrações de soluto maiores que a composição nominal da liga nas regiões próximas da superfície, conforme esquema da Figura 2.14, é causada pelo movimento do fluxo de líquido interdendrítico em sentido contrário ao da evolução da frente sólido/líquido. Deste modo, sob determinadas condições de solidificação pode-se observar uma variação da composição média com a distância a partir da superfície da peça ou lingote. Para ligas com  $k < 1$ , espera-se que a última fração de líquido remanescente seja rica em soluto.

Entretanto, em condições de apreciável crescimento dendrítico, os canais interdendríticos contêm líquido com elevada concentração de soluto devido a difusão lateral deste elemento constituinte da liga. Para a maioria dos metais, ocorre contração durante a solidificação e o líquido interdendrítico com elevado teor de soluto é compelido a escoar buscando regiões mais frias do sistema, ou seja, em direção a raiz das dendritas, produzindo concentração de soluto anormal nas regiões mais

externas do lingote. Esta condição é denominada de segregação inversa, porque a distribuição de soluto é oposta aquela esperada para a segregação normal onde o centro do lingote apresenta teores de soluto maiores que a superfície (GOMES, 2012).

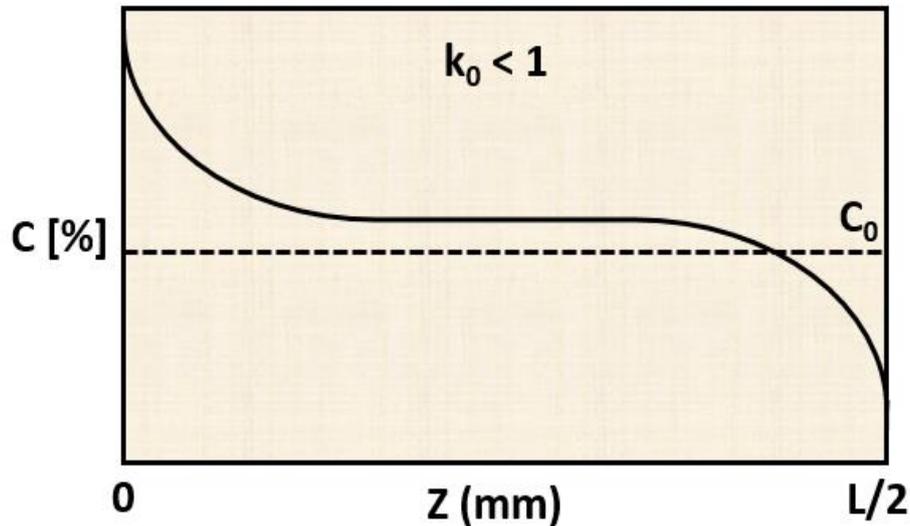


Figura 2.14: Variação final da composição de um lingote colunar após segregação inversa.

#### 2.4. VARIÁVEIS TÉRMICAS

A solidificação de materiais pode ser considerada fundamentalmente um processo de transferência de calor em regime transitório, cuja transformação líquido/sólido é acompanhada de liberação de energia térmica, com uma fronteira móvel separando as duas fases de propriedades termofísicas distintas. A análise da transferência de calor na solidificação apresenta essencialmente dois objetivos: a determinação da distribuição de temperaturas no sistema material/molde e a determinação da cinética da solidificação. Para melhor compreensão desta análise a Figura 2.15 apresenta um esquema ilustrativo da situação física durante o processo de solidificação de um lingote, apresentando um elemento de referência, conforme mostra a Figura 2.16.



minimizando prejuízos no processo de produção. Existem variáveis significativas para o controle da solidificação, essas são conhecidas como variáveis térmicas e serão detalhadas a seguir.

#### 2.4.1. Velocidade Da Isotherma *Liquidus* ( $V_L$ )

A velocidade da isoterma *liquidus* representa a rapidez com que a frente de solidificação avança ao longo do material, analiticamente é representada pela razão entre a medida deslocada da frente de expansão pelo tempo transcorrido, Equação 2.4.

$$V_L = \frac{ds}{dt} = f(s) \quad \text{Equação 2.4}$$

Com o decorrer da solidificação, a velocidade da isoterma *liquidus* reduz ao se aproximar do final do molde, fato que se deve ao aumento da resistência térmica ocasionada pela camada solidificada, que reduz a transmissão de energia no material.

#### 2.4.2. Taxa De Resfriamento ( $\dot{T}$ )

A taxa de resfriamento remete a diminuição da temperatura em função do tempo, ou seja, quanto calor está sendo extraído da peça em um determinado instante do processo de solidificação, conforme Equação 2.5:

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt} \quad \text{Equação 2.5}$$

Esta variável térmica é a mais importante para a indústria metalúrgica, pois permite o controle do resfriamento utilizando jatos d'água nas paredes do molde. Para que este tratamento tenha efeito, as paredes devem ser finas, de forma que permita a troca de calor por condução e convecção com o meio externo. Tendo este controle, é possível estimar a velocidade de solidificação e, conseqüentemente, o gradiente térmico no metal.

A taxa de resfriamento também pode ser representada como o produto da

velocidade de solidificação com o gradiente local (Garcia 2001), Equação 2.6.

$$\dot{T} = V_s \cdot G_L = V_s^2 \frac{L \cdot \rho}{K} \quad \text{Equação 2.6}$$

### 2.3.2. Gradiente Térmico

O gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido ( $G_L$ ), indica como a temperatura está distribuída por unidade de comprimento, podendo ser definida em caso unidirecional da forma da Equação 2.7.

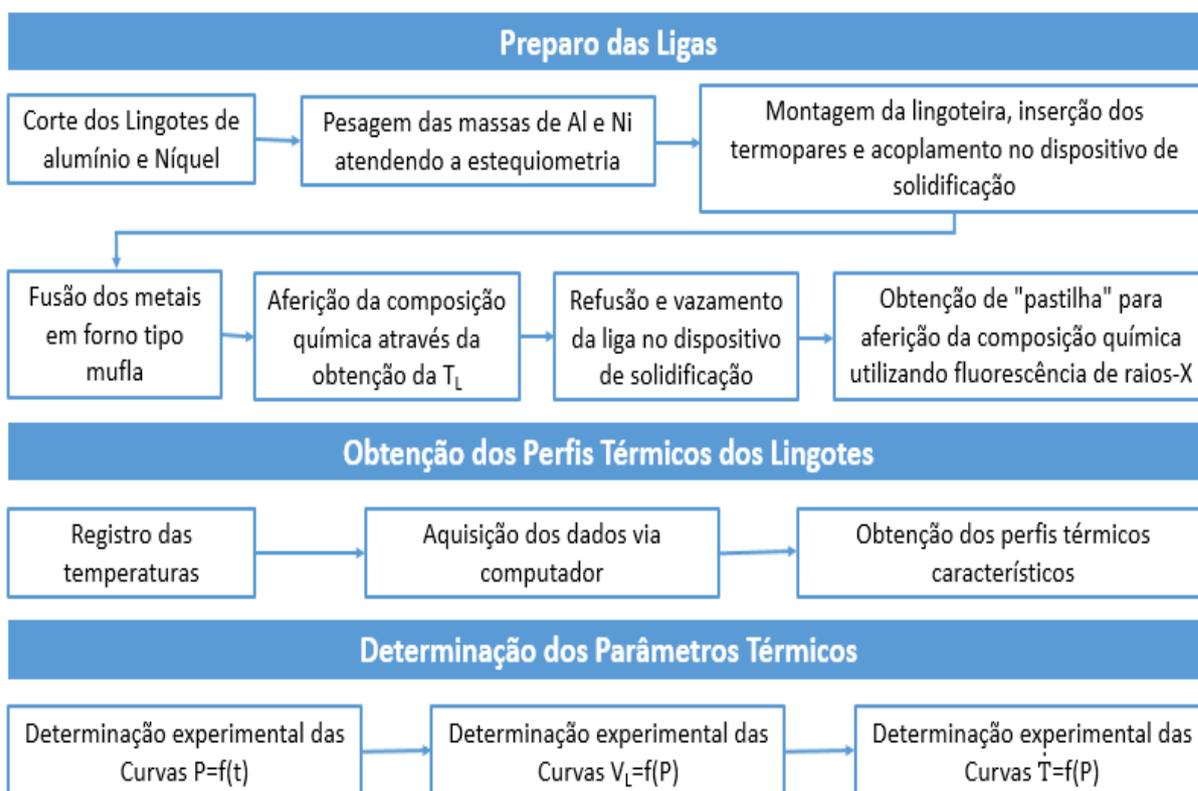
$$G_L = \frac{dT}{dx} \quad \text{Equação 2.7}$$

Esta variável é a única das três na qual o processo de solidificação não possui controle, pois ela depende da taxa de resfriamento, do material e de outros fatores. Uma forma de obter este parâmetro é obtendo os dois parâmetros mencionados anteriormente, já que a Equação 2.3 correlaciona todos estes. Este gradiente é a diferença da temperatura da parte sólida em relação à parte ainda no estado líquido.

Segundo Garcia (2001), no processo de solidificação unidirecional o aumento do gradiente térmico favorece o surgimento de grãos. Este gradiente, assim como a velocidade de solidificação, vai decaindo com o decorrer do processo, pois tende sempre ao equilíbrio de temperatura.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia experimental para as análises das ligas utilizadas neste trabalho consiste nas seguintes etapas: *i.* Cálculo das massas (estequiometria), corte dos metais puros, decapagem e pesagem; *ii.* Primeira fusão e homogeneização da liga em forno tipo mufla com aferição térmica; *iii.* Montagem da lingoteira, inserção dos termopares e acoplamento no dispositivo de solidificação; *iv.* Vazamento dos metais fundidos na lingoteira; *v.* Solidificação natural e posterior refusão, no dispositivo de solidificação; *vi.* Início do experimento com a refrigeração da chapa molde e registro dos dados térmicos; *vii.* Cortes longitudinais e transversais do lingote solidificado, retirando as amostras necessárias para análise metalográfica, microscopia óptica e eletrônica de varredura, e de segregação (fluorescência de raio-X; *viii.* Obtenção dos corpos de prova para determinação dos módulos elásticos via Sonelastic; *ix.* Análise e tabulação dos resultados experimentais para posterior interpretação. O fluxograma do procedimento experimental é apresentado na Figura 3.1.



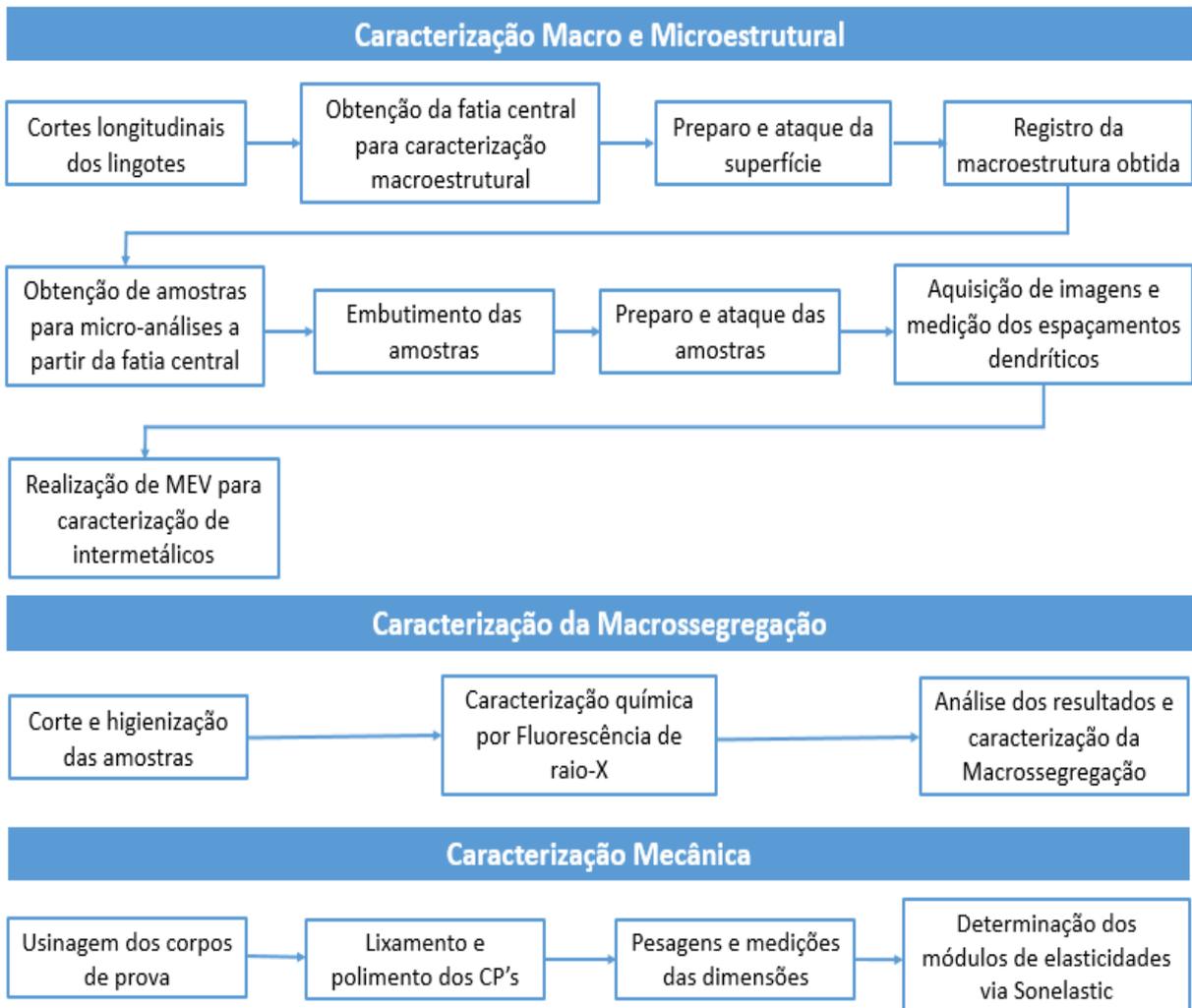


Figura 3.1: Fluxograma do procedimento experimental.

### 3.1 CÁLCULOS ESTEQUIOMÉTRICOS, CORTES E PESAGENS

Para a realização dos cálculos estequiométricos as amostras de metais, comercializadas como puros, foram submetidas a análises quali-quantitativas através de espectrofotometria de fluorescência de raios X por energia dispersiva, EDX-XDF 720 da Shimadzu, capaz de realizar análises de elementos em baixas concentrações desde o Na11 a U92. Os principais elementos encontrados no alumínio e no níquel e seus teores estão apresentados na Tabela 3.1. Tais concentrações foram levadas em consideração no balanço de massa, assim como a massa específica do soluto e solvente e o volume da lingoteira. O Anexo I apresenta os cálculos realizados na estequiometria dos metais.

Tabela 3.1: Composição química do alumínio e níquel utilizados para a fabricação dos lingotes.

Metal	Composição (% em peso)					
	Al	Ni	Fe	S	Ca	Outros
Alumínio	99,84	0,00	0,07	0,02	0,00	0,07
Níquel	0,03	98,69	0,14	0,00	0,58	0,57

Utilizou-se serra de fita circular, fabricação Starrett, modelo St-3720, com boa capacidade de refrigeração para realizar os cortes dos metais. Após os cortes, os metais foram decapados com solução aquosa de hidróxido de sódio a 10% a 60°C e pesados em balança eletrônica Balmak, linha Brasil, com capacidade máxima de 5 Kg e mínima de 20 g com precisão de 1 g, necessária para o exato balanço de massas na elaboração de ligas (estequiometria).

### 3.2 PRIMEIRA FUSÃO E HOMOGENEIZAÇÃO DA LIGA COM AFERIÇÃO TÉRMICA DA COMPOSIÇÃO

Os metais previamente pesados foram colocados em cadinho de grafite ligado a carbono AGF-8, da Salamander GF, com capacidade de 0,9 L e levados ao forno tipo mufla, da Elektro Therm, modelo Linn, com temperatura máxima de trabalho de 1200 °C, interior revestido de placas refratárias e controle de temperatura, para a primeira fundição e homogeneização da liga analisada.

O cadinho foi previamente revestido com material refratário, cimento a base fibra cerâmica sílico-aluminosa QF-180, da Unifrax, para evitar a contaminação da liga, aumentar a durabilidade do cadinho e facilitar a limpeza do mesmo após os experimentos.

Após fusão dos metais, a liga foi agitada com ajuda de haste de aço inoxidável, com a finalidade de melhorar a mistura dos componentes e a homogeneizar a temperatura, o cadinho foi retirado do forno e colocado em caixa de areia para realização da aferição da composição por via térmica, ou seja, obtenção da temperatura *liquidus* da liga. Utilizou-se termopar tipo K (chromel-alumel) com isolamento mineral e diâmetro de 1,5 mm da Ecil Temperatura Industrial que foi inserido no interior do metal líquido e aquisitor de dados da National Instruments modelo Hi-Speed USB Carrier. As temperaturas *liquidus* obtidas experimentalmente

e fornecidas via diagrama de fases da liga binária Al-Ni podem ser observadas na Tabela 3.2, uma curva típica de obtenção da temperatura *liquidus* é apresentada na Figura 3.2.

Tabela 3.2: Temperaturas de transformação para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni.

Ligas	Temperatura de Transformação (°C) Curva de Resfriamento	Temperatura de Transformação (°C) Diagrama de Fases
Al-8,5%Ni	681 ± 2%	695,0
Al-9%Ni	686 ± 2%	696,3

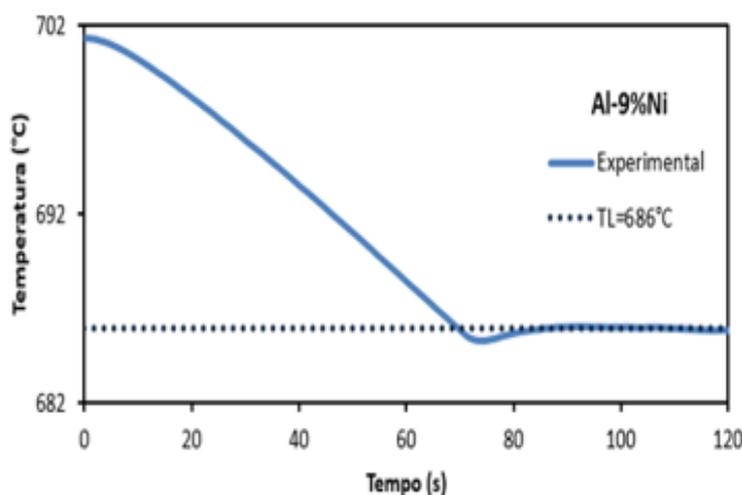


Figura 3.2: Típica curva de resfriamento evidenciando a obtenção da temperatura *liquidus*, através da formação do patamar.

Considerando o erro relativo aos termosensores utilizados, que é da ordem de 2% e a ocorrência da solidificação fora das condições de equilíbrio termodinâmico, uma vez que não houve tempo suficiente para possibilitar os movimentos atômicos por difusão, necessários para que toda fase sólida já formada e toda fase líquida remanescente atinjam a composição de equilíbrio para a temperatura em se encontram, considerou-se a estequiometria das ligas válida.

Obtida a temperatura *liquidus*, o cadinho foi recolocado no forno tipo mufla para a refusão e posterior vazamento na lingoteira.

### 3.3 PREPARO DA LINGOTEIRA

A lingoteira é composta por dois compartimentos, um atua como câmara refrigeradora, local pelo qual a água é recirculada com o objetivo que resfriar a liga e o outro, desenvolvido para receber a liga no estado líquido, definindo as dimensões do lingote e a quantidade de calor trocada através da interface metal/molde. A Figura 3.3 apresenta o desenho esquemático da lingoteira projetada para a solidificação unidirecional ascendente.

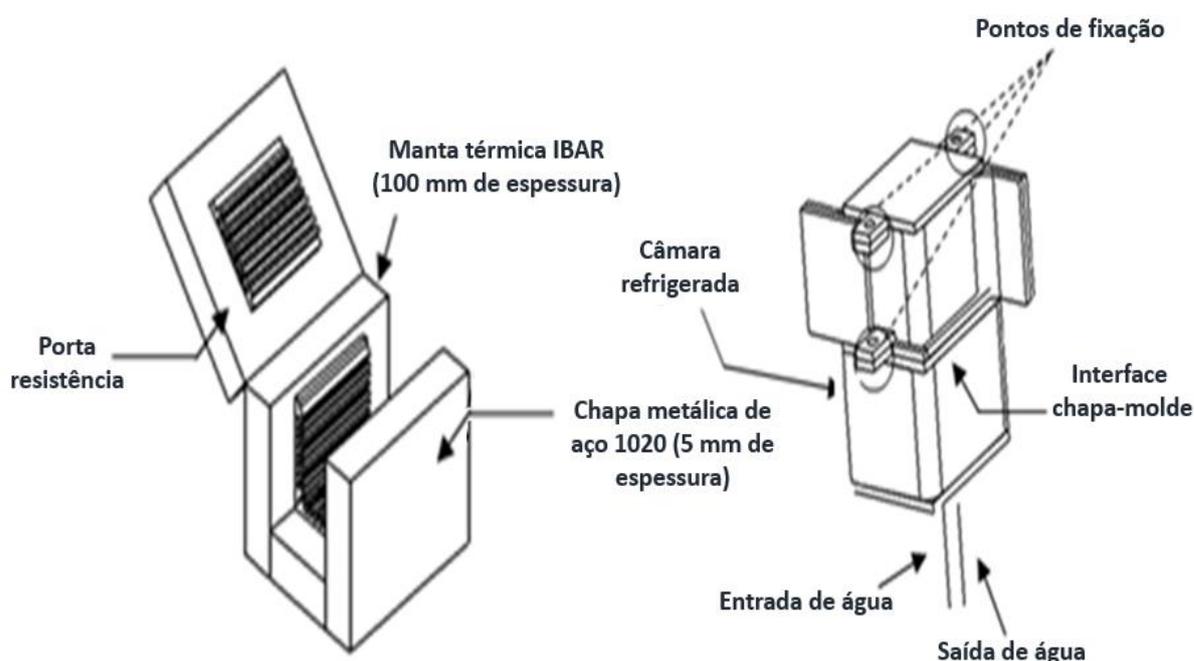


Figura 3.3: Desenho esquemático do (a) forno otimizado e da (b) lingoteira.

Inicialmente, foi necessária a aplicação de material refratário, cimento a base fibra cerâmica sílico-aluminosa QF-180, da Unifrax, nas paredes internas da lingoteira, com exceção da chapa-molde resfriada por água, impedindo a interação da liga fundida com a lingoteira e vazamentos do metal líquido entre as conexões, que são fixas por meio de parafusos.

Sete termopares tipo K com isolamento mineral e diâmetro de 1,5 mm da Ecil Temperatura Industrial previamente calibrados e soldados, já que a cada experimento perdem a ponta, foram posicionados na lingoteira a distâncias de 3 mm; 7 mm; 11 mm; 14,5 mm; 18,5 mm; 24,5 mm e 32,5 mm a partir da chapa-molde, conforme apresentado esquematicamente na Figura 3.4. Para aquisição dos dados utilizou-se o aquisitor da National Instruments modelo Hi-Speed USB Carrier, Ni USB-9162,

com configuração que permite leitura e aquisição direta de dados e o software Labview Gignal Express, do mesmo fabricante que realiza as medições em tempo real dos termopares e as transforma em dados digitais.

