

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

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE LIGAS
DILUÍDAS DE ALUMÍNIO-NIÓBIO**

JOSÉ ILDON SARAIVA SILVA

ORIENTADOR: Dr. DANIEL MONTEIRO ROSA

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

**PUBLICAÇÃO: FGA.DM – 052A/2017
BRASÍLIA/DF: NOVEMBRO/2017**



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

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE LIGAS
DILUÍDAS DE ALUMÍNIO-NIÓBIO**

JOSÉ ILDON SARAIVA SILVA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA DA FACULDADE GAMA E UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA, COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA.

ORIENTADOR: DR. DANIEL MONTEIRO ROSA

**Brasília, DF
2017**



**Universidade de Brasília - UnB
Faculdade UnB Gama – Faculdade de Tecnologia
Programa de Pós Graduação em Integridade de
Materiais da Engenharia**

JOSÉ ILDON SARAIVA SILVA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA DA FACULDADE GAMA E UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA, COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA.

APROVADA POR:



Prof. Dr. Daniel Monteiro Rosa (ENM-UNB)
Orientador



Prof. Dr. Cosme Roberto Moreira da Silva, UnB/ FGA
Membro externo



Prof. Dr. Emmanuel Pacheco Rocha Lima, UnB/ FGA
Membro interno

**Brasília, DF
2017**

FICHA CATALOGRÁFICA

SILVA, JOSÉ ILDON SARAIVA SILVA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE LIGAS DILUÍDAS DE ALUMÍNIO-NIÓBIO. [Distrito Federal] 2017.

Nº.89p. 210 x 297 mm (FGA/FT/UnB, Mestre, Integridade de Materiais da Engenharia, 2017).

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

1. Espaçamentos dendríticos

2. Ligas Al-Nb

3. Solidificação unidirecional

4. Variáveis térmicas

I. FGA/FT/UnB

II. FGA.DM-052A/2017

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

SILVA, J. I. S. (2017). Caracterização Microestrutural e Mecânica de Ligas Diluídas de Alumínio-Nióbio (Al-Nb). Dissertação de Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia, Publicação 52A/2017, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, DF, 89p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: José Ildon Saraiva Silva

TÍTULO: Caracterização Microestrutural e Mecânica de Ligas Diluídas de Alumínio-Nióbio (Al-Nb).

GRAU: Mestre

ANO: 2017

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.

José Ildon Saraiva Silva

Campus Universitário Darcy Ribeiro – Asa Norte

CEP 70190-900 Brasília, DF – Brasil.

ildonss@hotmail.com

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha mãe (*in memoriam*),
à minha esposa, aos meus filhos e meu pai por
tudo o que representam para mim.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter me dado à vitória de poder concluir este trabalho, foi um período de muita luta, momentos de desânimos, também momentos que me trouxe mais perto de Deus.

Agradeço a minha esposa pela paciência que teve por minha ausência nos momentos que tive que dedicar a este trabalho, desde o início me acompanhou, sempre me apoiando.

Ao meu orientador Prof. Dr. Daniel Monteiro Rosa, pela confiança que me foi depositada, pela oportunidade de poder trabalhar ao seu lado, adquirindo o conhecimento compartilhado por ele.

Agradeço a meu colega de trabalho Professor Ms. João Guedes, o qual me incentivou desde o início e me substituiu no trabalho durante a minha ausência em função do mestrado.

Agradeço a todos, que de alguma forma contribuíram para realização deste trabalho, em especial ao engenheiro Maycol Moreira Coutinho.

RESUMO

Neste presente trabalho foram fabricadas em laboratório duas ligas binárias diluídas do sistema Al-Nb, sendo a primeira com 0,8%Nb e a segunda com 1,2%Nb. Essas ligas foram solidificadas de forma que o fluxo de calor durante a solidificação ocorresse de forma unidirecional e transiente. Para tanto, foi utilizado um dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente, constituído por um forno com controle eletrônico de temperatura, uma lingoteira de aço inoxidável com chapa molde de aço carbono 1020, instrumentada com termopares posicionados em função da chapa molde e um sistema de arrefecimento capaz de manter a chapa molde em uma temperatura constante de 25° C. Inicialmente foram obtidas as curvas experimentais e determinadas as variáveis térmicas de solidificação, tais como: velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* e a taxa de resfriamento para ambas as ligas estudadas. As microestruturas foram medidas com o auxílio de técnicas metalográficas e de microscopia óptica e correlacionadas com as variáveis térmicas obtendo-se assim as leis experimentais de crescimento dendrítico primário e secundário. Foram confeccionados corpos de prova para a obtenção do módulo elástico dinâmico, do fator de amortecimento e da dureza em função da variação das microestruturas. Os resultados indicam que as microestruturas mais refinadas tiveram maiores valores de módulo elástico e de dureza.

Palavras-chave: Espaçamentos dendríticos; Ligas Al-Nb; Solidificação unidirecional; Variáveis térmicas.

ABSTRACT

In this work two dilute binary alloys of the Al-Nb system were fabricated in the laboratory, a first one with 0.8% Nb and the second with 1.2% Nb. These alloys were solidified so that the heat flux during solidification occurred unidirectionally and transiently. For this purpose, an upward vertical unidirectional solidification device was used, consisting of an oven with electronic temperature control, a stainless steel ingot mold with 1020 carbon steel mold plate, instrument with thermocouples positioned as a plate and a cooling system Capacity to maintain a plate at a constant temperature of 25° C. Initially they were obtained as experimental curves and determined as solidification thermal variables, such as: velocity of displacement of the liquid isotherm and cooling rate for both alloys studied. The microstructures are measured with the aid of metallographic and optical microscopy techniques and correlated with thermal variables, thus obtaining experimental laws of primary and secondary dendritic growth. Test specimens were prepared to obtain the dynamic elastic modulus, the damping factor and the hardness as a function of the microstructures variation. The results indicate that as more refined microstructures had higher values of elastic modulus and hardness.

Keywords: Dendrite spacing, Al-Nb alloys, unidirectional solidification, thermal variables.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1.	(a)Morfologia dendrítica na interface de crescimento na solidificação da liga Al-0,8Nb.....	01
Figura 2.1:	Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio....	04
Figura 2.2:	Encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal..	05
Figura 2.3:	Técnicas experimentais de solidificação unidirecional: (a) vertical ascendente; (b) vertical descendente; (c) horizontal.....	06
Figura 2.4:	(a)Elemento de referência representativo do sistema metal/molde; (b) Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde.....	08
Figura 2.5:	Representação esquemática de embriões com arranjo atômico ordenado, que podem surgir no metal líquido e eventualmente tornar-se núcleos.....	12
Figura 2.6:	Partícula se solidificando.....	12
Figura 2.7:	Diagrama de energia livre versus temperatura.....	13
Figura 2.8:	Representação esquemática de macroestrutura de solidificação observada após o ataque químico de uma liga deste presente trabalho.....	16
Figura 2.9:	Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação das microestruturas de solidificação.....	20
Figura 2.10:	Estrutura representativa dos espaçamentos interdendríticos primários (λ_1), secundário (λ_2) e terciário (λ_3).....	20
Figura 2.11:	Condições de transição planar/celular/dendrítica pelo efeito do superresfriamento constitucional.....	22
Figura 2.12:	Esquema do desenvolvimento de uma interface celular.....	23
Figura 2.13:	Sinal no tempo da ressonância do aço após excitação por impulso mecânico.....	24