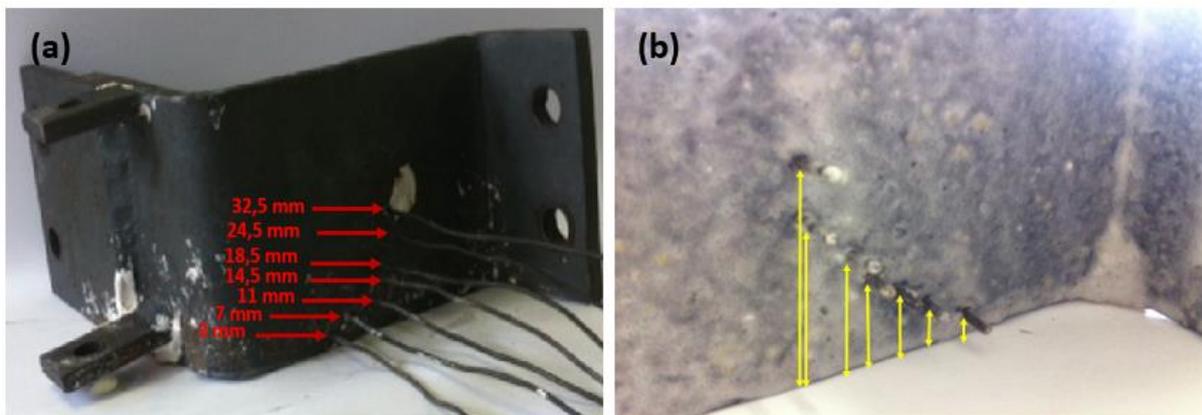


Figura 3.4: Esquema do posicionamento dos termopares no interior da lingoteira, (a) visão externa dos termopares inseridos em parte do compartimento da lingoteira e (b) visão interna do compartimento com os termopares após aplicação do desmoldante.

Após o preparo da lingoteira, a mesma foi posicionada no interior do forno e realizada as conexões das mangueiras de entrada e saída de água necessárias para a refrigeração do lingote. Para que a vazão de água durante o experimento fosse mantida constante, 4.000L/h, utilizou bomba de água submersa com eixo cerâmico, fabricada por Chuang Xing Electric Appliances Co., modelo PH-3500. Dois termopares utilizados como referência dos controladores de temperatura também foram posicionados dentro do forno, próximos aos porta resistências. A Figura 3.3 apresenta o esquema utilizado para a realização dos ensaios, com todos os aparatos utilizados durante o ensaio de solidificação unidirecional. O Forno e a lingoteira utilizados neste trabalho são os mesmos descritos em Gomes (2013).

### 3.4 VAZAMENTO DA LIGA FUNDIDA NA LINGOTEIRA DO DISPOSITIVO DE SOLIDIFICAÇÃO E REALIZAÇÃO DO EXPERIMENTO

Após a primeira fusão e homogeneização da liga, que ocorreu no forno tipo mufla, injetou-se gás argônio comprimido durante um minuto, a vazão de 4 L/min, com o objetivo de remover gases, sobretudo oxigênio, que provocam a formação de

porosidades na liga, o óxido formado foi removido com auxílio de espátula de aço inoxidável, recoberta por material refratário.

A liga fundida, isenta de óxido e gases, foi vertida suficientemente para completar o volume da lingoteira já montada no dispositivo de solidificação, e solidificada naturalmente para que houvesse a garantia de inexistência de convecção no líquido devido à turbulência do vazamento do metal durante o experimento, o forno não se encontrava previamente aquecido. Com o restante do material fundido que ainda restou no cadinho, obteve-se uma pastilha para a realização de uma aferição adicional da composição final das ligas via análise química de Fluorescência de raio-X. A Tabela 3.3 apresenta os elementos químicos identificados e suas composições. Essas análises apresentaram valores próximos aos previstos pelo cálculo estequiométrico o que possibilita admitir os teores originais como válidos.

Tabela 3.3: Composição química das ligas obtidas via FRX.

Ligas	Composição (% em peso)							
	Al	Ni	Fe	Si	Cr	Ca	S	Outros
Al-9%Ni	90,01	9,14	0,32	0,24	0,00	0,05	0,06	0,18
Al-8,5%Ni	90,56	8,46	0,42	0,28	0,03	0,03	0,05	0,17

Os elementos químicos, ferro, enxofre e cálcio são oriundos dos lingotes dos materiais puros, como pode ser verificado na Tabela 3.1, já a presença do silício pode ser explicada pela utilização do cimento a base fibra cerâmica sílico-aluminosa QF-180, da Unifrax, nas paredes da lingoteira e do cadinho.

Na sequência, o metal foi novamente fundido utilizando as resistências elétricas do próprio forno de solidificação até atingir uma temperatura superior à estipulada para o início do experimento, temperatura 5% acima da temperatura *liquidus*, quando o forno foi desligado e os cabos de força removidos da energia. Devido à inércia térmica das resistências elétricas, as temperaturas no metal líquido continuaram subindo, necessitando de alguns instantes para alcançarem o equilíbrio com posterior queda gradual das temperaturas.

No instante em que a temperatura alcançou a temperatura estipulada para o início do experimento, 3% superior à temperatura *liquidus*, foi acionada a refrigeração forçada. O contato da água com a chapa-molde promoveu o resfriamento até a solidificação do volume total do metal líquido e foi mantida até que não houvesse

possibilidade de refusão por conta de inércia térmica. Todo o monitoramento e registros térmicos foram feitos através dos sete termopares inseridos ao longo da lingoteira a partir da chapa-molde e com o sistema de aquisição de dados.

As ligas desenvolvidas para este estudo são pertencentes ao sistema binário Al-Ni, Al-8,5%Ni e Al-9%Ni. Estas foram submetidas a dois critérios de aferição da composição do soluto: uma aferição térmica e uma aferição química. A primeira diz respeito à correção do teor de soluto desejado tomando como referência a linha de transformação *liquidus* fornecida pelos diagramas de fases em equilíbrio do sistema binário Al-Ni, apresentado na Figura 1.1.

Para a aferição química foram retiradas amostras de cada liga produzida experimentalmente e, analisadas segundo a técnica de espectrofotometria de fluorescência de raios-X por energia dispersiva, EDX-XDF 720 da Shimadzu, que permite uma aferição adicional da composição final das ligas produzidas. A Tabela 4.3 apresenta os resultados das aferições químicas realizadas nas amostras das ligas produzidas.

### 3.5 DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DAS VARIÁVEIS TÉRMICAS

As variáveis térmicas ( $V_L$  e  $\dot{T}$ ) podem ser determinadas experimentalmente a partir das curvas de perfil térmico, também chamadas de curvas de resfriamento, obtidas do registro das temperaturas medidas pelos termopares durante a evolução do processo de solidificação. Os procedimentos para tal, estão descritos abaixo:

As velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), para todas as ligas estudadas foram determinadas por meio das derivadas das funções  $P=f(t)$ , ou seja,  $V_L = dP/dt$ . As funções  $P=f(t)$  foram obtidas experimentalmente a partir das interseções das retas de cada temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares ( $P$ ), ou seja, a partir da  $T_L$  das ligas traça-se uma reta paralela ao eixo dos tempos indicados no gráfico que representa os perfis térmicos, Figura 3.3. Pelas interseções dessa reta com os perfis térmicos obtém-se o tempo correspondente. Esse tempo pode ser definido como o tempo de passagem da isoterma *liquidus* em cada posição dos termopares. Os resultados dos pares ordenados ( $P,t$ ), obtidos a partir do procedimento em questão, permitem traçar um gráfico experimental da posição da isoterma *liquidus* em função do tempo, conforme

a Figura 3.5.

A taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) para cada posição dos termopares foi obtida experimentalmente a partir das interseção da reta de temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares, através do resultado do quociente da leitura direta das temperaturas imediatamente antes e depois da  $T_L$  e dos tempos correspondentes, ou seja,  $\dot{T} = \Delta T / \Delta t$ , conforme apresentado na Figura 3.5.

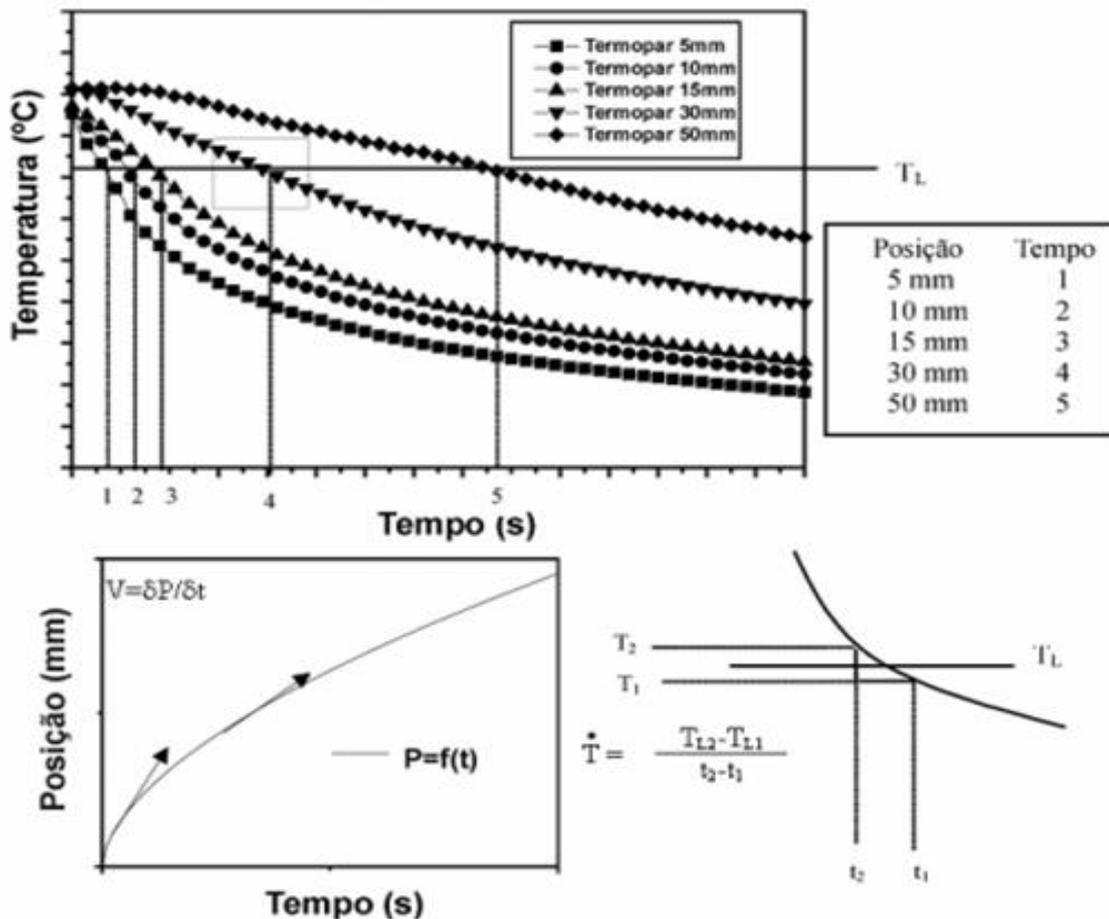


Figura 3.5: Esquema representativo para determinação das variáveis térmicas  $V_L$  e  $\dot{T}$ .

Os gradientes térmicos são obtidos a partir dos valores experimentais da velocidade e da taxa de resfriamento, pela relação  $\dot{T} = G_L \cdot V_L$ .

### 3.6 CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL

Para a realização da caracterização macro e microestrutural realizaram-se

cortes nos lingotes obtidos experimentalmente, conforme esquema ilustrativo apresentado na Figura 3.6. Pode-se observar que todas as amostras utilizadas para este fim são obtidas a partir do centro do lingote, evitando a perda de direcionalidade da estrutura devido à fuga de calor pelas paredes laterais da lingoteira, nos sentidos longitudinais e transversais ao fluxo de calor.

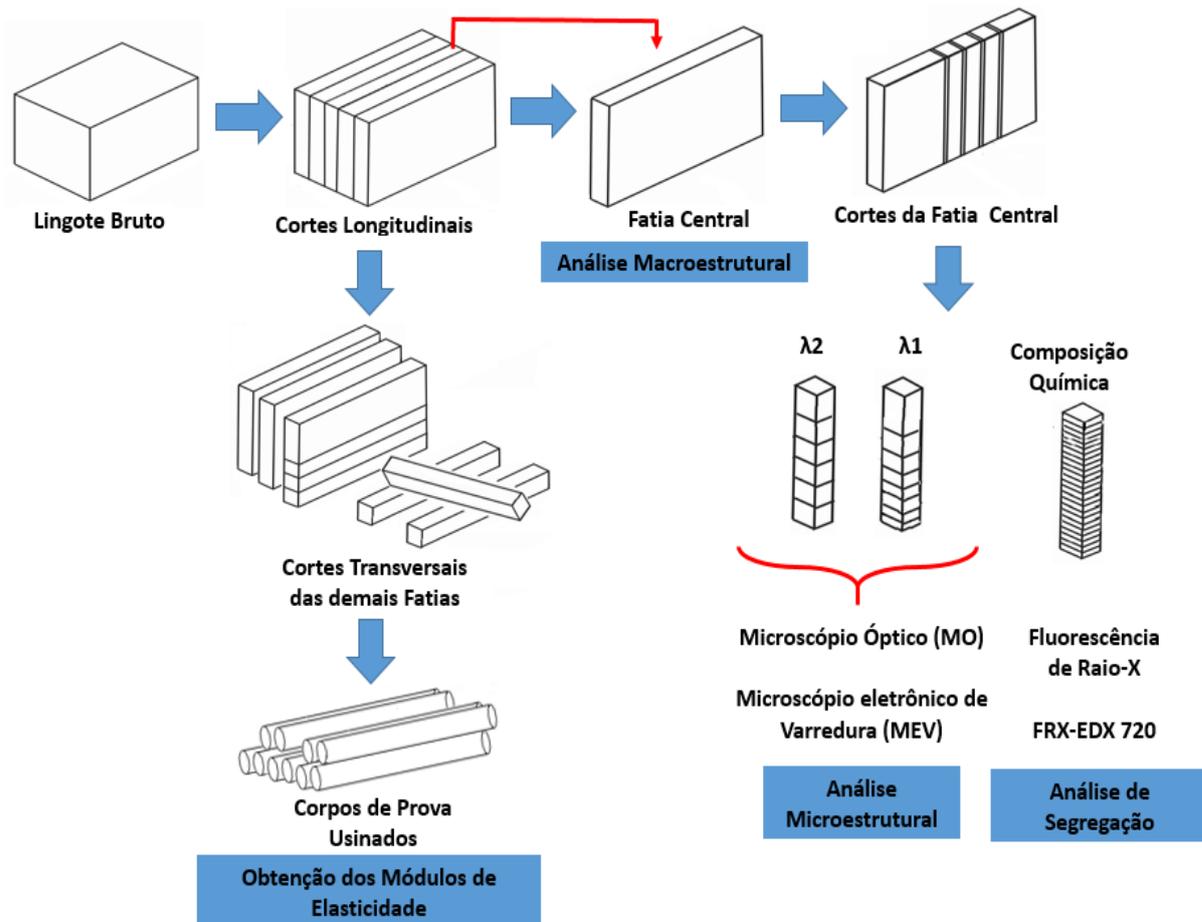


Figura 3.6: Esquema ilustrativo da sequência dos cortes necessários para as análises macro e microestrutural.

Os cortes foram realizados em serra de fita circular, fabricação Starrett, modelo St-3720 e, em cut-off de precisão da struers, modelo Secotom-15, utilizando disco de corte 30 A 20 com espessura de 0,8 mm. Os cortes na serra de fita foram realizados com baixa velocidade de avanço da serra, de forma a minimizar a perda de material durante o procedimento, que foi registrada em torno de  $1,4 \pm 0,2$  mm. Refrigeração contínua foi utilizada para evitar mudanças microestruturais, ocasionada pela elevação de temperatura.

### **3.6.1 Procedimento Metalográfico para Caracterização Macroestrutural**

Após os cortes longitudinais, realizados em serra de fita, obteve-se o centro do lingote, que foi lixado manualmente com lixa d'água, na sequência de crescimento da granulometria: 80, 100, 220, 320, 400 e 600  $\mu$ mesh, para posterior ataque químico.

O reagente químico utilizado, sugerido pela ASM Metals Handbook, foi solução aquosa de 10% de NaOH; a superfície a ser analisada foi imersa de 5 a 15 min na solução cáustica aquecida entre 60°C a 70°C e lavadas em sequência com água corrente.

### **3.6.2 Procedimento Metalográfico para Caracterização Microestrutural**

Após o registro da macroestrutura, foram retiradas três amostras do centro do lingote com o auxílio da cut-off de precisão, conforme esquema apresentado na Figura 3.6. As duas amostras centrais foram destinadas à análise microestrutural, através da determinação dos espaçamentos dendríticos primários,  $\lambda_1$ , e secundários,  $\lambda_2$ .

Para a determinação dos espaçamentos dendríticos primários, os cortes foram feitos nas posições 3 mm; 7 mm; 11 mm; 14,5 mm; 18,5 mm; 24,5 mm e 32,5 mm a partir da chapa-molde, já para a determinação dos secundários, os cortes foram feitos a cada 10 mm, sendo as medidas realizadas a cada 3 mm, a Figura 3.7 apresenta um esquema das superfícies a serem preparadas após os cortes; todas as amostras foram identificadas e embutidas a frio com resina poliéster Maxi Rubber.

Utilizou-se o método do triângulo proposto por Gunduz (2002) para obtenção das medidas diretas dos espaçamentos dendríticos primários, este aplica o critério de vizinhança que considera o valor do espaçamento primário igual à distância média entre o centro geométrico das dendritas, as medições foram realizadas sobre a seção transversal (perpendicular ao fluxo de calor) da amostra.

Para a determinação dos espaçamentos dendríticos secundários utilizou-se o procedimento proposto por McCartney e Hunt (1981), este baseia-se em calcular o valor de  $\lambda_2$  pela média das distâncias entre os braços secundários adjacentes (ramificações secundárias) sobre a seção longitudinal (paralela ao fluxo de calor ou direção de crescimento) de uma ramificação dendrítica primária, onde  $n$  é o número de braços secundários. Os métodos utilizados para as medições dos

parâmetros microestruturais encontram-se esquematizados na Figura 3.8.

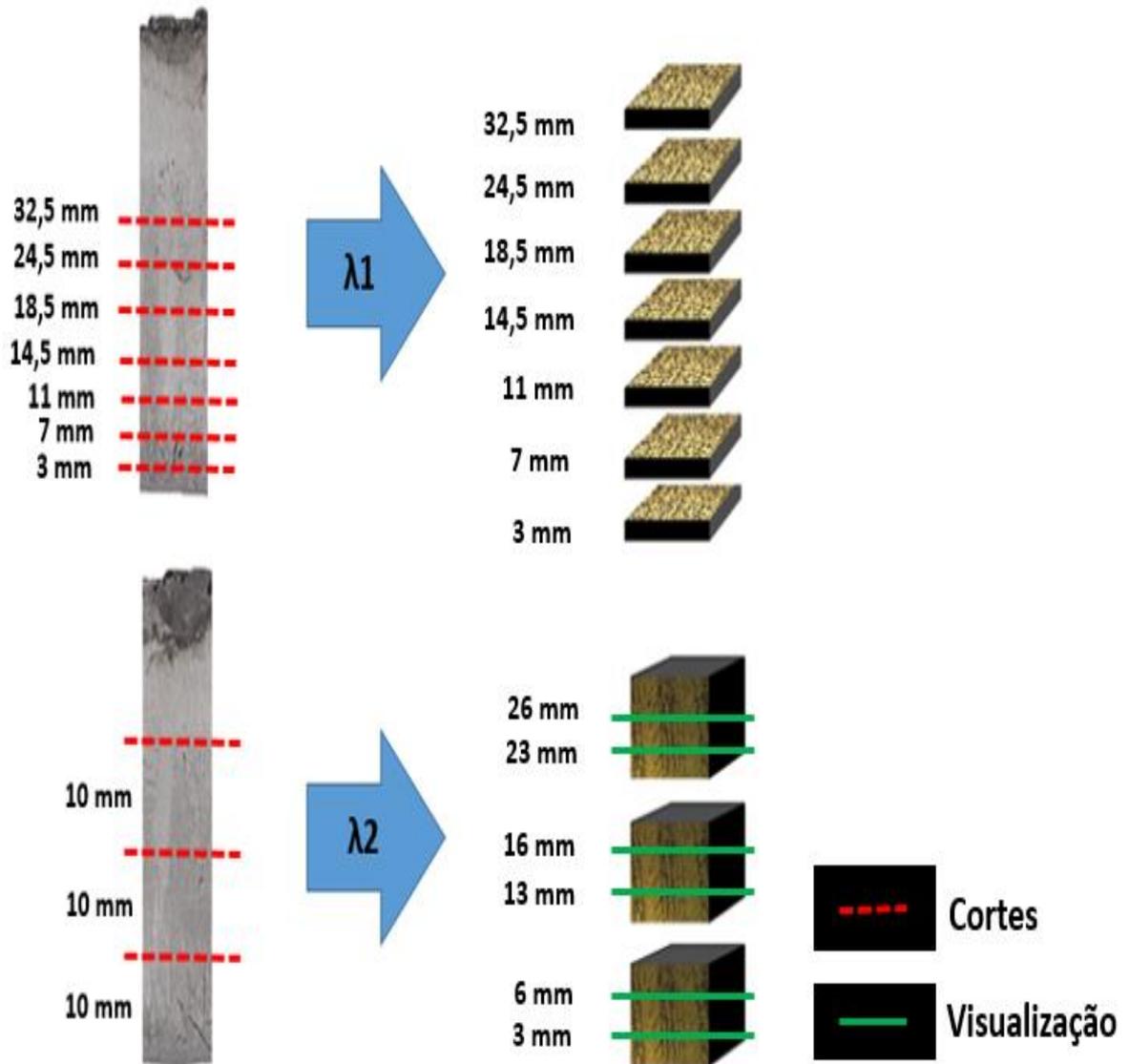


Figura 3.7: Representação esquemática das superfícies que sofreram preparação para a quantificação dos espaçamentos dendríticos.

Nestes métodos, foram realizadas de 30 a 40 medições de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  para cada posição, sendo que ao final obteve-se a média dos valores e o intervalo de dispersão.

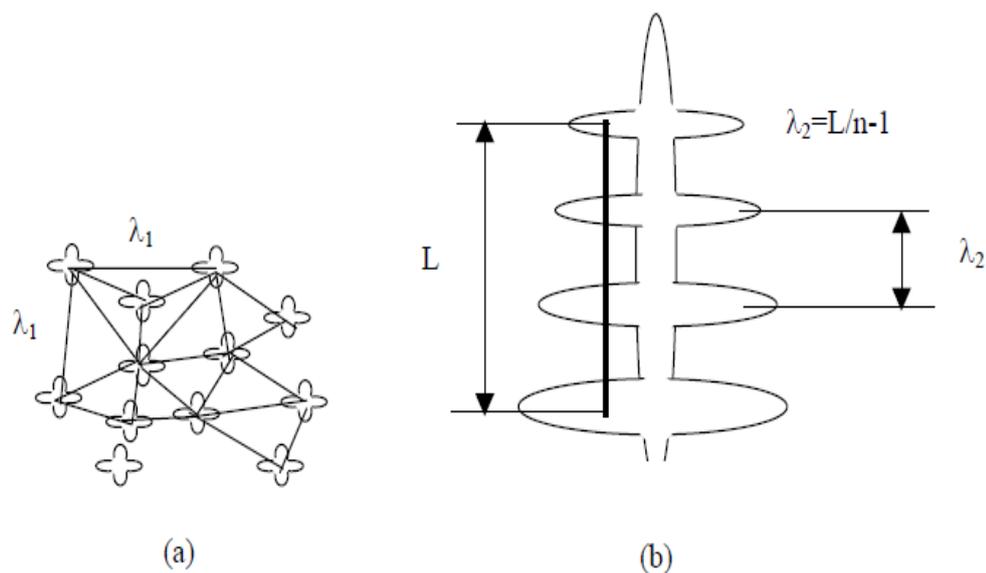


Figura 3.8: Esquema representativo da técnica utilizada para quantificar os espaçamentos interdendríticos: (a) seção transversal de uma estrutura dendrítica para quantificação de  $\lambda_1$  e (b) seção longitudinal de uma estrutura dendrítica para medição de  $\lambda_2$ .

### 3.6.3 Procedimento Metalográfico para Caracterização Microestrutural em MEV

Para a realização da microscopia eletrônica de varredura (MEV), as mesmas amostras utilizadas para a caracterização microestrutural foram novamente lixadas, polidas e atacadas com o reagente químico Poulton modificado, composto por 60% de HCl, 30% de HNO<sub>3</sub>, 5% de HF e 5% de H<sub>2</sub>O destilada, durante 10s.

O MEV utilizado para as análises foi o FEI QUANTA 450, do Laboratório de Geocronologia do Instituto de Geociências da Universidade de Brasília, neste realizaram análises de EDS (espectrometria de energia dispersiva de raios-x), SEM (elétrons secundários) e BKS (elétrons retro espalhados). O primeiro é utilizado para determinar elementos químicos presentes em um ponto específico da amostra, conforme apresentado na Figura 3.9, seu princípio de funcionamento baseia-se em medir a energia associada a cada elétron dos átomos e íons, que são constantemente excitados pelo feixe de elétrons incidente do equipamento. O SEM fornece a topografia do material e o BKS a diferença de composição química em tons de cinza.

Como as amostras encontravam-se embutidas em resina polimérica e a técnica exige condução pela amostra a ser analisada, utilizou-se fita de carbono com a finalidade de permitir a condução dos elétrons incidentes entre o porta amostra e a amostra.

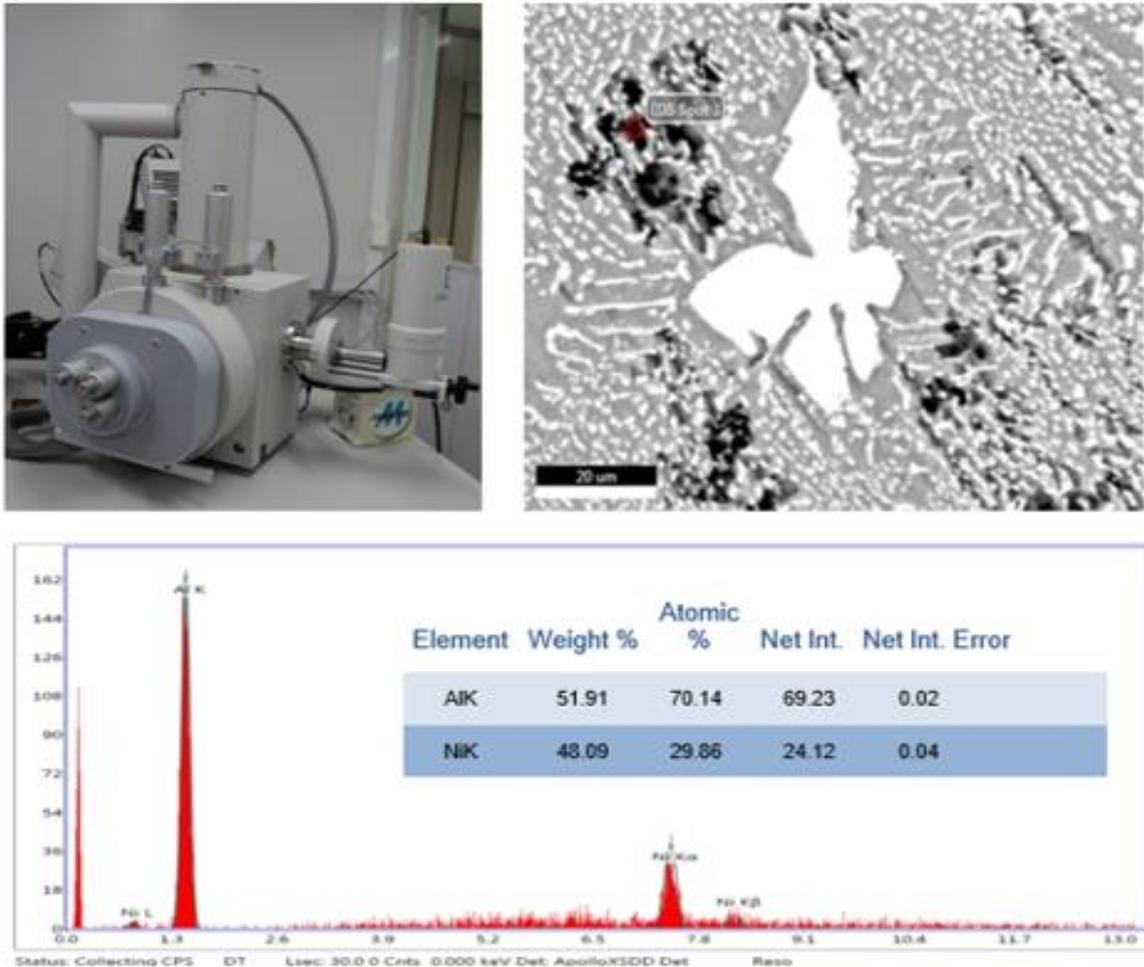


Figura 3.9: Equipamento FEI QUANTA 450 utilizado na caracterização e resultado de uma análise de EDS realizado no mesmo.

### 3.7 CARACTERIZAÇÃO DA MACROSSEGREGAÇÃO

Para a caracterização da macrossegregação de soluto ao longo do comprimento do lingote, utilizou-se amostra obtida do centro do lingote, conforme esquema ilustrativo dos cortes apresentados na Figura 3.4. Os cortes com espessura de aproximadamente 3 mm foram realizados em cut-off de precisão da struers, utilizando disco de corte 30 A 20 com espessura de 0,8 mm, sob constante

refrigeração.

Após a realização dos cortes, as amostras foram devidamente identificadas e limpas em ultrassom e álcool. Os perfis de segregação de soluto experimentais foram obtidos através da técnica de espectrometria de fluorescência de raios x.

### 3.8 DETERMINAÇÃO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE OU DE YOUNG

A determinação do módulo de elasticidade, também conhecido como Módulo de Young, foi realizada por meio de uma linha de soluções em instrumentação conhecida como Sonelastic, baseado na técnica de excitação por impulso (TEI), que é um ensaio não destrutivo, fundamentada nas frequências naturais de vibração e normatizada pela ASTM-E1876 e correlatas.

Como o Sonelastic caracteriza qualquer material rígido com formatos regulares, usinou-se os corpos de prova, em torno Imor, modelo RN-400 com refrigeração, obtidos a partir dos lingotes produzidos experimentalmente, com formato cilíndrico, conforme as dimensões apresentadas na Figura 3.10. Após a usinagem, os mesmos foram lixados seqüencialmente pelas lixas de granulometria 100, 220, 320, 400, 600 e 1200  $\mu$ mesh e polidos com flanela.

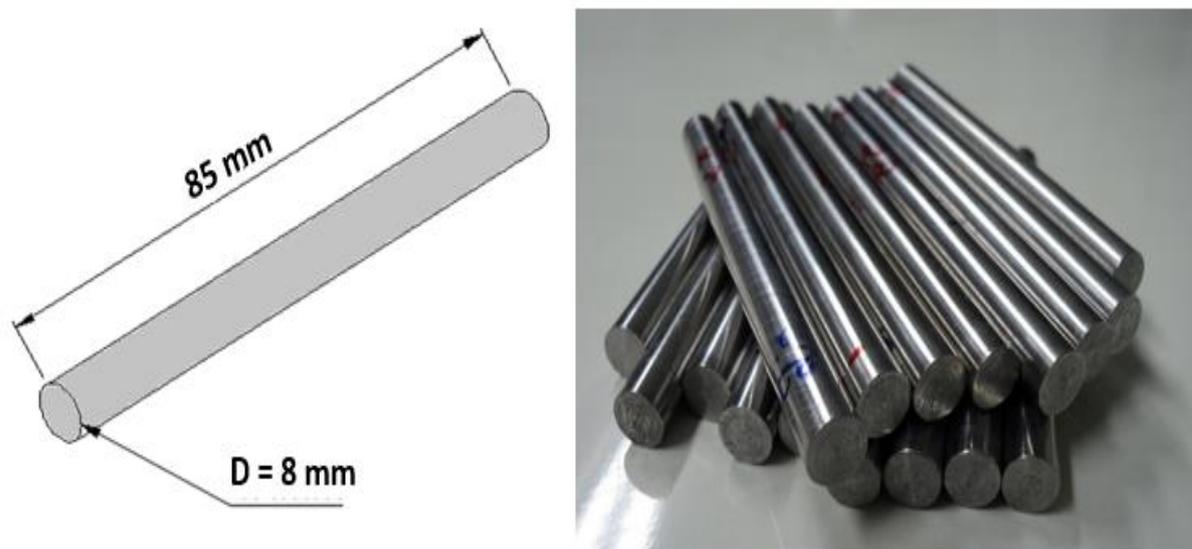


Figura 3.10: Corpo de prova utilizado para ensaio não destrutivo de excitação por impulso.

As soluções Sonelastic são formadas por unidade de processamento, um suporte que depende da geometria e das dimensões da amostra e de acessórios como o captador acústico (microfone) e o sistema pulsador Sonelastic IED, para excitação de forma automática dos corpos de prova.

O princípio de funcionamento do Sonelastic é simples, já que os materiais ao receberem impulsos mecânicos (golpeados) emitem sons característicos que dependem de suas propriedades elásticas, dimensões e massa. Esta técnica é 10 vezes mais precisa do que os ensaios mecânicos destrutivos, seu processo de medição é rápido e prático, além de permitir caracterizações em função da temperatura (COSSOLINO e PEREIRA, 2010).

O cálculo dos módulos elásticos tornam-se imediatos conhecendo as dimensões, a massa e as frequências naturais de vibração; para mensurar os dois parâmetros iniciais, utilizou-se paquímetro eletrônico digital com faixa de medição que vai de 0 a 150 mm e resolução de 0,01 mm da Stainless Hardened, micrômetro Tesa da Tesamaster que realiza medidas de até 25 mm, com incerteza de 0,001 mm, e balança analítica Unibloc da Shimadzu, modelo AUY 220, com capacidade máxima de 220g e mínima de 0,1 mg.

No Anexo II estão apresentados os comprimentos e diâmetros dos corpos de prova, que foram mensurados em 3 pontos distintos, nas extremidades e centro dos corpos de prova, assim como suas respectivas incertezas ou desvios padrões (valores que fornecem as incertezas nos módulos de elasticidade). Utilizou-se o modo de aquisição automático e a análise "Single Flexural" que exige o conhecimento apenas da frequência flexional e da Razão de Poisson. Como as ligas estudadas foram desenvolvidas experimentalmente não sendo apresentada pela literatura, utilizou-se a Razão de Poisson de 0,33, a mesma do alumínio puro e de algumas ligas suas. O ensaio foi realizado 10 vezes para cada corpo de prova ao abrigo de ruídos excessivos, que podem comprometer a análise da resposta acústica. As curvas características fornecidas pelo ensaio de excitação por impulso são apresentadas na Figura 3.11 (b).

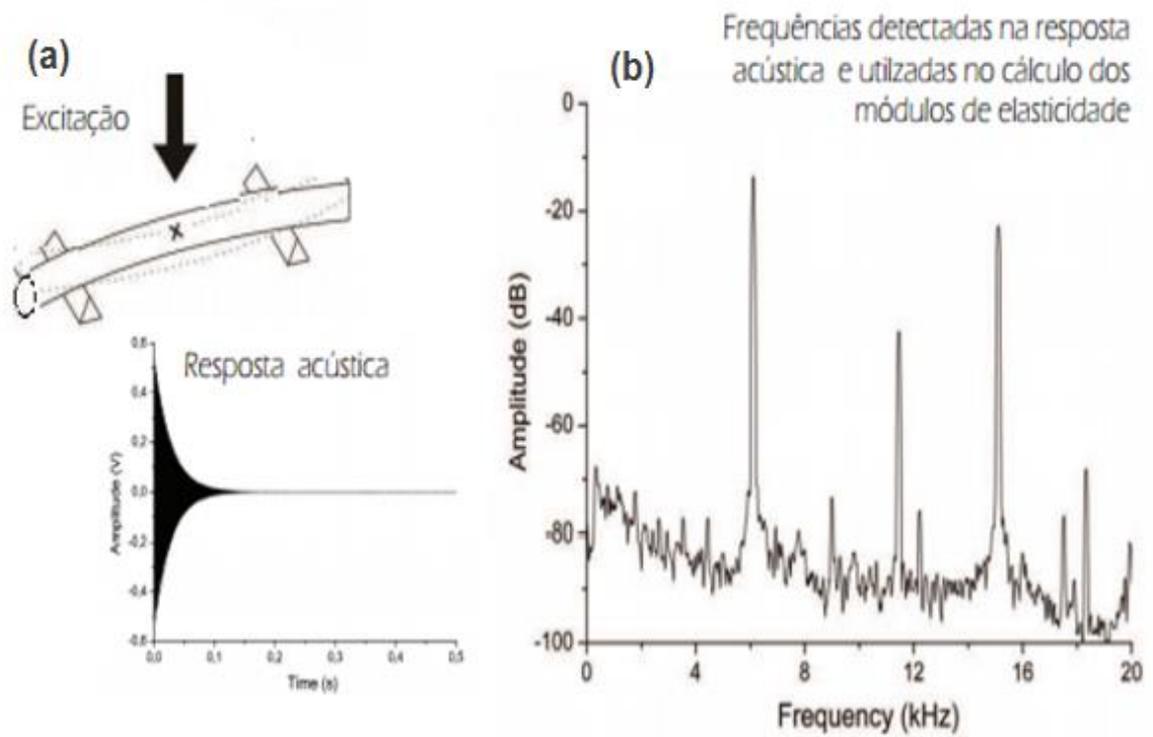


Figura 3.11: Curvas características do ensaio de excitação por impulso fornecidas pelo Sonelastic, (a) Esquema experimental e (b) espectro sonoro obtido.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 DETERMINAÇÃO DAS VARIÁVEIS TÉRMICAS DE SOLIDIFICAÇÃO

Para cada liga solidificada foram obtidos as curvas de resfriamento considerando seis posições dos termopares inseridos na lingoteira, através dos quais foram determinados experimentalmente as velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), as taxas de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e os gradientes térmicos ( $G$ ).

#### 4.1.1 Curva de Resfriamento das Ligas

As Figuras 4.1 e 4.2 apresentam os perfis térmicos ou curvas de resfriamento das ligas, Al-8,5%Ni e Al-9%Ni, obtidas experimentalmente, por intermédio do registro e monitoramento da variação da temperatura em função do tempo, utilizando-se dos equipamentos e procedimentos citados no capítulo anterior. Os termopares foram posicionados em posições específicas a partir da chapa-molde, dentro da lingoteira com o propósito de registrar o histórico térmico em cada uma dessas posições.

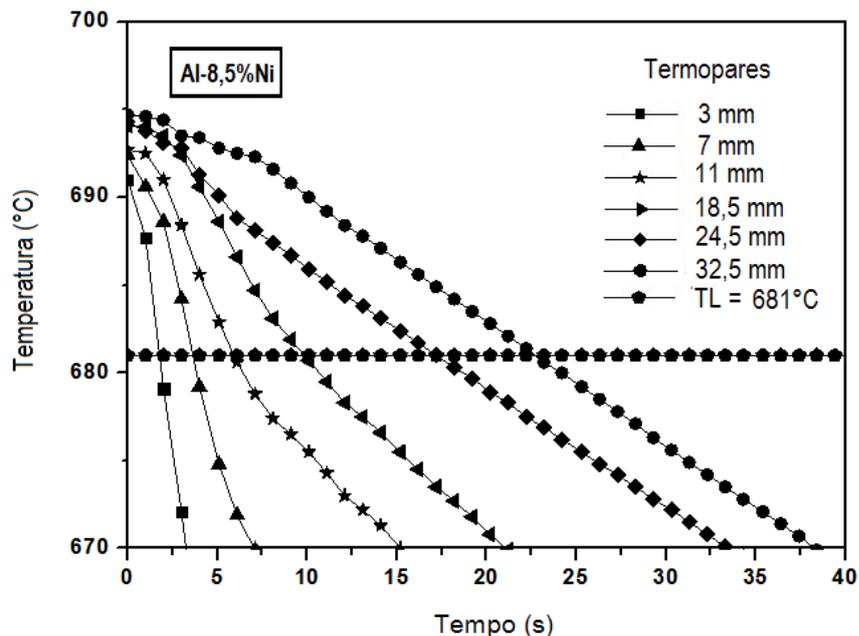


Figura 4.1: Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior da lingoteira durante o processo de solidificação unidirecional para liga Al-8,5%Ni.

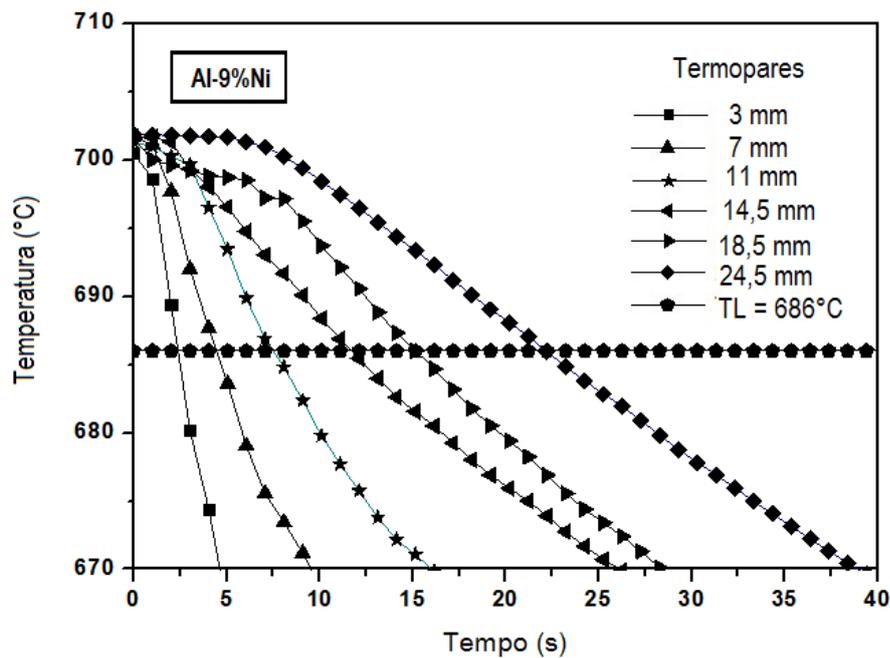


Figura 4.2: Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior da lingoteira durante o processo de solidificação unidirecional para liga Al-9%Ni.

A partir dos perfis térmicos foi possível obter o tempo de passagem da isoterma *liquidus* ( $t_L$ ) para cada uma das ligas e em cada posição específica. Observa-se pelas Figuras 4.1 e 4.2 que quanto mais distante da chapa-molde ou interface Metal/Molde, estiver posicionado o termopar, maior será o tempo por ele registrado.

#### 4.1.2 Tempo de Passagem da Isoterma *Liquidus* em Relação às Posições Específicas

Os pontos de intersecção entre a temperatura *liquidus* e os perfis térmicos, apresentados nas Figuras 4.1 e 4.2, permitem determinar, para cada posição de termopar, um par Posição x Tempo. Portanto, cada uma das ligas propiciou seis pontos, que foram plotados e aparecem ilustrados na Figura 4.3.

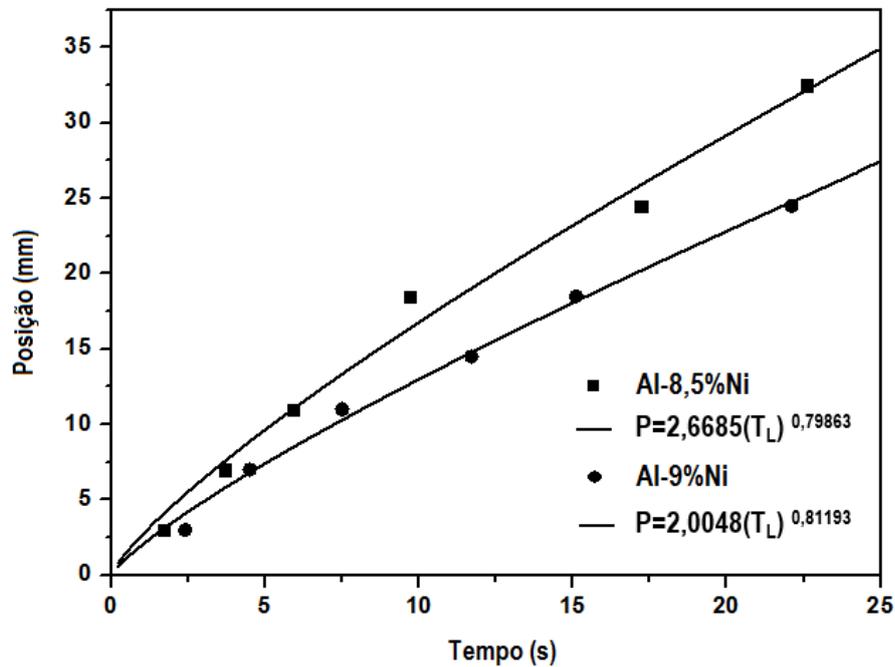


Figura 4.3: Posição da isoterma *liquidus* a partir da chapa-molde ou interface metal/molde em função do tempo, para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni solidificadas unidirecionalmente e suas leis experimentais.

O registro térmico realizado para cada posição dos termopares a partir da chapa-molde, permitiu detectar que para uma mesma liga, quanto mais próximo da chapa-molde estiverem posicionados os termopares, menores serão os tempos ou os intervalos de solidificação registrados. Este fato se explica pela menor resistência dada a transferência de calor na posição mais próxima a chapa-molde, ou seja, quanto mais distante desta, há um maior volume de metal que proporciona dificuldade a extração de carga térmica, o que traduz-se por velocidades mais baixas de extração de calor.

As leis experimentais que permitem a estimativa do tempo de passagem da isoterma *liquidus* para as ligas estudadas, em função das posições específicas, a partir dos pontos experimentais, são apresentadas no formato de potência, conforme a Equação 4.1.

$$P = C. (t_L)^n \tag{Equação 4.1}$$

Onde: P = posição específica em estudo (mm);

C = valor constante para cada liga, resultante de coeficientes da equação;  
 $t_L$  = Tempo de passagem da isoterma *liquidus* numa posição (s);  
n = expoente.

#### 4.1.3 Obtenção das Velocidades de Deslocamento da Isotherma *Liquidus*

As velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus* foram obtidas derivando-se as leis experimentais, que preveem o tempo de passagem da isoterma *liquidus*, em função do tempo, que após breve manipulação analítica pode-se chegar a equação da velocidade, conforme apresentado na Figura 4.4.

A influência do teor de soluto da liga pode ser observado com a evolução da solidificação, no qual, quanto maior o teor de soluto, menor a velocidade de solidificação, obviamente em função das alterações de suas propriedades térmicas. O mesmo fenômeno foi observado para as ligas hipoeutéticas de alumínio-níquel estudadas por Canté (2009).