Figura 2.14:	Espectro de magnitudes de um trecho inicial do sinal da ressonância do aço após a excitação.....	25
Figura 3.1:	Fluxograma simplificado dos procedimentos experimentais.....	27
Figura 3.2:	Forno tipo mufla, fabricante Elektro Therm.....	28
Figura 3.3:	Lingoteira após aplicação de cimento a base fibra cerâmica sílico-aluminosa.....	29
Figura 3.4:	Posicionamento dos termopares no interior da lingoteira.....	30
Figura 3.5:	Vertendo o metal líquido dentro da lingoteira.....	30
Figura 3.6:	Detalhamento do corte do lingote para obtenção das amostras para análise micro estrutural e do corte das amostras para embutimento em baquelite (resina).....	31
Figura 3.7:	Corpos de análise já embutidos com resina acrílica.....	32
Figura 3.8:	Esquema representativo utilizado para quantificar os espaçamentos dendríticos primários em seção transversal da microestrutura para medição de λ_1 da liga Al-0,8%Nb.....	33
Figura 3.9:	Esquema representativo utilizado para quantificar os espaçamentos dendrítico secundários da microestrutura para medição de λ_2 da liga Al-0,8%Nb.....	34
Figura 3.10:	Durômetro Emco-Test.....	35
Figura 3.11:	Proporções recomendadas para geometria cilindro.....	35
Figura 3.12:	Corpo de prova utilizado para ensaio não destrutivo de excitação por impulso.....	36
Figura 4.1:	Temperatura <i>liquidus</i> aferida para a liga Al-0,8%Nb.....	37
Figura 4.2:	Temperatura <i>liquidus</i> aferida para a liga Al-1,2%Nb.....	38
Figura 4.3:	Curvas experimentais de resfriamento da liga Al-0,8%Nb.....	39
Figura 4.4:	Curvas experimentais de resfriamento da liga Al-1,2%Nb.....	39
Figura 4.5:	Posição a partir da interface metal/molde em função do tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> da liga Al-0,8%Nb.....	40

Figura 4.6:	Posição a partir da interface metal/molde em função do tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> da liga Al-1,2%Nb.....	41
Figura 4.7:	Evolução da velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i> em função da posição para a liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.....	42
Figura 4.8:	Taxa de resfriamento experimental em função da posição isoterma <i>liquidus</i> para a liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.....	43
Figura 4.9:	Gradientes térmicos em função da posição das ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.....	44
Figura 4.10:	Macroestruturas da liga Al-0,8Nb.....	45
Figura 4.11:	Macroestruturas da liga Al-1,2Nb.....	45
Figura 4.12:	Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b) Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção transversal ; Posições em relação a interface metal/molde: 8mm, 10mm e 14mm.....	47
Figura 4.13:	Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b) Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção transversal ; Posições em relação a interface metal/molde: 18mm, 22mm e 27mm.....	48
Figura 4.14:	Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b) Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção transversal ; Posições em relação a interface metal/molde: 35mm.....	49
Figura 4.15:	Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b) Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção longitudinal ; Posições em relação a interface metal/molde: 8mm, 10mm e 14mm.....	50
Figura 4.16:	Microestruturas dendríticas obtida da liga a) Al-0,8%Nb, b) Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção longitudinal ; Posições em relação a interface metal/molde: 18mm, 22mm e 27mm.....	51
Figura 4.17:	Microestruturas dendríticas obtida da liga a) Al-0,8%Nb, b) Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção longitudinal ; Posições em relação a interface metal/molde: 35mm.....	52
Figura 4.18:	Espaçamento dendrítico primário em função da posição a partir da interface metal/molde da liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.....	53
Figura 4.19:	Espaçamento dendrítico secundário em função da posição a partir da interface metal/molde da liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.....	54
Figura 4.20:	Espaçamento dendrítico primário em função da taxa de resfriamento para a liga Al-0,8%Nb.....	55

Figura 4.21:	Espaçamento dendrítico secundário em função da taxa de resfriamento para a liga Al-1,2%Nb.....	55
Figura 4.22:	Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade da isoterma liquidus para a liga Al-0,8%Nb.....	56
Figura 4.23:	Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade da isoterma liquidus para a liga Al-1,2%Nb.....	57
Figura 4.24:	Imagem no microscópio óptico com aumento de 500x revelando a endentação na amostra.....	58
Figura 4.25:	Evolução da microdureza Vickers (HV) em função da posição para a liga Al-0,8Nb.....	59
Figura 4.26:	Evolução da microdureza Vickers (HV) em função da posição para a liga Al-1,2Nb.....	59
Figura 4.27:	Evolução da microdureza Vickers (HV) em função de λ_1 para a liga Al-0,8Nb.....	60
Figura 4.28:	Evolução da microdureza Vickers (HV) em função de λ_1 para a liga Al-1,2Nb.....	61
Figura 4.29:	Módulo de elasticidade em função da posição para as ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb solidificadas unidirecionalmente.....	62
Figura 4.30:	Fator de amortecimento em função da posição para as ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb solidificadas unidirecionalmente.....	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Composição química do Alumínio e Níobio comercialmente puros.....	28
Tabela 4.1: Valores de microdureza por posição.....	58