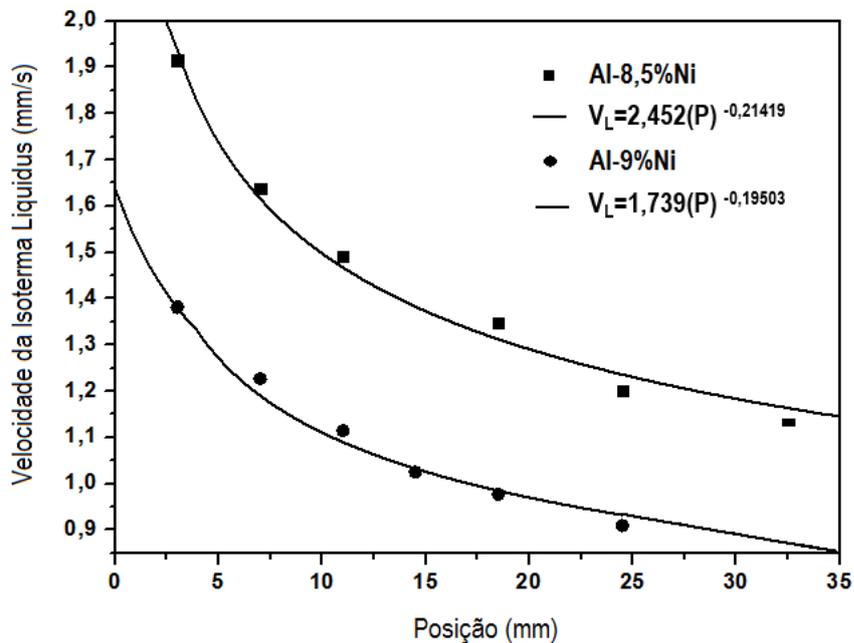


Figura 4.4: Evolução da velocidade da isoterma *liquidus*, em função da posição, para as ligas Al-9%Ni e Al-8,5%Ni.

A Figura 4.4 mostra que as velocidades mais altas de extração de calor são obtidas em posições mais próximas à chapa-molde, uma vez que, a derivada do perfil

das posições específicas em função do tempo (velocidade) vai decaindo com o decorrer do tempo, mostrando assim a alta eficiência na extração de calor nos instantes iniciais da solidificação.

#### 4.1.4 Determinação das Taxas de Resfriamento

A Figura 4.5 apresenta o comportamento experimental das taxas de resfriamento em função da posição da isoterma *liquidus*,  $\dot{T} = f(P)$ . Como esperado, os valores de  $\dot{T}$  são menores para posições mais afastadas da interface metal/molde.

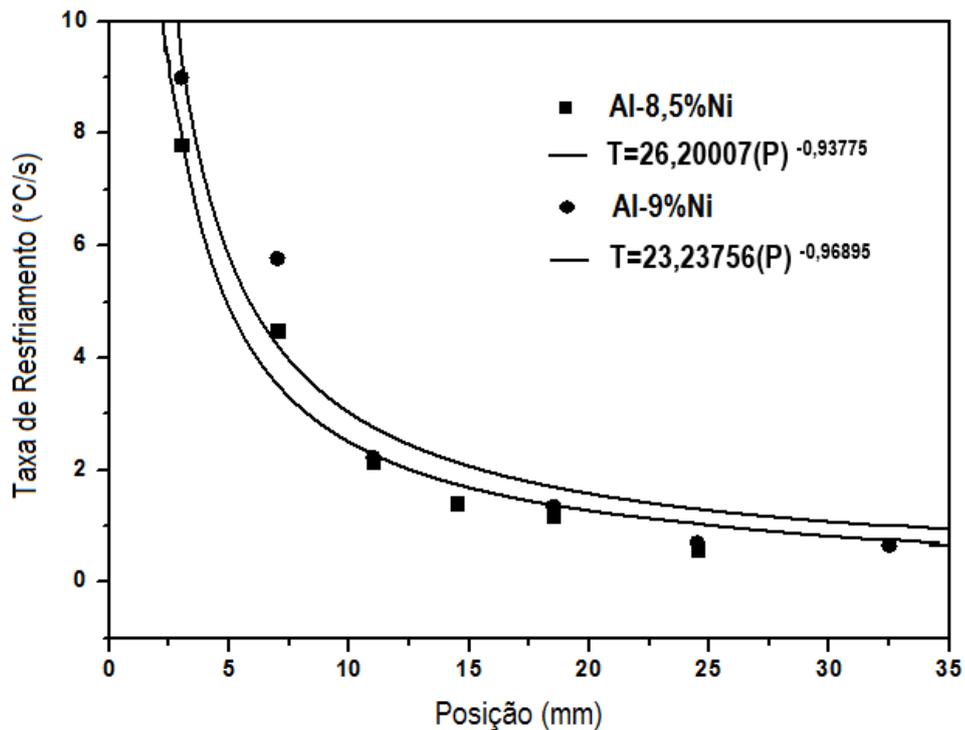


Figura 4.5: Taxa de resfriamento experimental em função da posição da isoterma *liquidus*, para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni solidificadas no dispositivo unidirecional vertical ascendente.

#### 4.1.5 Determinação dos Gradientes Térmicos Locais ( $G_L$ )

A Figura 4.6 apresenta os gradientes térmicos locais em função da posição da isoterma *liquidus* para as ligas AL-8,5%Ni e Al-9%Ni. Como este parâmetro não pode ser obtido experimentalmente como os anteriores, o mesmo foi obtido através da

relação  $\dot{T}=G_L V_L$ .

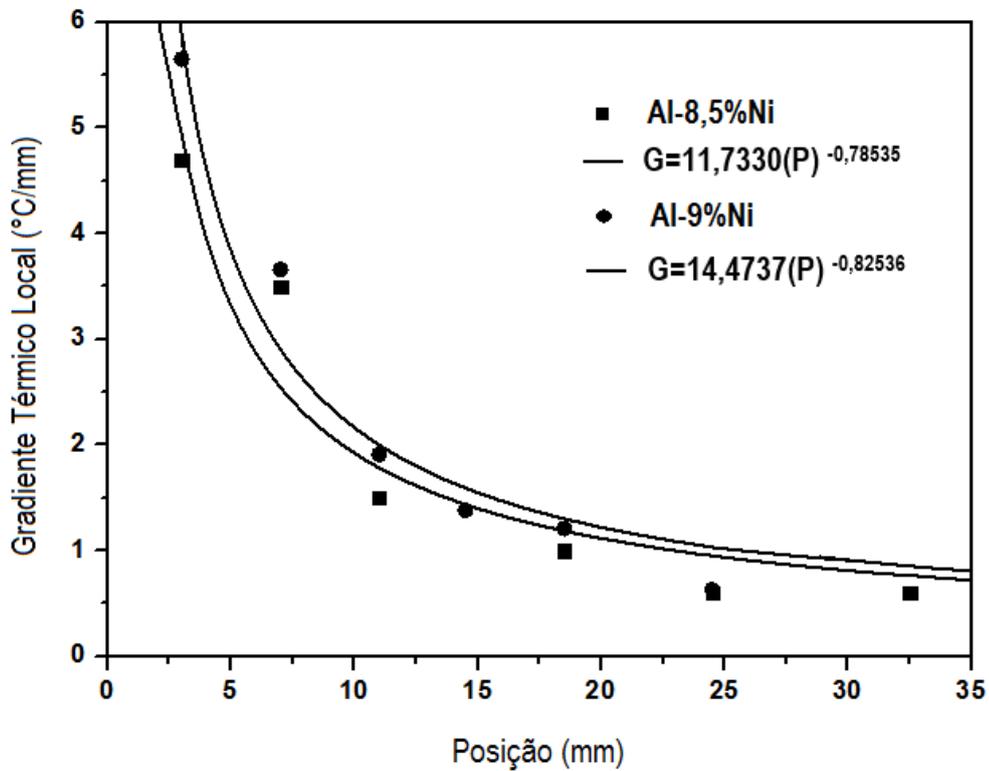


Figura 4.6: Gradientes térmicos locais versus Posições.

Pode-se observar um decaimento do gradiente térmico com o decorrer do processo de solidificação, ou seja, a medida que interface sólido-líquido se desloca ao longo do fundido há uma queda da variação de temperatura entre a fase sólida recém formada e o material ainda no estado líquido.

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO MACROESTRUTURAL

As Figuras 4.7 e 4.8 apresentam as macroestruturas da seção longitudinal das ligas de Al-8,5%Ni e Al-9%Ni solidificadas unidirecionalmente. Apenas cristais da fase primária  $Al_3Ni$ , presente na forma de “riscos”, e a estrutura eutética (matriz), composta por Al- $Al_3Ni$  são observadas.



Figura 4.7: Macroestruturas da seção longitudinal da liga Al-8,5%Ni.



Figura 4.8: Macroestrututra da seção longitudinal da Liga Al-9%Ni.

As macroestruturas não evidenciam a presença de macroporosidades nas ligas, apenas nas regiões próximas ao rechupe, áreas que serão descartadas para a realização das análises. Desta forma, pode-se concluir que a utilização do gás argônio com o objetivo de desgaseificar o metal líquido, impedindo a formação de poros, atendeu as expectativas, uma vez que as ligas de alumínio apresentam elevado incidência destas, como pode ser visualizado na Figura 4.9 que apresenta uma liga Al-9%Ni solidificadas unidirecionalmente, mas sem sofrer o procedimento de desgaseificação.

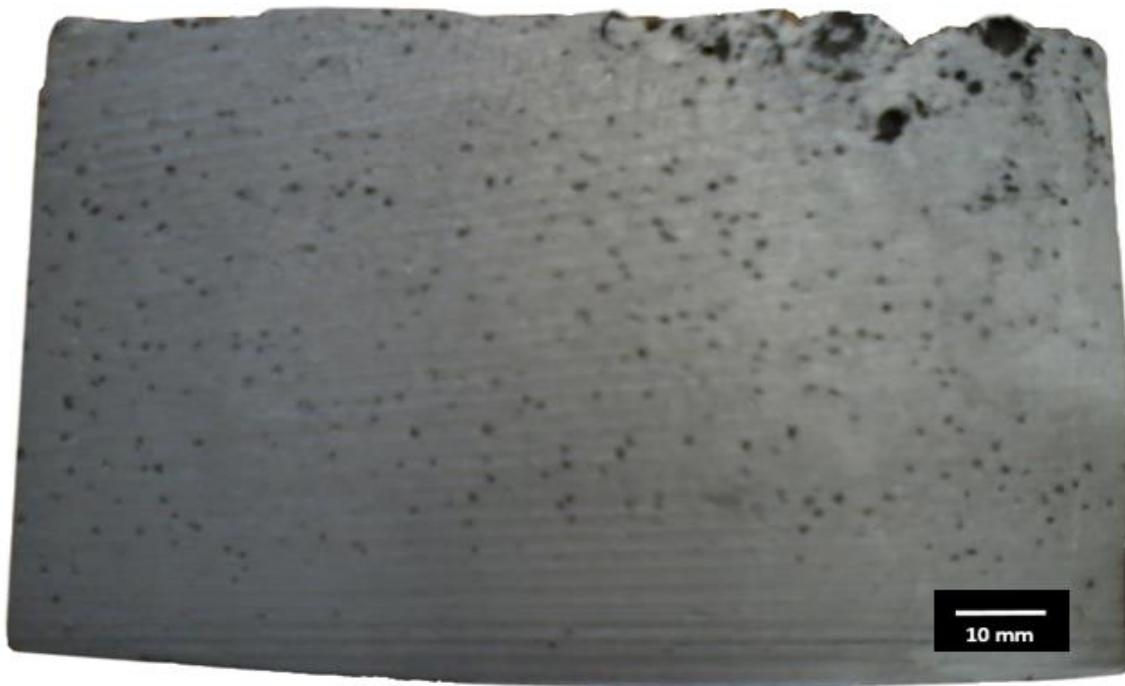


Figura 4.9: Presença de porosidade na liga de Al-9%Ni sem sofrer desgaseificação por argônio.

Nota-se a substituição ou camuflagem da fase coquilhada pela fase primária  $Al_3Ni$  na região próxima à superfície de retirada de calor, esta não se desenvolveu de forma direcional, como era de se esperar já que o experimento foi unidirecional, mas aleatória como pode ser observada em detalhes na Figura 4.10. A presença de cristais da fase primária de  $Al_3Ni$  nas regiões próximas a extração de calor, justifica-se pela segregação gravitacional, promovida devido às diferença de densidade da fase primária ( $\rho=3,95 \text{ Kg.m}^{-3}$ ) e do fundido ( $\rho=2,36 \text{ Kg.m}^{-3}$ ), fornecidas por Want *et al.*,

2008.



Figura 4.10: Detalhe da fase primária  $Al_3Ni$  desenvolvida de forma aleatória em região próxima e retirada de calor na liga Al-9%Ni.

Grãos colunares com boa direcionalidade no sentido vertical podem ser observados ao longo do lingote da liga Al-8,5%Ni, atestando a extração direcional do fluxo de calor. Esses grãos, na liga Al-9%Ni, apresentam um desvio de inclinação, que pode ser ocasionado devido a não homogeneidade da extração de calor ao longo da superfície metal/molde ou chapa molde.

### 4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

As microestruturas das ligas hipereutéticas de alumínio-níquel são constituídas por uma matriz eutética constituída por uma mistura de alumínio com o composto intermetálico  $Al_3Ni$  e uma fase primária do mesmo composto  $Al_3Ni$ , que constitui as dendritas (WANG *et al.*, 2008; LI *et al.*, 2007).

#### 4.3.1 Cristais de Fase Primária de $Al_3Ni$

As Figuras 4.11, 4.12 e 4.13 apresentam microestruturas das seções transversais das ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni e longitudinal da liga Al-9%Ni, respectivamente, todas a 3 mm da chapa-molde, obtidas via microscopia ótica com aumento de 50x. Nelas podem ser observados os cristais da fase primária visíveis como “riscos” em regiões próximas a retirada de calor nas macrografias, exibidas pelas Figuras 4.7 e 4.8. Estas estruturas também são visíveis na macrografia da liga Al-6,8%Ni obtida por Wang *et al.* (2008) solidificada sem aplicação de campo magnético.

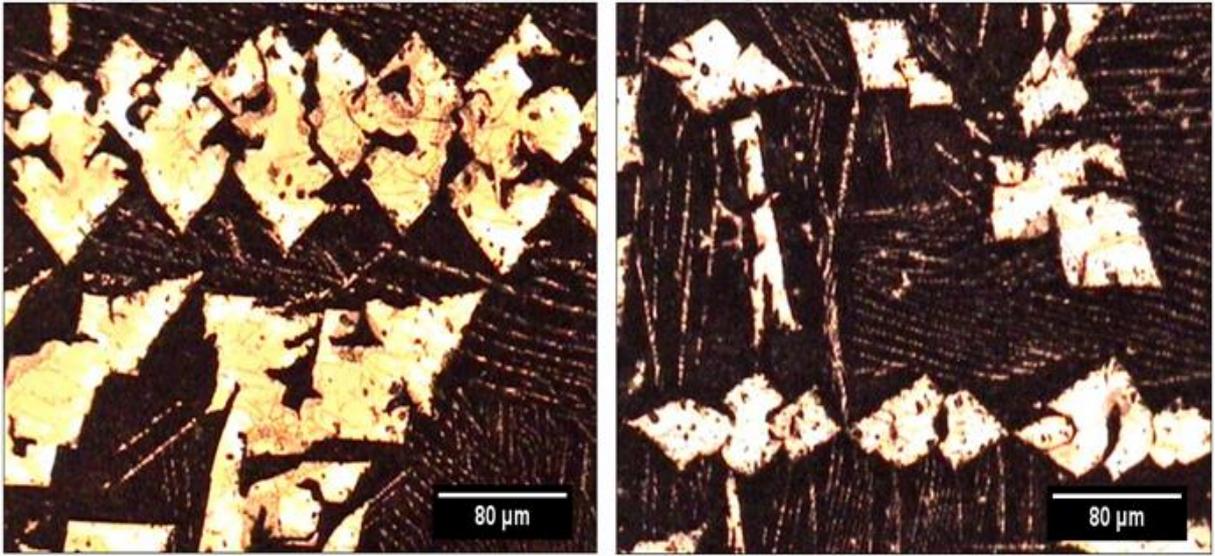


Figura 4.11: Cristais de fase primária de  $\text{Al}_3\text{Ni}$  da liga Al-8,5%Ni obtida via microscopia ótica, com aumento de 50x.

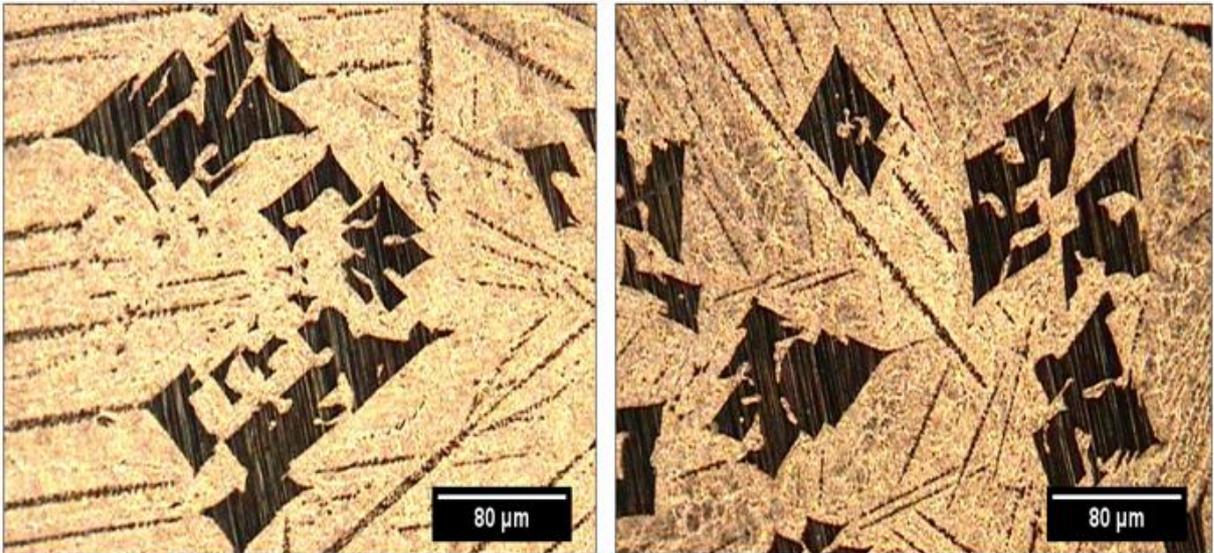


Figura 4.12: Cristais de fase primária de  $\text{Al}_3\text{Ni}$  da liga Al-9%Ni obtida via microscopia ótica, com aumento de 50x.

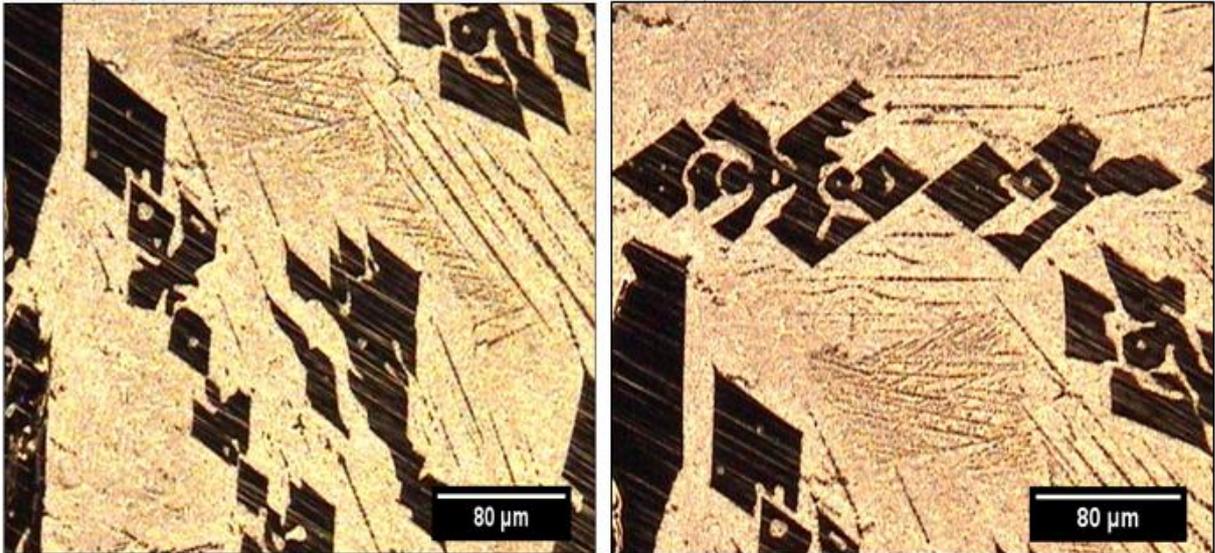


Figura 4.13: Fase primária de  $\text{Al}_3\text{Ni}$  da liga Al-9%Ni obtida via microscopia ótica, com aumento de 50x.

A concentração dos cristais da fase primária tende à diminuir ao longo da altura do lingote, uma vez que sua elevada densidade, próxima de  $4 \text{ g/cm}^3$ , faz com que precipitem, ocasionando uma região de alta concentração, próxima a superfície de extração de calor. A Tabela 4.1 apresenta alguns parâmetros estruturais dos cristais de  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , obtidos em Wang *et al.*, 2008.

Tabela 4.1: Parâmetros estruturais dos cristais de  $\text{Al}_3\text{Ni}$ .

Fórmula Química	Densidade ( $\text{Kg.m}^{-3}$ )	Estrutura Cristalina	Parâmetros de Rede (nm)			
			a	b	c	$\alpha, \beta, \gamma$
$\text{Al}_3\text{Ni}$	3,95	ortorrômbica	6,6114	7,3662	4,8112	90

#### 4.3.2 Caracterização e Morfologia das microestruturas

Com o intuito de investigar, do ponto de vista morfológico as microestruturas, foram realizadas mediante a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia ótica (MO), análises das ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni. A Figura 4.14 apresenta a morfologia e distribuição das fases presentes na liga Al-9%Ni a 3 mm da chapa-molde.