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Letras Latinas

C_E	Concentração eutética	[% peso]
C_f	Composição final do líquido	[% peso]
C_0	Concentração nominal da liga	[% peso]
C_S	Percentagem de soluto na fase sólida em equilíbrio	[% peso]
D_L	Difusividade de soluto no líquido	$[m^2/s]$
G_L	Gradiente de temperatura em frente a isoterma <i>liquidus</i>	$[K/m]$
h	Coeficiente de transferência de calor molde/ambiente	$[W/m^2.K]$
h_{iamb}	Coeficiente de transferência de calor metal/molde	$[W/m^2.K]$
K	Condutividade Térmica	$[W/m.K]$
K_o	Coeficiente de redistribuição de soluto	[Adimensional]
M	Parâmetro material/molde	[Adimensional]
m_L	Inclinação da linha <i>liquidus</i>	$[^{\circ}C/ \% \text{ peso}]$
P	Posição de cada termopar no lingote direcional	[mm]
R^2	Coeficiente de determinação	[Adimensional]
T	Temperatura	[K]
T_o	Temperatura ambiente	[K]
T_f	Temperatura de fusão	[K]
T_L	Temperatura da isoterma <i>liquidus</i>	[K]
T_S	Temperatura da isoterma <i>solidus</i>	[K]
T_V	Temperatura do vazamento	$[^{\circ}C]$
\dot{T}	Taxa de resfriamento	$[K/s]$
S_L	Posição da isoterma <i>liquidus</i>	m
T_L	Temperatura <i>liquidus</i>	$[^{\circ}C]$
T	Tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> por cada termopar	[s] [s]
t_{SL}	Tempo local de solidificação	[m/s]
V_L	Velocidade da isoterma <i>liquidus</i>	[m/s]
V_S	Velocidade da isoterma <i>solidus</i>	$[W.s^{1/2}/m^2.K]=$
g	Aceleração da gravidade	$[m/s^2]$

Letras Gregas

ΔS	Entropia de fusão	[K]
ΔT_V	Superaquecimento	[K]
ΔT	Super-resfriamento	[K]
Γ	Coeficiente de Gibbs-Thomson	[m.K]
α	Difusividade térmica	[m ² /s]
λ_C	Espaçamento celular	[μm]
λ_1	Espaçamento dendrítico primário	[μm]
λ_2	Espaçamento dendrítico secundário	[μm]
λ_3	Espaçamento dendrítico terciário	[μm]
σ_e	Limite de escoamento	[Mpa]
ρ	Massa específica	[kg/m ³]
σ	Tensão superficial da interface	[J/m ²]
δ	Alongamento específico	[%]

Subscrito

L	Líquido
M	Molde
S	Sólido
S/L	Sólido / Líquido

Abreviações

Asc.	Ascendente
Des.	Descendente
EDP	Espaçamento Dendrítico Primário
EDS	Espaçamento Dendrítico Secundário
HV	Vickers Hardness (Dureza Vickers)
LPM	Litros por minutos
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
SRC	Super-resfriamento constitucional