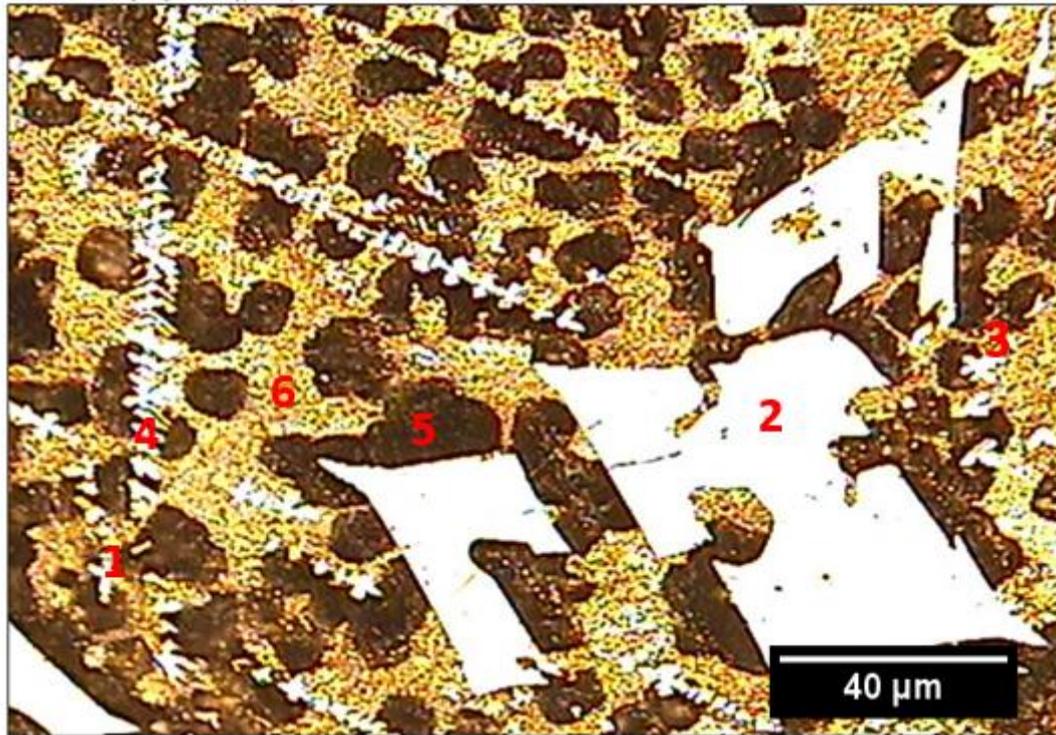
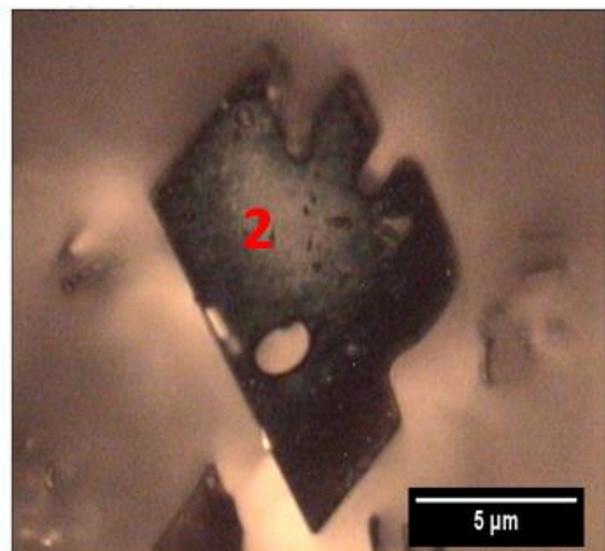
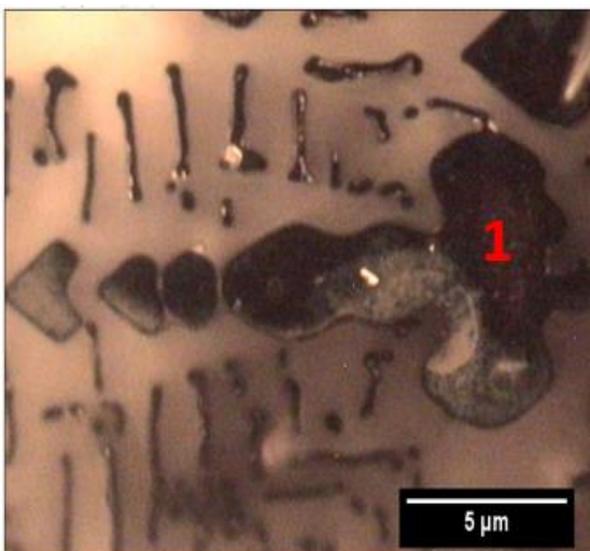


Figura 4.14: Microestrutura obtida em microscópio ótico com aumento de 100x da Liga Al-9%Ni a 3 mm da chapa-molde.

A microestrutura apresentada pela Figura 4.14 é constituída pelas fases primárias de  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , de coloração branca, indicadas pelos números 1, 2, 3 e 4, por nanofibras do composto intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , regiões negras indicadas pelo número 5 e pela matriz eutética, constituída de alumínio e  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , regiões amareladas, 6. Detalhes destas estruturas são apresentadas nas Figuras 4.15 e 4.16:



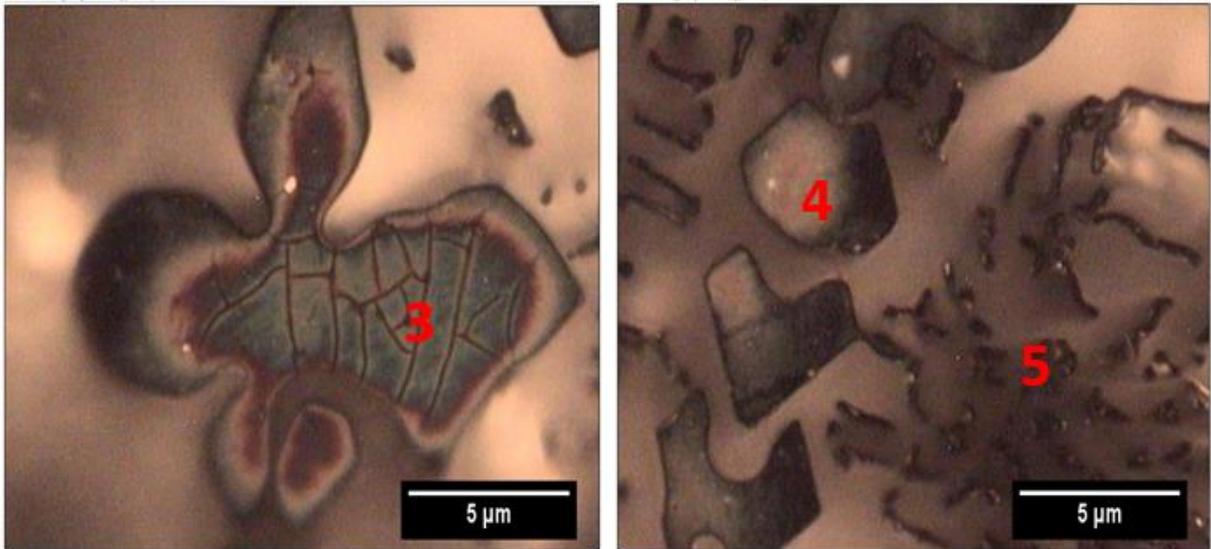


Figura 4.15: Fases Primárias de  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , obtidas via microscopia ótica com aumento de 1000x.

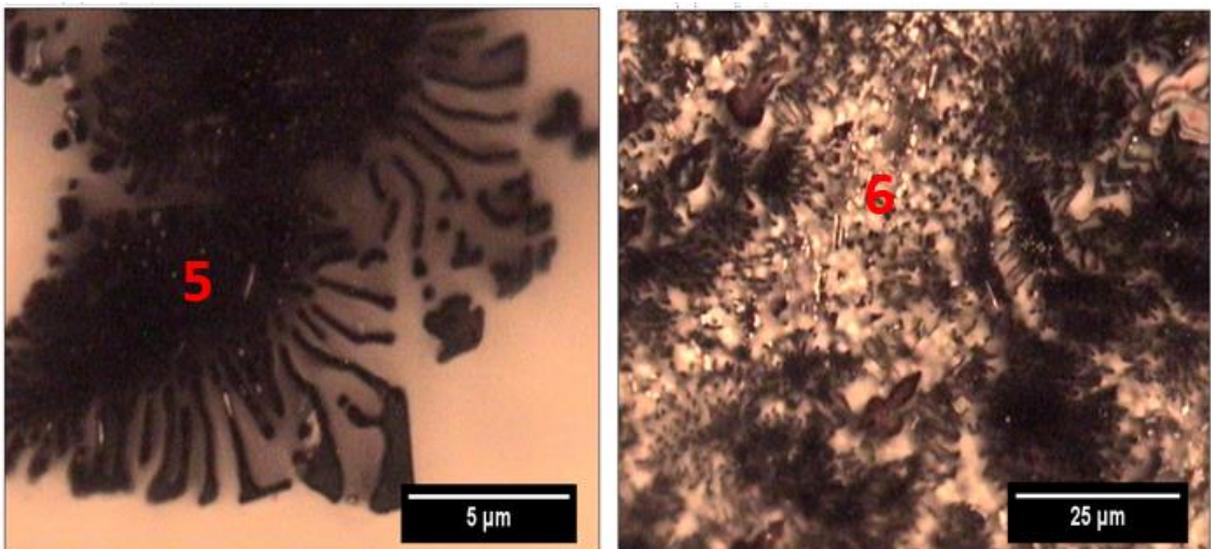


Figura 4.16:  $\text{Al}_3\text{Ni}$  na forma de nanofibras em 5 e em 6 estrutura eutética composta por mistura de nanofibras de  $\text{Al}_3\text{Ni}$  e alumínio ao fundo, aumentos de 1000x e 200x, respectivamente em microscópio ótico.

Com a finalidade de caracterizar quimicamente as estruturas obtidas via microscopia ótica realizou-se MEV-EDS. Os resultados desta caracterização estão apresentadas na Figura 4.17 e na Tabela 4.2.

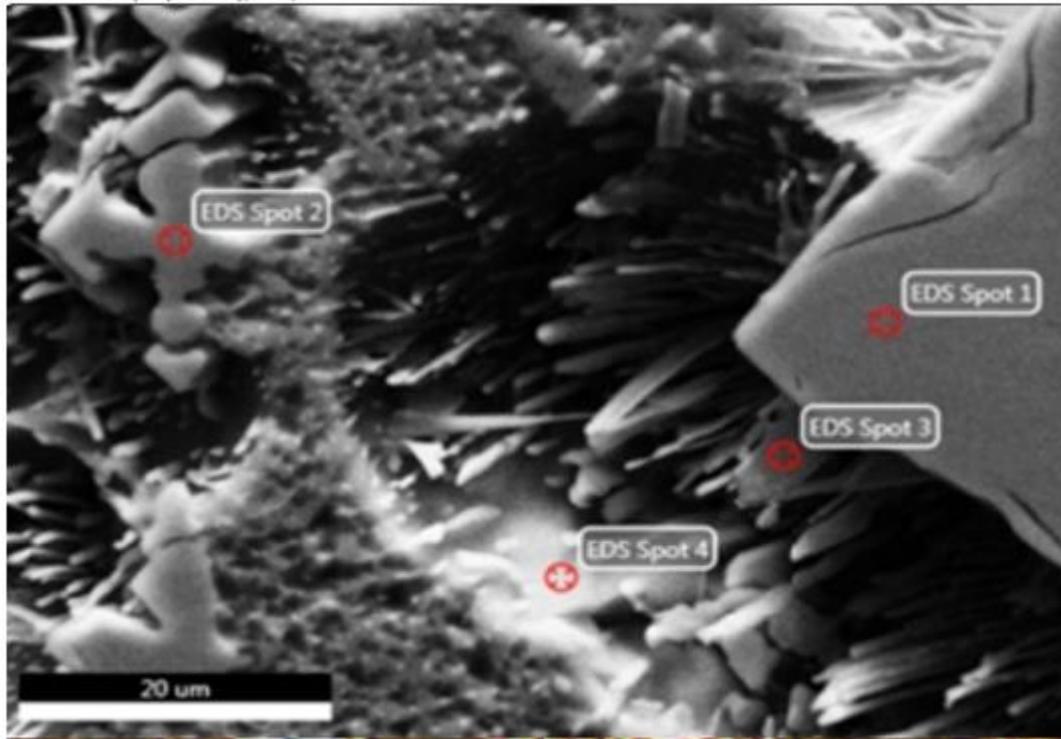


Figura 4.17: Análise de composição química da liga Al-9%Ni a 3mm da chapa-molde obtida com MEV-EDS, aumento de 2400x, evidenciando a primeira fase de  $Al_3Ni$ , as nanofibras de  $Al_3Ni$  e a matriz eutética.

Tabela 4.2: Composição química obtida via MEV-EDS dos pontos registrados na Figura 4.17.

Ponto 1 (Spot 1)		
Elementos	% Mássica	% Atômica
Al	59,50	76,16
Ni	40,50	23,84

Ponto 2 (Spot 2)		
Elementos	% Mássica	% Atômica
Al	60,67	77,00
Ni	39,33	23,00

Ponto 3 (Spot 3)		
Elementos	% Mássica	% Atômica
Al	58,62	75,51
Ni	41,38	24,49

Ponto 4 (Spot 4)		
Elementos	% Mássica	% Atômica
Al	98,16	98,16
Ni	1,84	1,84

Pode-se concluir a partir da caracterização realizada, que as estruturas sinalizadas na Figura 4.19 como Pontos 1, 2 e 3 possuem praticamente a mesma composição química, composta por aproximadamente 75% de alumínio e 25% de

níquel, o que nos faz concluir que ambas são estruturas do intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , dada a sua estequiometria. O ponto sinalizado como 4, composto basicamente por alumínio é uma região da matriz eutética, composta por uma mistura de alumínio e de nanofibras do intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ .

Uma caracterização semelhante também foi realizada para a Liga  $\text{Al-8,5\%Ni}$ . Observa-se na Tabela 4.3, que a estequiometria de 3 átomos de alumínio para 1 de níquel não é atendida nos pontos 1 e 2, mas como não há intermetálicos com a proporção estabelecida e a porcentagem atômica não excede 10%, pode-se afirmar que estas estruturas são compostas por  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , até porque não há como prever se o raio X incidente é localizado em região mais ou menos rica em um dos elementos químicos.

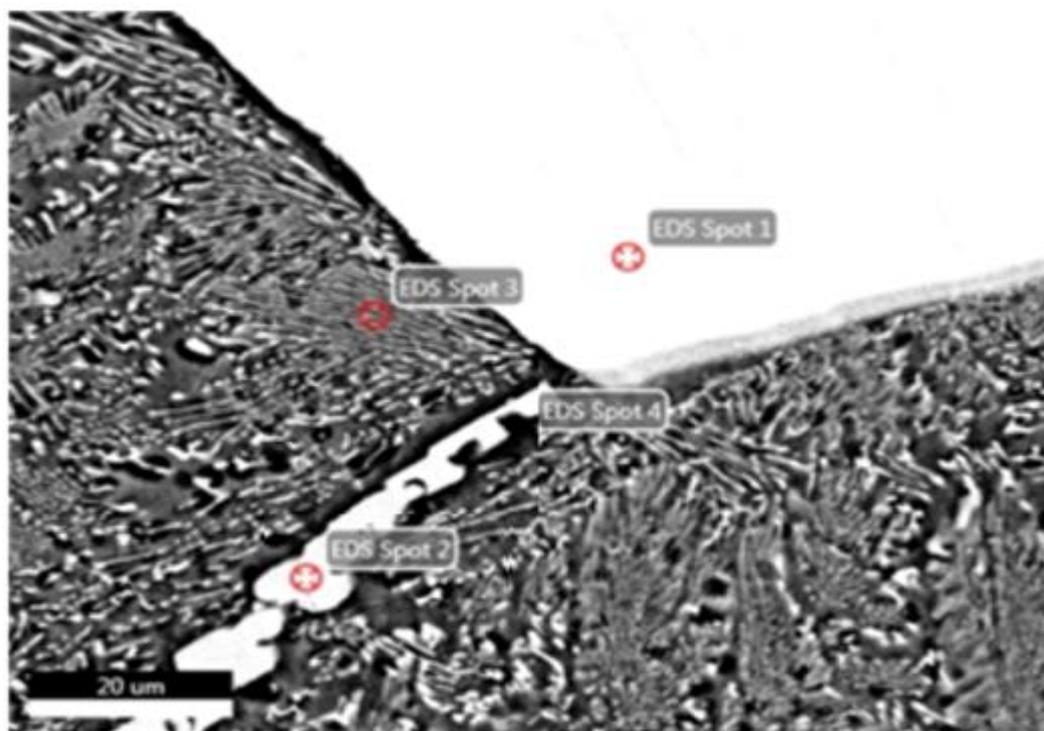


Figura 4.18: Micrografia da liga  $\text{Al-8,5\%Ni}$  obtida em MEV com aumento de 1600x, evidenciando a primeira fase de  $\text{Al}_3\text{Ni}$  e a matriz eutética.

Os pontos 3 e 4 são selecionados sob a matriz eutética e identificam regiões ricas em alumínio. Desta forma, como era de se esperar, as mesmas caracterizações químicas definidas para a liga de  $\text{Al-9\%Ni}$  também foram obtidas da liga de  $\text{Al-8,5\%Ni}$ , uma vez que ambas são ligas hipereutéticas do sistema binário  $\text{Al-Ni}$ .

Tabela 4.3: Composição química obtida via MEV-EDS dos pontos registrados na Figura 4.18.

Ponto 1 (Spot 1)			Ponto 2 (Spot 2)		
Elementos	% Mássica	% Atômica	Elementos	% Mássica	% Atômica
Al	50,22	68,69	Al	66,12	80,92
Ni	49,78	31,31	Ni	33,88	19,08

Ponto 3 (Spot 3)			Ponto 4 (Spot 4)		
Elementos	% Mássica	% Atômica	Elementos	% Mássica	% Atômica
Al	92,50	96,41	Al	100,00	100,00
Ni	7,50	3,59	Ni	0,00	0,00

Um detalhe da matriz, composta por uma mistura de alumínio e  $Al_3Ni$  é apresentada na Figura 4.19. Nesta foram pegos dois pontos para a realização do EDX e comprovarmos a existência da mistura.

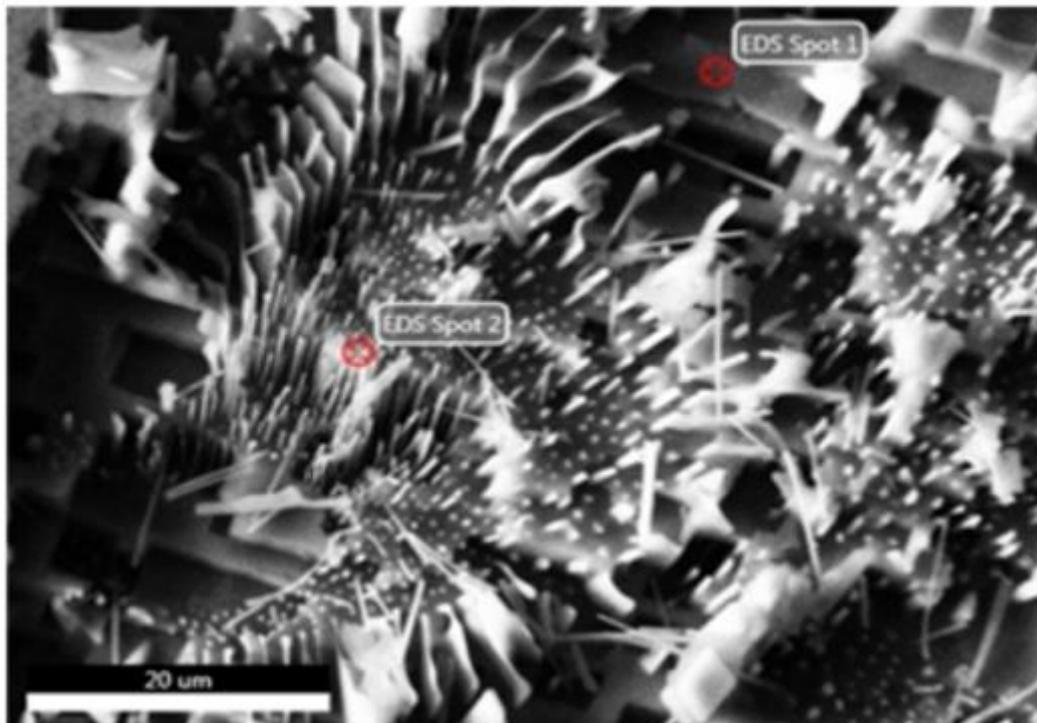


Figura 4.19: Detalhe da matriz eutética composta por alumínio e nanofibras do intermetálico  $Al_3Ni$  da liga Al-8,5%Ni obtida em MEV com aumento de 2400x.

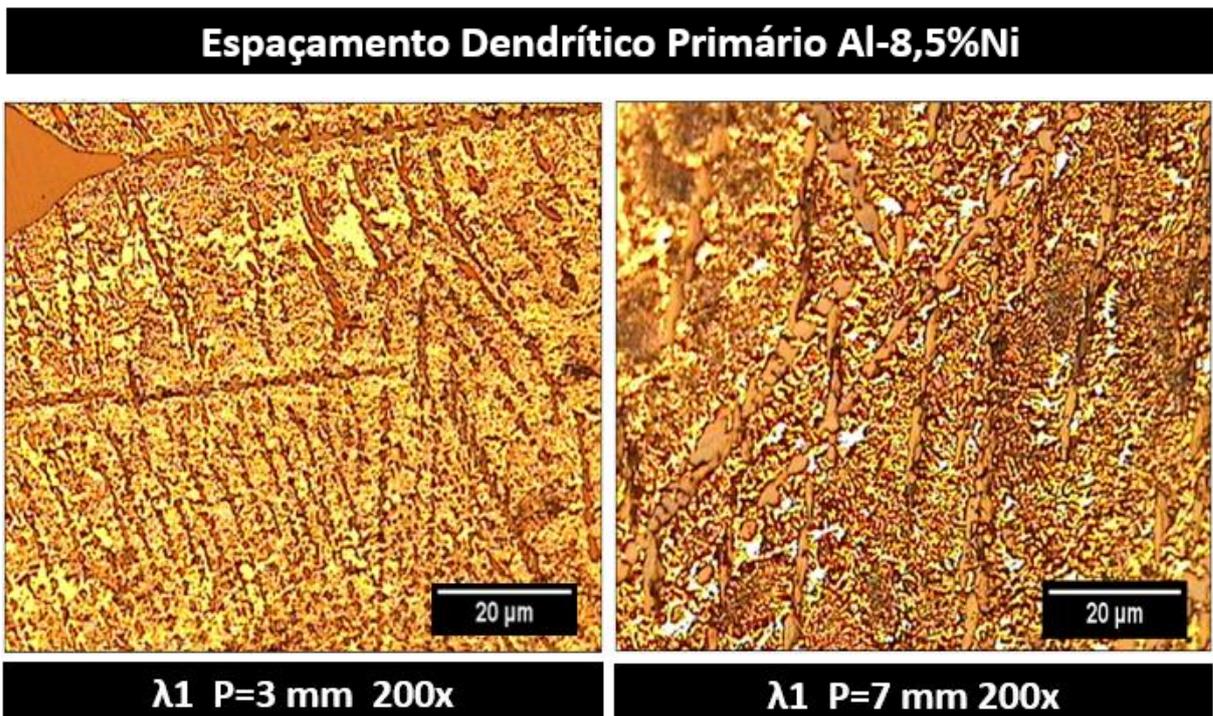
Tabela 4.4: Composição química obtida via MEV-EDS dos pontos registrados na Figura 4.19.

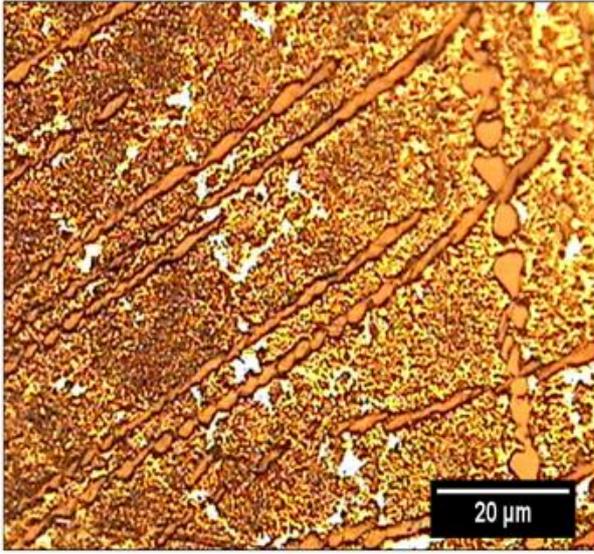
Ponto 1 (Spot 1)			Ponto 2 (Spot 2)		
Elementos	% Mássica	% Atômica	Elementos	% Mássica	% Atômica
Al	100,00	100,00	Al	59,75	76,36
Ni	0,00	0,00	Ni	40,25	23,64

Uma análise das microestruturas ao longo do lingote mostra que a fase eutética, composta por  $Al_3Ni$  e alumínio, é mais refinada quanto mais próxima da chapa-molde, ou seja vai tornando-se grosseira ao longo do decorrer da solidificação, fato explicado devido a extração de calor mais elevada perto da chapa.

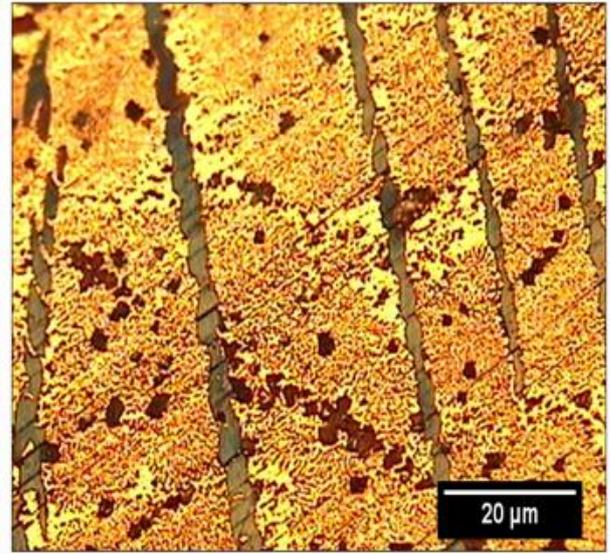
#### 4.4 CORRELAÇÃO ENTRE AS VARIÁVEIS TÉRMICAS DE SOLIDIFICAÇÃO E PARÂMETROS MICROESTRUTURAIS

Microestruturas típicas de solidificação observadas na seção transversal e longitudinal dos lingotes são apresentadas nas Figuras 4.20 e 4.21 para a liga Al-8,5%Ni e 4.22 e 4.23 para a liga Al-9%Ni. Os espaçamentos dendríticos primários e secundários para cada posição das ligas foram obtidas a partir das mesmas e são apresentados nas Tabelas 4.5 e 4.6.

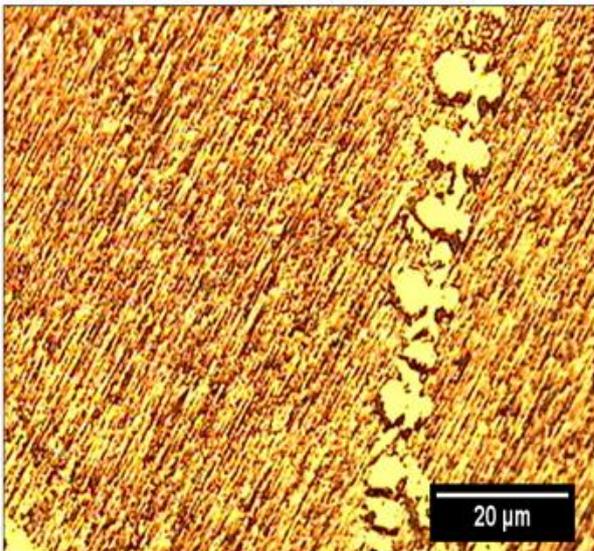




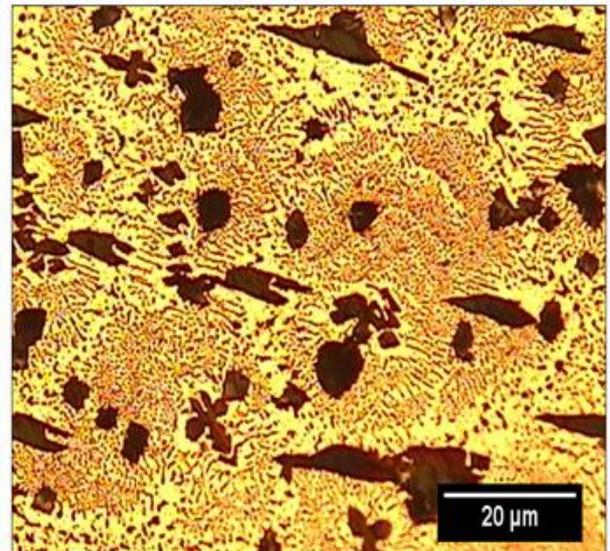
**$\lambda 1$  P=11 mm 200x**



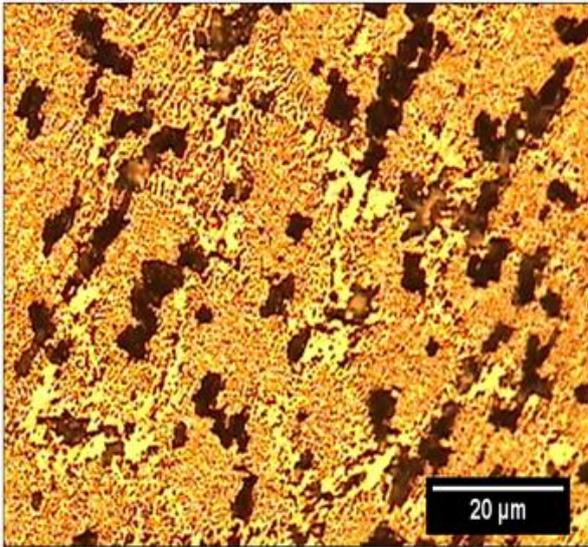
**$\lambda 1$  P=14,5 mm 200x**



**$\lambda 1$  P=18,5 mm 200x**



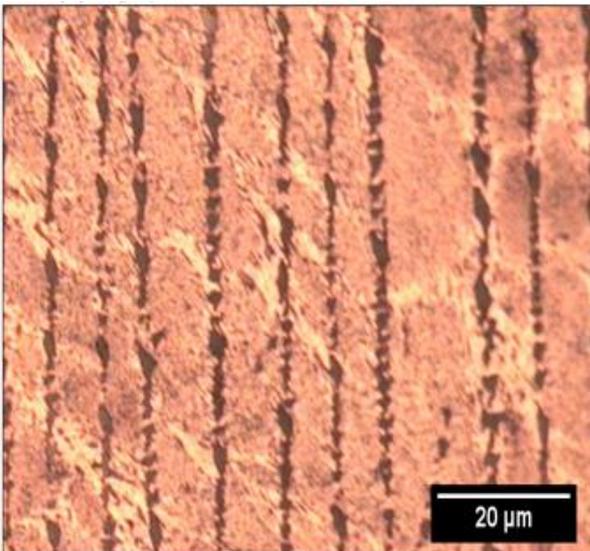
**$\lambda 1$  P=24,5 mm 200x**



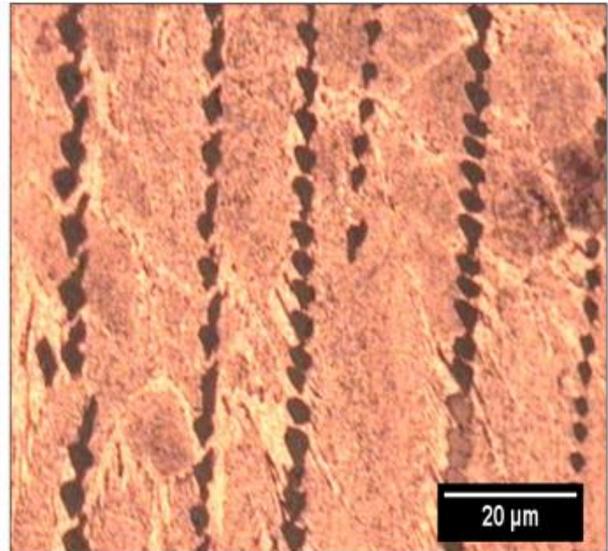
**$\lambda_1$  P=18,5 mm 200x**

Figura 4.20: Microestruturas obtidas a partir de cortes transversais da liga Al-8,5%Ni para obtenção do espaçamento dendrítico primário.

### **Espaçamento Dendrítico Secundário Al-8,5%Ni**



**$\lambda_2$  P=3 mm 200x**



**$\lambda_2$  P=6 mm 200x**

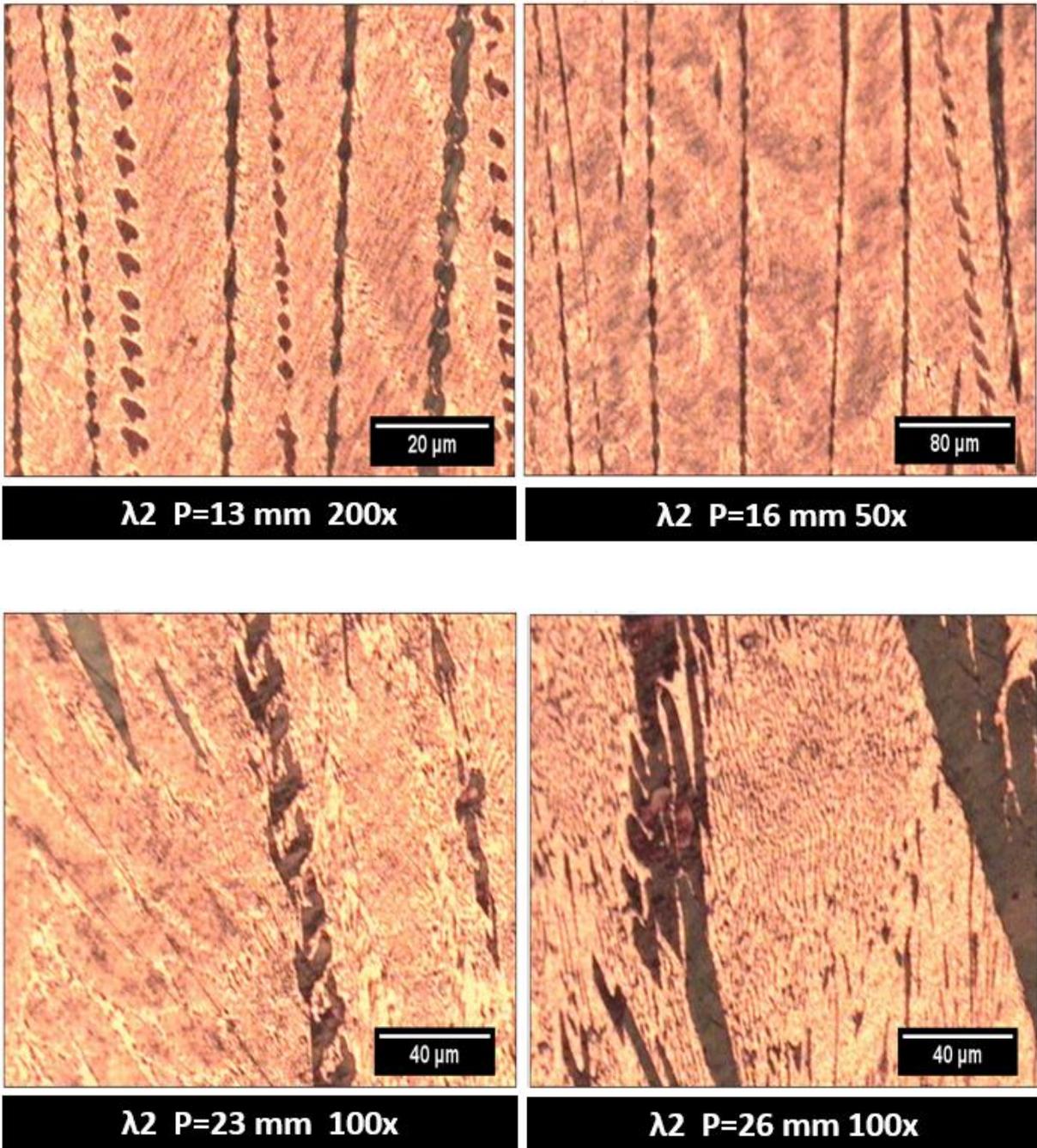
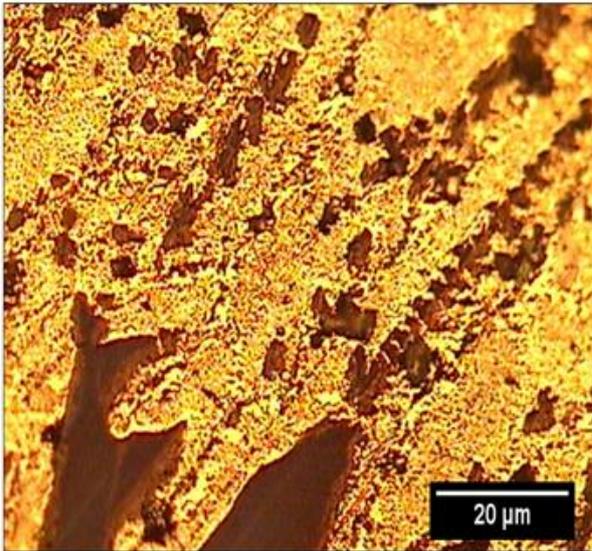
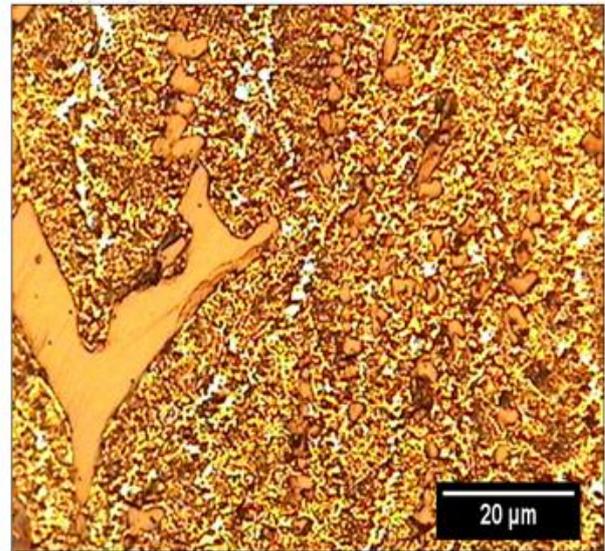


Figura 4.21: Microestruturas obtidas a partir de cortes longitudinais da liga Al-8,5%Ni para obtenção do espaçamento dendrítico secundário.

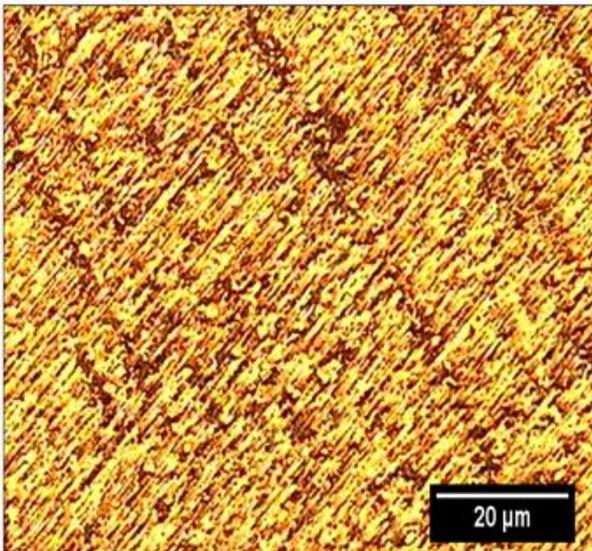
## Espaçamento Dendrítico Primário Al-9%Ni



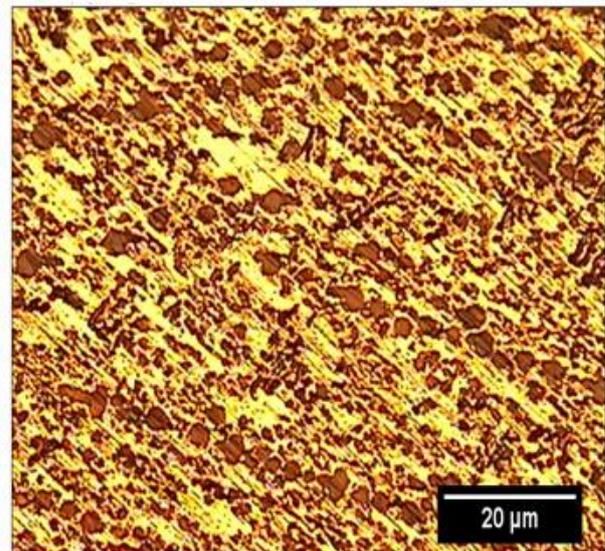
$\lambda_1$  P=3 mm 200x



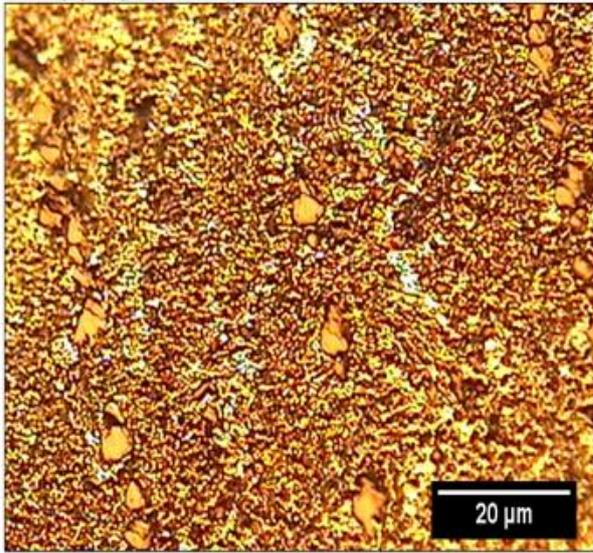
$\lambda_1$  P=7 mm 200x



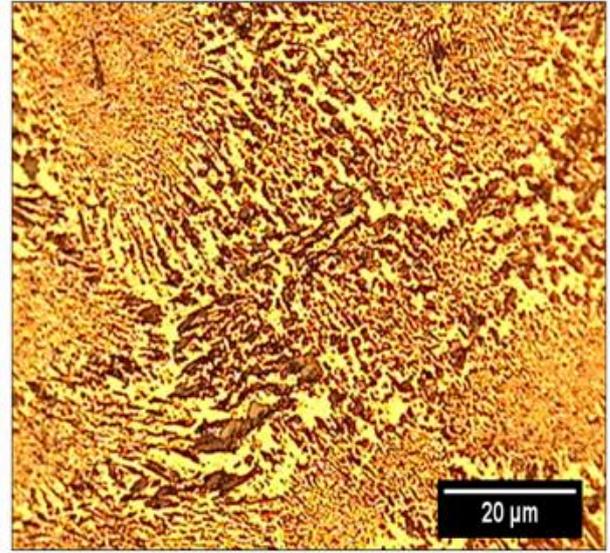
$\lambda_1$  P=11 mm 200x



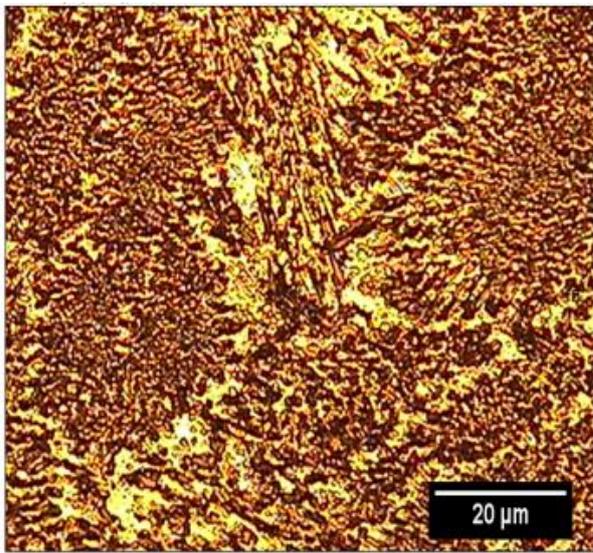
$\lambda_1$  P=14,5 mm 200x



**$\lambda_1$  P=18,5 mm 200x**



**$\lambda_1$  P=24,5 mm 200x**



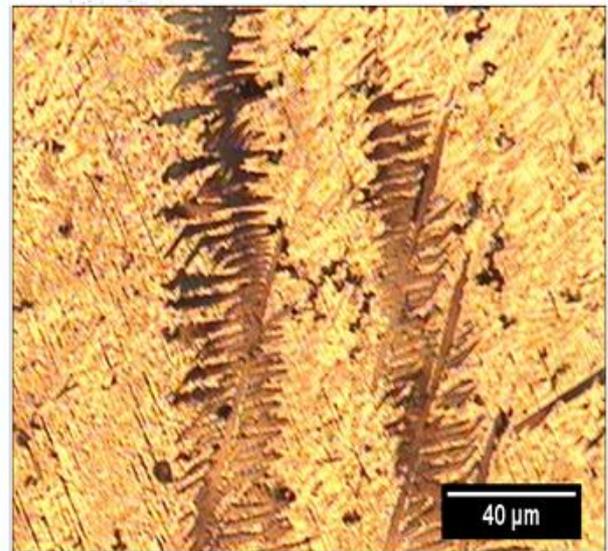
**$\lambda_1$  P=32,5 mm 200x**

Figura 4.22: Microestruturas obtidas a partir de cortes transversais da liga Al-9%Ni para obtenção do espaçamento dendrítico primário.

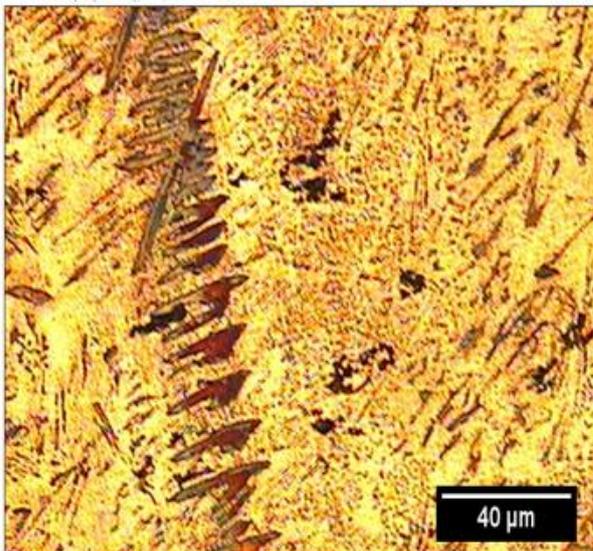
## Espaçamento Dendrítico Secundário Al-9%Ni



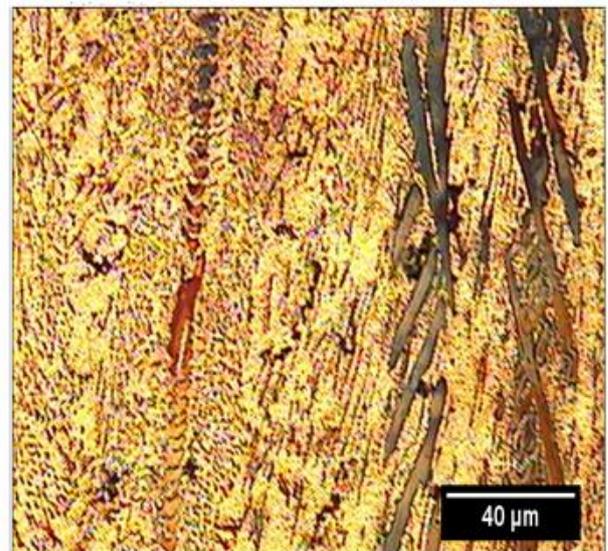
$\lambda_2$  P=3 mm 100x



$\lambda_2$  P=6 mm 100x



$\lambda_2$  P=13 mm 100x



$\lambda_2$  P=16 mm 100x

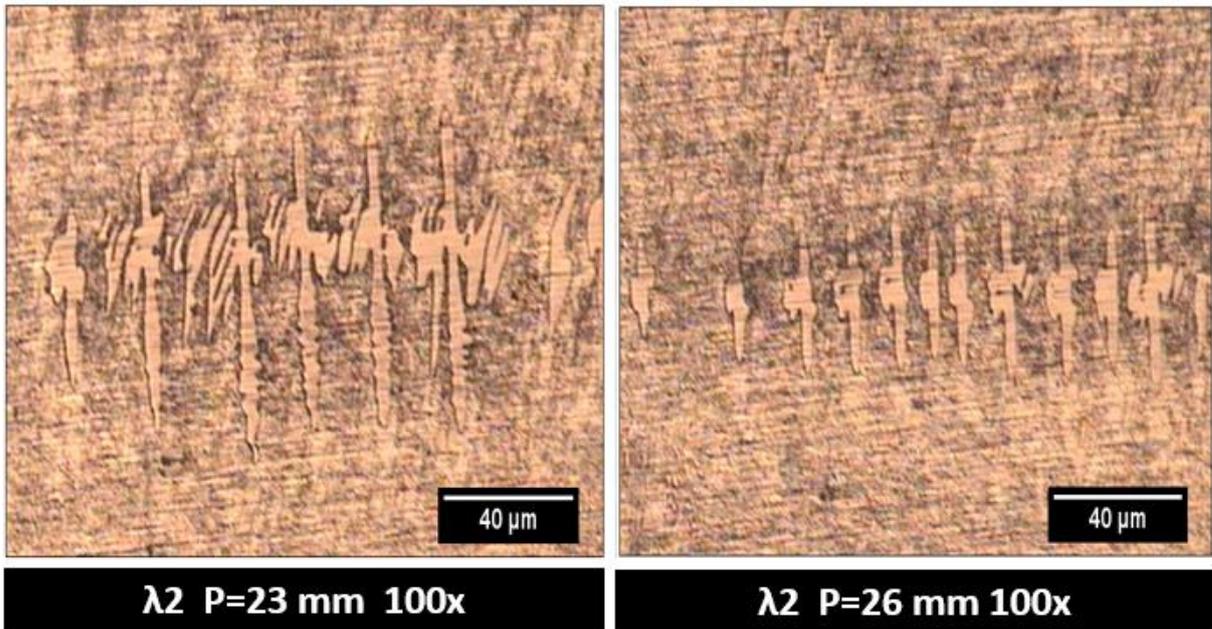


Figura 4.23: Microestruturas obtidas a partir de cortes longitudinais da liga Al-9%Ni para obtenção do espaçamento dendrítico primário.

Tabela 4.5: Espaçamentos dendríticos primários das ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni.

Posição (mm)	Al-8,5%Ni	Al-9%Ni
	$\lambda_1$ ( $\mu\text{m}$ )	$\lambda_1$ ( $\mu\text{m}$ )
3	$5,4 \pm 1,3$	$5,8 \pm 1,7$
7	$9,5 \pm 2,4$	$7,3 \pm 1,0$
11	$15,9 \pm 3,7$	$9,8 \pm 1,5$
14,5	$19,6 \pm 4,3$	$14,8 \pm 2,4$
18,5	$26,9 \pm 4,4$	$19,7 \pm 2,1$
24,5	$28,3 \pm 4,4$	$25,2 \pm 4,5$
32,5	$32,3 \pm 4,3$	$29,7 \pm 4,6$

Tabela 4.6: Espaçamentos dendríticos secundários das ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni.

Posição (mm)	Al-8,5%Ni	Al-9%Ni
	$\lambda_2$ ( $\mu\text{m}$ )	$\lambda_2$ ( $\mu\text{m}$ )
3	$1,8 \pm 0,4$	$2,0 \pm 0,2$
6	$3,1 \pm 0,6$	$3,5 \pm 0,4$
13	$4,2 \pm 0,2$	$5,1 \pm 1,6$
16	$5,5 \pm 0,7$	$8,4 \pm 1,2$
23	$7,3 \pm 0,3$	$9,2 \pm 2,7$
26	----	$10,9 \pm 2,7$

As Figuras 4.24 e 4.25 apresentam os espaçamentos dendríticos primários e secundários, respectivamente, para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni solidificadas no dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente, em função da posição dos termopares, posicionados no interior da lingoteira, a partir da chapa-molde.

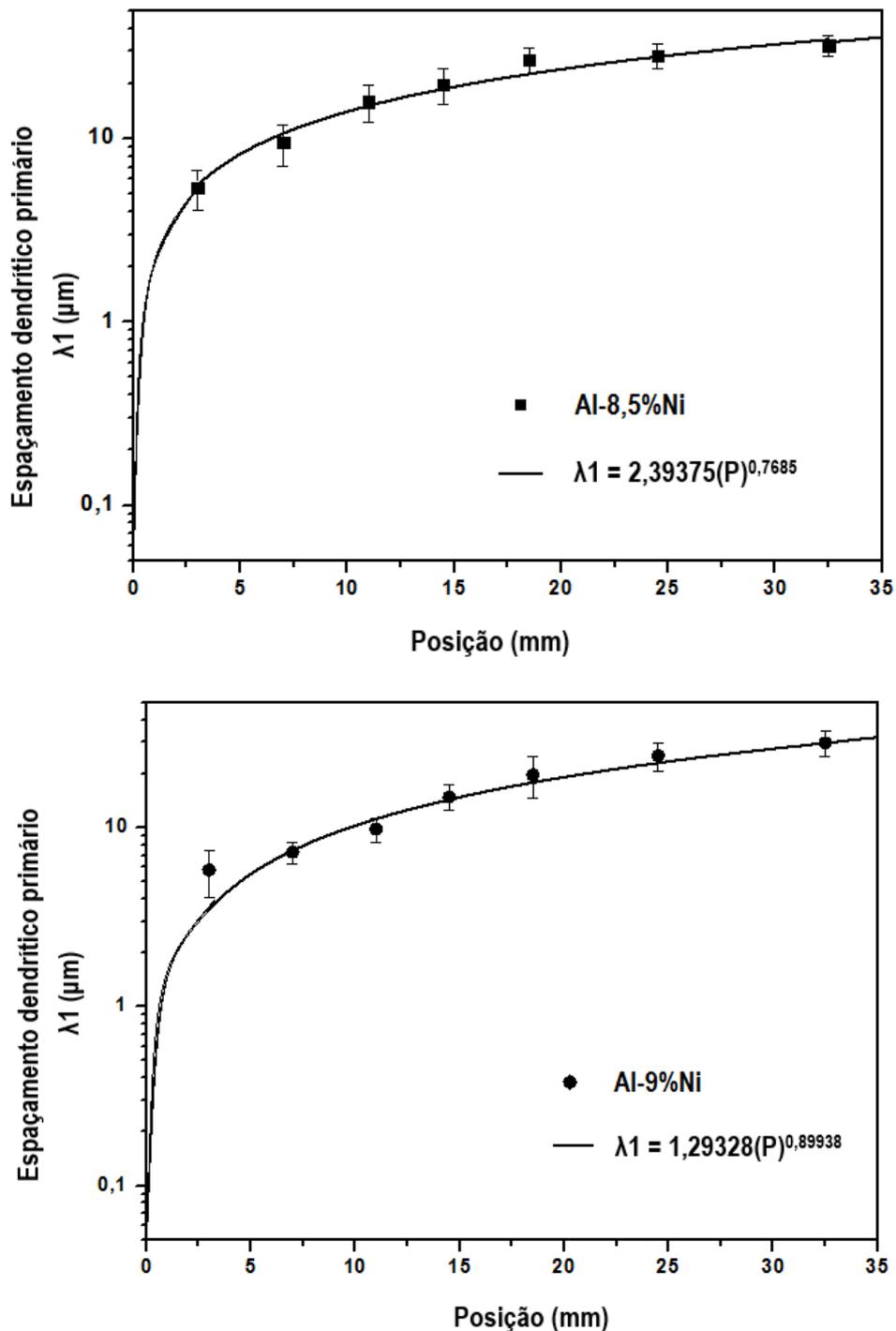


Figura 4.24: Espaçamentos dendríticos primários em função da posição relativa à chapa-molde, para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni, respectivamente.

Nestas podem ser observadas os espaçamentos médios e os valores de máximo e mínimo. As curvas representam as leis experimentais obtidas a partir dos pontos experimentais e ajustados por uma função de potência. Os gráficos foram obtidos em representações semilogarítmicas, uma vez que o eixo das ordenadas é apresentado em escala logarítmica e o eixo das abscissas em escala linear.

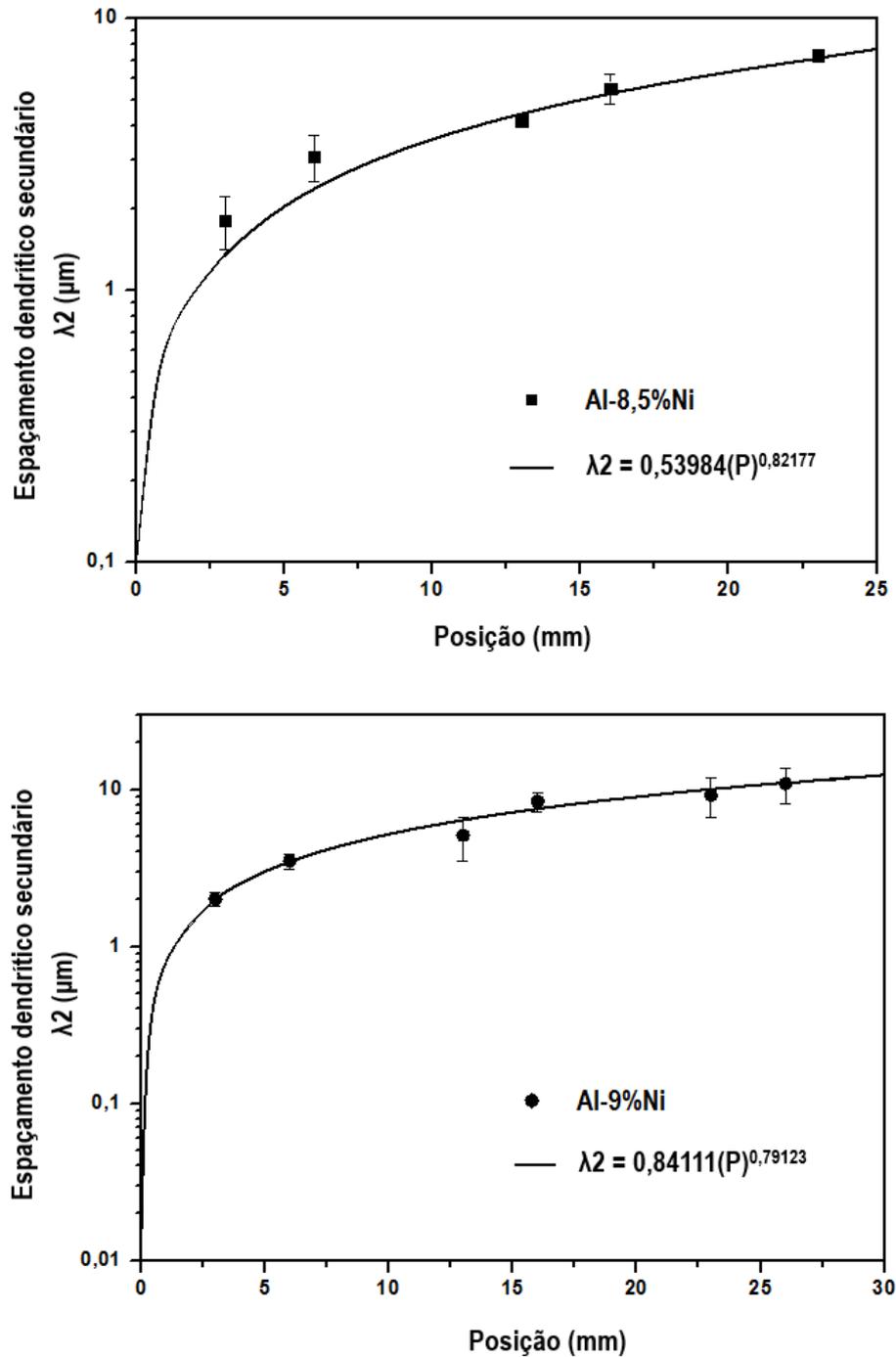


Figura 4.25: Espaçamentos dendríticos secundários em função da posição relativa à chapa-molde, para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni, respectivamente.

Observa-se a partir das Figuras 4.25 e 4.26 que a os espaçamentos dendríticos, primários e secundários, aumentam a medida que se afastam da superfície de extração de calor.

A Figura 4.26 apresenta uma correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e a taxa de resfriamento para as ligas estudadas. Pode-se observar uma tendência de diminuição dos espaçamentos dendríticos à medida que a taxa de resfriamento aumenta.

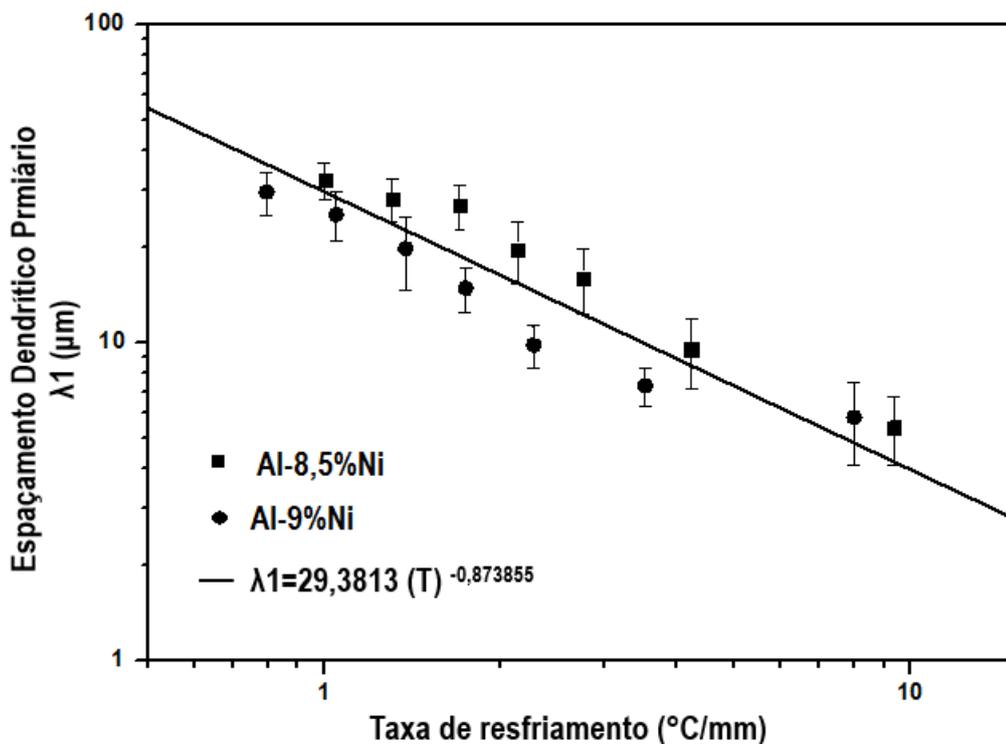


Figura 4.26: Correlação dos espaçamentos dendríticos primários com a taxa de resfriamento, em gráfico Log-Log.

A Figura 4.27 apresenta uma correlação entre os espaçamentos dendríticos secundários em função da velocidade de avanço ou deslocamento da isoterma *liquidus* para as duas ligas em estudo. Novamente, observa-se uma tendência de redução dos espaçamentos quando há aumento da velocidade da isoterma.

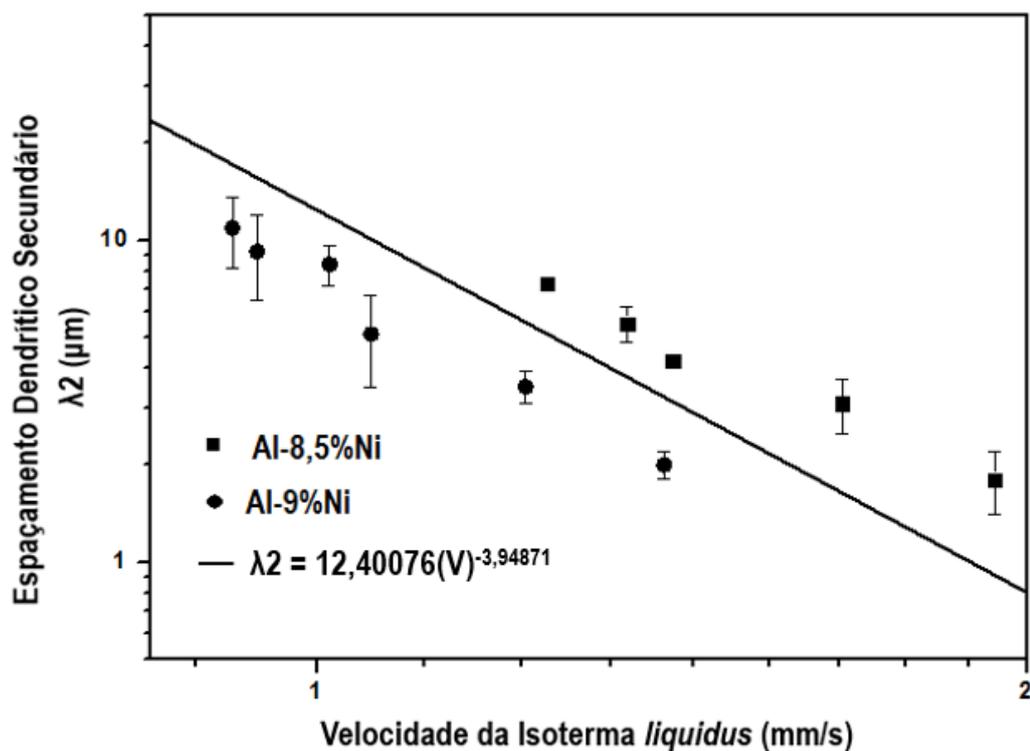


Figura 4.27: Correlação dos espaçamentos dendríticos secundários com a velocidade de avanço da isoterma *liquidus*, em gráfico Log-Log.

Pela correlação entre as médias dos espaçamentos dendríticos primários e secundários medidos e as variáveis térmicas envolvidas no processo de solidificação das ligas foi possível obter leis experimentais que caracterizam o crescimento dendrítico. Essas relações funcionais quantitativas que constituem as leis que regem o comportamento desses espaçamentos são de fundamental importância para a indústria metalúrgica, uma vez que, por meio delas é possível programar, com base nas variáveis de solidificação tais como: taxa de resfriamento, gradientes térmicos e velocidades de solidificação, a estrutura do produto final.

Nos processos de solidificação unidirecional que utilizam moldes refrigerados à água, os parâmetros térmicos de solidificação, taxa local de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e velocidade de avanço da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), variam de altos valores, nas proximidades do molde, seguindo um perfil decrescente ao longo do lingote. Com a evolução da camada solidificada a resistência térmica aumenta com a distância relativa à superfície refrigerada. Este comportamento das variáveis encontra-se refletido nos valores experimentais dos espaçamentos dendríticos primários e secundários.

#### 4.5 CARACTERIZAÇÃO DA MACROSSEGREGAÇÃO

O movimento relativo entre a fase sólida e líquida e a rejeição de soluto pela fase sólida são duas condições essenciais para formar macrossegregação. Em um nível prático a macrossegregação depende de uma série de parâmetros, uns que são específicos de liga, como a composição da liga, refino de grão, coeficiente de partição de soluto, outros específicos do processo, como: velocidade de solidificação, temperatura de fusão, superaquecimento e taxa de resfriamento, temperatura de vazamento, além da tecnologia específica empregada no processo de solidificação como o tamanho e a forma do lingote (NADELLA *et al.*, 2008).

A caracterização da macrossegregação foi realizada ao longo do comprimento dos lingotes. A Figura 4.29 mostra a distribuição experimental de soluto ao longo do comprimento dos lingotes durante o curso da solidificação ascendente. Pode-se observar para ambas ligas, uma concentração de níquel mais elevada nas regiões próximas a chapa-molde, essa concentração tende a diminuir, à medida que aumenta a altura do lingote, até que se estabiliza nas regiões centrais. Esse tipo de macrossegregação, típico de ligas não ferrosas, é conhecida como inversa, uma vez que, as bordas ou periferias das peças ou lingotes são ricas em soluto enquanto os centros são pobres neste.

Observa-se nos perfis experimentais, uma distribuição de soluto ao longo de todo comprimento do lingote, evidenciando uma inversão composicional no topo do lingote, justamente para compensar a forte segregação inicial de soluto.

Vários processos independentes poderiam levar a macrossegregação, entre estes, quatro mecanismos são facilmente identificados:

- (1) Mistura da camada de difusão adiante da interface no líquido;
- (2) Deposição ou flutuação de uma fase sólida ou líquida mais densa ou menos densa no líquido.
- (3) Corrente de líquido na zona pastosa provocada por mudanças de volume na solidificação;
- (4) Corrente de líquido na zona pastosa induzida por convecção térmica ou constitucional.

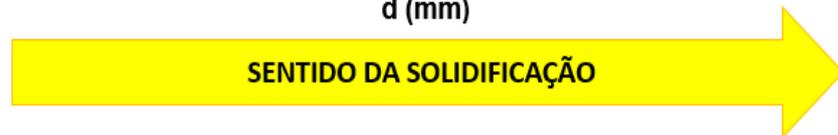
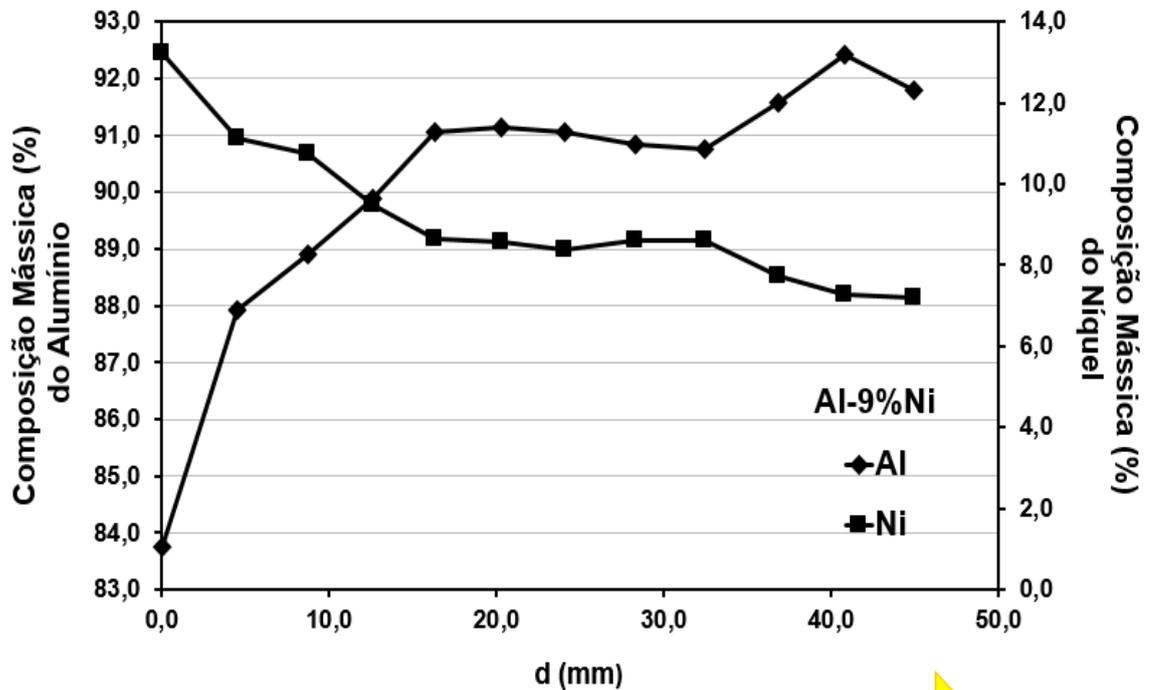
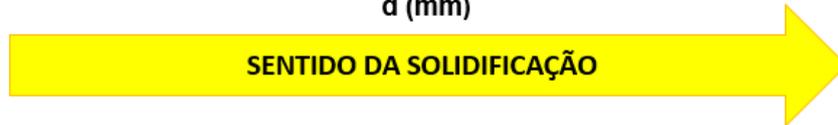
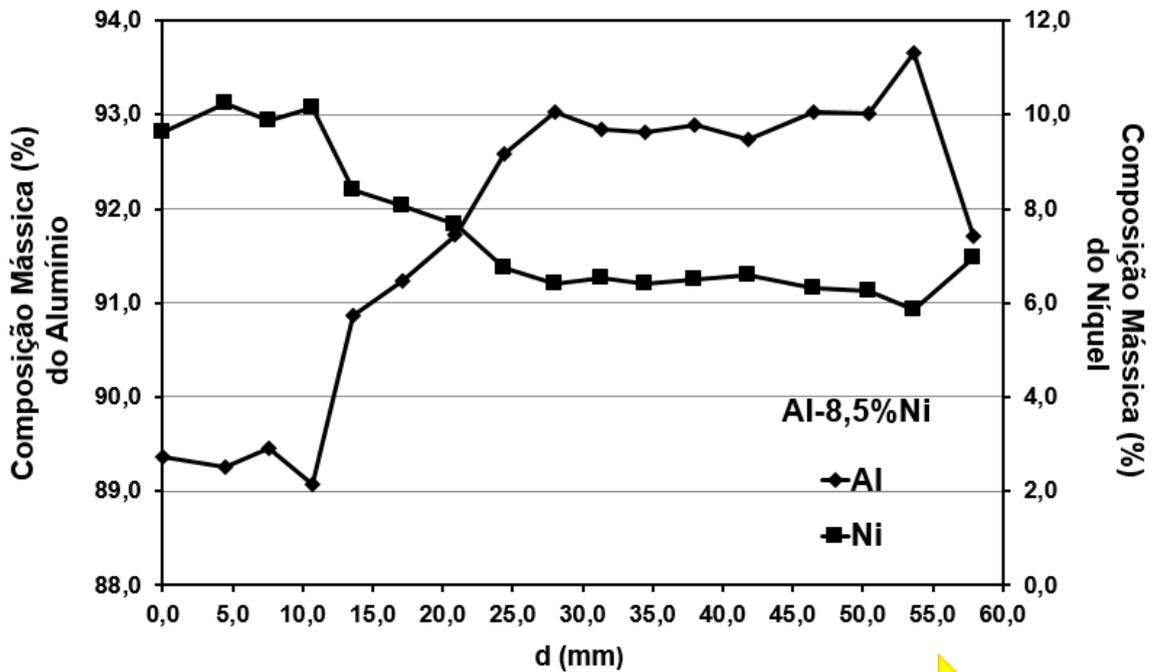


Figura 4.29: Perfis experimentais da macrossegregação ao longo dos lingotes de Al-8,5%Ni e Al-9%Ni.

O segundo mecanismo pode ser apontado como responsável pela macrossegregação dos lingotes estudados, já que as densidades dos soluto e solvente são bem diferentes,  $8,9 \text{ g/cm}^3$  e  $2,7 \text{ g/cm}^3$ , respectivamente; entretanto, em qualquer lingote a macrossegregação pode ser resultado de qualquer um ou de todos os quatro mecanismos. Normalmente, sob determinadas condições de solidificação um determinado mecanismo é o mais importante ou dominante em relação aos demais, na formação da macrossegregação. Contudo, identificar os mecanismos mais importantes em um lingote completamente solidificado é muito difícil, não só pela combinação desses quatro mecanismos, mas também pela possibilidade de existir o envolvimento de outros não consolidados nos modelos teóricos. De Lima (1979) apontou fatores como: contração da fase sólida, rejeição do soluto frente das pontas das dendritas, presença de determinados tipos de gases no metal e interações entre dendritas crescendo tanto horizontal como verticalmente.

A presença de fases precipitadas no início da solidificação faz-se concluir a presença, também, de macrossegregação por gravidade, nesta, as fases primárias do intermetálico que nuclearam a frente da interface sólido/líquido se depositaram devido as diferença de densidade entre estes e o fundido. A extensão da segregação dos cristais de  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , assim como a formação de regiões ricas ou empobrecidas de um determinado componente dentro de um fundido é ditado pelas densidades das partículas e do líquido, da temperatura de fusão, viscosidade dos metais, taxa de resfriamento, tamanho das partículas e sobretudo do tempo de solidificação, variável importantíssima sobre a deposição, já que, verifica-se experimentalmente que lingotes solidificados rapidamente não apresentam este tipo de macrossegregação (RAJAN *et al.*, 2008; DE LIMA, 1979).

#### 4.8 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Os módulos de elasticidades obtidos via ensaio não destrutivo em função da posição no lingote estão apresentados na Figura 4.30. Os valores do módulos para cada posição e suas incertezas foram obtidos a partir da média, já que haviam quatro corpos de prova para cada altura do lingote. As barras de erro horizontais, de  $\pm 1,4\text{mm}$ , foram atribuídas em razão da incerteza dos cortes, realizados em serra fita, equipamento sem precisão.

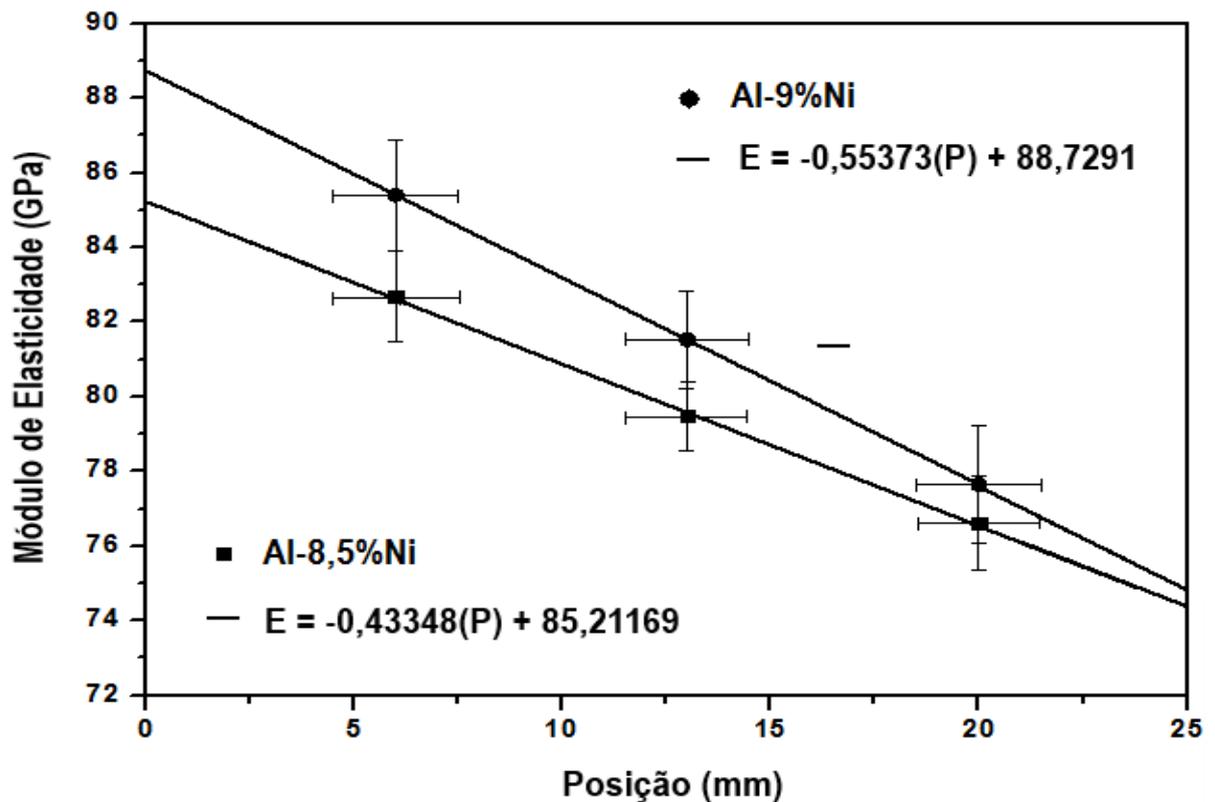


Figura 4.30: Módulos de elasticidade em função da posição no lingote para as ligas Al-8,5%Ni e Al-9%Ni solidificadas unidirecionalmente.

Duas informações importantes podem ser extraídas da Figura 4.30; a primeira relacionada ao teor de soluto, e a segunda, à variação do módulo de elasticidades dentro de uma mesma liga.

Observa-se que quanto maior o teor de níquel na liga, melhor seus módulos de elasticidade, o que se explica pela formação de maior quantidade de intermetálicos  $Al_3Ni$ , estruturas duras que hajem como reforço, medições de microdureza vickers revelaram que os intermetálicos são 10 vezes mais duros que a matriz, aumentando suas propriedades mecânicas. A microdureza vickers dos intermetálicos são de aproximadamente 600 HV enquanto a da matriz é de cerca de 60 HV, obtidas em microdurômetro da Shimadzu, com carga de 0,1N e duração de carregamento de 14s. Pode-se obter as frações de composição de uma liga aplicando-se a regra da alavanca no diagrama de fases, apresentado na Figura 1.1, desta forma observa-se uma fração cada vez maior de intermetálicos, à medida que se aumenta o teor de níquel nas ligas. Rajan (2008) ao estudar ligas hipereutéticas do sistema Al-Ni, chegou a mesma conclusão, ao observar que o aumento da concentração de níquel elevava a dureza

dos sistemas.

Já relacionado a mesma liga, observa-se que as propriedades mecânicas decaem à medida que se distancia da superfície de retirada de calor, o que está estreitamente relacionado ao desenvolvimento das microestruturas obtidas durante a solidificação. O mesmo pode ser comprovado em diversos trabalhos da literatura para alguns sistemas de ligas de alumínio (SILVA *et al.*, 2012; GOULART, 2010; OSÓRIO, 2000; QUARESMA, 1999). A estrutura dendrítica exerce grande influência nas propriedades mecânicas dos materiais metálicos, principalmente, quanto a resistência à tração. Quanto mais refinada a microestrutura, melhor suas propriedades mecânicas, justamente por esse motivo as posições mais próximas à fonte de extração de calor, ou seja, para altos valores de  $V_L$ , apresentam módulos de elasticidade mais elevados.

## 5. CONCLUSÕES

Com base nas investigações experimentais conduzidas ao longo desse trabalho, as correlações e comparações realizadas em demais estudos contidos na literatura, podem-se sugerir para as ligas estudadas:

- Que o aumento do teor de soluto dificulta o deslocamento da isoterma *liquidus* ao longo do material fundido, o que resulta em velocidades de solidificação e taxas de resfriamento menores;
- Foram obtidas leis experimentais correlacionando a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* com o espaçamento dendrítico secundário:  $\lambda_2 = 12,40076 \dot{T}^{-0,873856}$  e taxa de resfriamento com o espaçamento dendrítico primário:  $\lambda_1 = 29,3813 \cdot V_L^{-0,873856}$  ;
- Que o aumento do teor de soluto, vem acompanhado do aumento da fração de intermetálicos Al<sub>3</sub>Ni, que há reforçando a matriz eutética, promovendo aumento do módulo de elasticidade;
- Quanto mais refinada a microestrutura, ou seja, quanto menores os espaçamentos dendríticos primários e secundários, melhores os módulos de elasticidade.

### Sugestões para Trabalhos Futuros

- Estender a análise desenvolvida neste trabalho a outras ligas hipereutéticas, correlacionando suas características mecânicas com condições de solidificação, de forma que se possa reforçar as sugestões fornecidas neste trabalho;
- Analisar, para o mesmo sistema metálico utilizado, a influência da convecção, através da substituição do dispositivo de solidificação unidirecional ascendente por um descendente;
- Analisar a macrossegregação do mesmo sistema metálico desenvolvido em dispositivo de solidificação descendente.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, **Fundamentos e aplicações do alumínio** 2007, 68 p.

ASM INTERNATIONAL HANDBOOKS, **Metallography and microstructure**, volume 9, 2010.

ASTM E1879-09, **Standard Test Method for dynamic Young's Modulus, shear Modulus, and Poisson's Ratio by impulse excitation of vibration.**

BÁRCZY, P.; SÓLYOM J.; LIYA L. **Solidification of Al—Al<sub>3</sub>Ni(Cu) eutectics at high gravity** Journal of Crystal Growth 11 (1992) 160—166.

BOEIRA, A. P. **Macrossegregação e formação de poros na solidificação de ligas Al-Cu: Modelagem numérica e desenvolvimento experimental**, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2006. 180p. Tese.

CAMPOS FILHO, M. P. e GRAEME J. D. **Solidificação e fundição de metais e suas ligas**. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1978.

CANTÉ, M. V., **Solidificação transitória, microestrutura e propriedades de ligas Al-Ni**, Campinas, SP: 2009. – Doutorado.

COSSOLINO, L. C.; PEREIRA, A. H. A. **Módulos elásticos: visão geral e métodos de caracterização**. Informativo técnico-científico ITC-ME/ATCP Engenharia Física, 2010.

DE LIMA, R. M. **Estudo de segregação em ligas alumínio-urânio** Instituto de pesquisas energéticas e nucleares dissertação para obtenção do título de mestre São Paulo 1979.

FERREIRA, I. L. **Análise numérica, analítica e experimental da macrossegregação inversa na solidificação**, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2004. Tese.

GARCIA A. **Influência das variáveis térmicas de solidificação na formação da macroestrutura e da microestrutura e correlação com propriedades decorrentes** Projeções, v. 23, p. 13-32, jan./dez. 2005.

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e aplicações** São Paulo. Ed. Unicamp, 2001. 1ª edição.

GOMES, R. C. F. **Caracterização térmica e mecânica de ligas hipoeutéticas de alumínio-níquel (Al-Ni)**. Brasília: Faculdade UnB Gama, Universidade de Brasília, 2013. Dissertação.

GOMES, L. G. **Microestrutura dendrítica, macrossegregação e microporosidade na solidificação de ligas ternárias Al-Si-Cu**, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Brasil, 2012. 178p. Tese.

GOULART, P. R. **Variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas hipoeutéticas Al-Si**. Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2005. 105p. Dissertação.

GOULART, P. R. **Caracterização da microestrutura de solidificação de ligas Al-Fe e correlação com propriedades mecânicas**, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2010. 160p. Tese.

GUNDUZ, M. e ÇADIRLI, E. **Directional solidification of aluminium- copper alloys**. Materials Science and Engineering A327 (2002) 167-185.

IAI - **The International Aluminium Institute**. Disponível em <http://www.world-aluminium.org/>, 2014.

JUAREZ-HERNANDEZ A. e JONES, H. **Growth temperature measurements and solidification microstructure selection of primary Al<sub>3</sub>Ni and eutectic in the Al-Al<sub>3</sub>Ni system** Scripta Materialia, Vol. 38, No. 5, pp. 729–734, 1998.

KARAKOSE, E. e KESKIN, M. **Structural investigations of mechanical properties of Al based rapidly solidified alloys** Materials and Design 32 (2011) 4970–4979.

KAYA, H.; ÇADIRLI, E.; BOYUK U.; MARASLI N. **Variation of microindentation hardness with solidification and microstructure parameters in the Al based alloys**

Applied Surface Science 255 (2008) 3071–3078

LI, X.; FAUTRELLE, Y.; REN, Z. **Effect of a high magnetic field on the microstructure in directionally solidified Al-12wt%Ni alloy.** Journal of Crystal Growth 306 (2007) 187-194.

MCCARTNEY, D. G.; HUNT, J. D. **Measurements of cell and primary dendrite arm spacings in directionally solidified aluminium alloys** Acta Metallurgica Volume 29, Issue 11, November 1981, Pages 1851–1863.

NADELLA, R.; ESKIN, D. G.; DU, Q.; KATGERMAN, L. **Macrosegregation in direct-chill casting of aluminium alloys.** Progress in Materials Science 53 (2008) 421-480.

OSÓRIO, W. R. R. **Correlação entre parâmetros da solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas Zn-Al.** Campinas. São Paulo. Dissertação. 2000.

PARIONA, M. M.; RUGENSKI, J. K.; CANTÉ, M.; SPINELLI, E. J.; GARCIA, A. **Thermal stress analysis of a directionally solidified Al-1 wt%Ni alloy casting** Finite Elements in Analysis and Design 46 (2010) 889–895.

PEIXOTO, L. C. L. **Micrpestruturas de solidificação e resistências mecânicas e a corrosão de ligas Pb-Sn diluídas,** Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2009. 111p. Dissertação.

PERES, M. D. **Desenvolvimento da macroestrutura e da microestrutura na solidificação unidirecional transitória de ligas Al-Si,** Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2005. Tese.

QUARESMA, J. M. V. **Correlação entre condições de solidificação, microestrutura e resistência mecânica.** Tese de Doutorado, Unicamp, Campinas, 1999.

RAJAN, T.P.D.; PILLAI, R.M.; PAI, B.C. **Functionally graded Al-Al<sub>3</sub>Ni in situ intermetallic composites: Fabrication and microstructural characterization** Journal of Alloys and Compounds 453 (2008) L4–L7

ROCHA, O F.L. **Análise teórico-experimental da transição celular/dendrítica e da evolução da morfologia dendrítica na solidificação unidirecional em condições de**

**calor transitório.** Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2003, Tese de Doutorado.

ROSA, D.M. **Estruturas Celulares, Transição Celular/Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória** –Tese de doutorado, Unicamp – Campinas, 2007.

SANTOS, R. G. **Transformação de fases em materiais metálicos.** Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2006, 432 p.

SILVA, L. B.; GARCIA, A.; SPINELLI, J. E. **The effects of microstructure and intermetallic phases of directionally solidified Al-Fe alloys on microhardness.** Materials Letters 89, 2012, 291-295.

SILVA, A.P.; SPINELLI, J.E.; MANGELINCK-NOEL, N., GARCIA, A. **Microstructural development during transient directional solidification of hypermonotectic Al-Bi alloys,** Mater. Des 31 (2010) 4584 e 4591.

SPINELLI, J. E. **Influência da convecção no líquido nas variáveis térmicas e estruturais na Solidificação Descendente de Ligas Sn-Pb.** Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2005, Tese de Doutorado.

WANG, C.; WANG, Q.; WANG, Z.; LIA, H.; NAKAJIMA, K., H, J. **Phase alignment and crystal orientation of Al<sub>3</sub>Ni in Al–Ni alloy by imposition of a uniform high magnetic field** Journal of Crystal Growth 310 (2008) 1256–1263.

## ANEXO 1

### FÓRMULAS PARA ESTEQUIOMETRIA DE LIGAS BINÁRIAS

#### Parâmetros Essenciais:

Volume da lingoteira a ser preenchida =  $V_{Lingoteira}$

Composição Mássica de soluto (%)

Composição Mássica de solvente (%)

Massa específica do soluto =  $M_{Esp.Soluto}$

Massa específica do solvente =  $M_{Esp.Solvente}$

#### Fórmulas:

$$V_{Solvente} = \frac{V_{Lingoteira}}{\left(1 + \frac{M_{Soluto}}{M_{Solvente}}\right) * \left(\frac{M_{Esp.Solvente}}{M_{Esp.Soluto}}\right)}$$

$$V_{Soluto} = V_{Lingoteira} - V_{Solvente}$$

$$M_{Soluto} = V_{Soluto} * M_{Esp.Soluto}$$

$$M_{Solvente} = V_{Solvente} * M_{Esp.Solvente}$$

$$M_{Total} = M_{Solvente} * M_{Soluto}$$

## ANEXO 2

### DIMENSÕES DOS CORPOS DE PROVA PARA ENSAIO DE EXCITAÇÃO POR IMPULSO

Al-9%Ni								
Corpo de Prova	Massa		Comprimento			Diâmetro		
CP	m (g)	DP (g)	L (mm)	L médio (mm)	DP (mm)	d (mm)	d médio (mm)	DP (mm)
11	11,305	0,001	79,28	79,35	0,05	7,82	7,86	0,03
			79,40			7,87		
			79,38			7,88		
12	12,591	0,001	83,88	83,91	0,03	7,97	8,03	0,04
			83,94			8,06		
			83,90			8,07		
13	11,907	0,001	84,81	84,82	0,02	7,91	7,92	0,02
			84,80			7,92		
			84,84			7,94		
21	12,266	0,001	85,00	85,05	0,04	7,96	7,98	0,02
			85,09			7,99		
			85,07			8,00		
22	12,441	0,001	85,01	85,02	0,01	8,03	8,05	0,02
			85,02			8,05		
			85,04			8,07		
23	12,228	0,001	84,89	84,94	0,05	8,10	8,06	0,04
			85,01			8,07		
			84,92			8,00		
31	12,457	0,001	85,05	85,04	0,00	7,93	7,95	0,02
			85,04			7,95		
			85,04			7,97		
32	12,361	0,001	84,89	84,88	0,02	8,02	8,03	0,01
			84,86			8,03		
			84,90			8,04		
33	12,042	0,001	84,44	84,47	0,02	7,96	7,98	0,02
			84,50			7,99		
			84,47			8,00		
41	12,840	0,001	84,26	84,26	0,02	8,10	8,08	0,03
			84,24			8,12		
			84,28			8,04		
42	12,331	0,001	85,06	85,07	0,01	8,02	8,00	0,01
			85,06			8,01		
			85,09			7,99		
43	12,198	0,001	84,53	84,53	0,05	8,00	8,03	0,03
			84,60			8,07		
			84,47			8,03		

Al-8,5%Ni								
Corpo de Prova	Massa		Comprimento			Diâmetro		
CP	m (g)	DP (g)	L (mm)	L médio (mm)	DP (mm)	d (mm)	d médio (mm)	DP (mm)
11	12,679	0,001	84,52	84,47	0,04	7,96	7,99	0,02
			84,44			7,99		
			84,45			8,02		
12	12,537	0,001	84,42	84,43	0,02	7,99	8,06	0,05
			84,42			8,06		
			84,46			8,12		
13	12,351	0,001	84,44	84,43	0,01	8,02	8,09	0,06
			84,43			8,10		
			84,42			8,15		
21	12,767	0,001	84,56	84,58	0,02	8,03	8,01	0,03
			84,57			8,02		
			84,61			7,97		
22	12,297	0,001	84,53	84,50	0,02	8,00	7,98	0,01
			84,48			7,99		
			84,49			7,97		
23	11,874	0,001	84,44	84,45	0,02	7,88	7,94	0,04
			84,44			7,94		
			84,48			7,99		
31	12,725	0,001	84,49	84,50	0,01	8,01	8,01	0,01
			84,51			8,02		
			84,50			8,00		
32	12,384	0,001	84,43	84,45	0,02	8,00	8,01	0,01
			84,47			8,02		
			84,46			8,02		
33	12,147	0,001	84,41	84,45	0,03	8,00	8,03	0,02
			84,47			8,03		
			84,46			8,06		
41	12,739	0,001	84,49	84,50	0,02	8,05	7,98	0,06
			84,53			7,98		
			84,49			7,91		
42	12,309	0,001	84,38	84,38	0,01	7,92	7,98	0,04
			84,37			8,00		
			84,39			8,02		
43	12,027	0,001	84,75	84,76	0,01	7,92	7,95	0,02
			84,76			7,95		
			84,77			7,98		