Siglas

ABNT Associação Brasileira de Normas Técnicas

UNB Universidade de Brasília

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	01
1.1. Considerações Iniciais	01
1.2. Objetivos Geral	02
1.3. Objetivos Específicos	02
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	03
2.1. Propriedades Mecânicas do Alumínio e suas Ligas	03
2.2. Solidificação	04
2.3. Variáveis Térmicas	08
2.3.1. Tempo de passagem da isoterma liquidus (T_L)	09
2.3.2. Velocidade de deslocamento da isoterma liquidus (V_L).....	09
2.3.3. Taxa de resfriamento (\dot{T})	10
2.3.4. Gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido (G_L).....	10
2.4. Nucleação	10
2.4.1. Nucleação homogênea.....	11
2.4.2. Nucleação heterogênea	13
2.5. Taxa de Nucleação	14
2.6. Caracterização da Macroestrutura e Microestrutura	15
2.6.1. Macroestrutura	15
2.6.1.1. Zona coquilhada	17
2.6.1.2. Zona colunar.....	17
2.6.1.3. Zona equiaxial	18
2.6.1.4. Transição colunar/equiaxial	18
2.6.2. Microestrutura.....	19
2.6.2.1. Estrutura planar	21
2.6.2.2. Estrutura celular	22

2.6.2.3. Estrutura dendrítica	22
2.7. Propriedades Mecânicas	24
2.7.1. Módulo elástico e coeficiente de amortecimento.....	24
3. MATERIAIS E MÉTODOS	26
3.1. Cálculos Estequiométricos, Cortes e Pesagens	27
3.2. Preparação da Lingoteira para Vazamento da Liga.....	29
3.3. Vazamento da Liga na Lingoteira	30
3.4. Caracterização Macro e Micro Estrutural das Ligas	31
3.4.1. Procedimento metalográfico para macroestrutura.....	32
3.4.2. Procedimento metalográfico para microestrutura.....	32
3.5. Ensaio de Microdureza.....	34
3.6 Caracterização do Módulos Elásticos e Amortecimentos	35
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	37
4.1. Análise dos Parâmetros Térmicos de Solidificação	37
4.1.1. Curvas experimentais da temperatura liquidus das ligas Al-0,8Nb e Al-1,2 Nb.....	37
4.1.2. Curvas de resfriamento das ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb	38
4.1.3. Tempo de passagem da isoterma liquidus (P(t)) das ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb	40
4.1.4. Velocidade da isoterma liquidus (V _P) das ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb	41
4.2. Determinação das Taxas de Resfriamento (T_R)	42
4.3. Determinação dos Gradientes Térmicos (G_L).....	43
4.4. Macroestruturas das Ligas Al-Nb.....	44
4.5. Microestruturas das Ligas Al-Nb.....	45
4.5.1. Espaçamentos dendríticos primários (λ ₁), ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb	46
4.5.2. Espaçamentos dendríticos secundários (λ ₂), ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.....	49
4.6. Quantificação dos Espaçamentos Dendríticos das Ligas Al-Nb.....	52

4.6.1. Caracterização dos espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e (λ_2), ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.....	52
4.6.2. Correlações entre parâmetros térmicos da solidificação e espaçamentos dendríticos.....	54
4.7. Microdureza Vickers	57
4.8. Ensaio Excitação por Impulso	61
5. CONCLUSÕES.....	63
5.1. Sugestões para Próximos Trabalhos.....	64
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	65

1. INTRODUÇÃO

1.1. Considerações Iniciais

Um objeto ou componente mecânico é normalmente produzido tendo que atender um conjunto de condições de um projeto. Normalmente o Alumínio puro apresenta uma resistência mecânica relativamente baixa. O alumínio apresenta temperatura de fusão de 660°C e a baixa energia para sua fundição impõe limitações de uso em temperaturas mais elevadas que 200° C.

Segundo Garcia (2007), o controle dos parâmetros térmicos de solidificação definirá as características do produto final através da microestrutura alcançada no material. Estudos vêm citando que as variáveis podem ser correlacionadas com a microestrutura obtida, sendo elas a velocidade da solidificação (V_L), gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido (G_L), taxa de resfriamento (\dot{T}) e a concentração e redistribuição de soluto (C_0), portanto as propriedades mecânicas dos produtos fundidos são dependentes das condições assumidas durante o processo de solidificação.

Pode-se observar na Figura 1.1 uma micrografia de uma microestrutura dendrítica sendo esta a estrutura com maior ocorrência durante a solidificação de ligas metálicas. Na figura também pode ser observado, além das colunas principais, denominadas de braços dendríticos primários, a formação de braços secundários.



Figura 1.1: Morfologia dendrítica na interface de crescimento na solidificação da liga Al0,8%Nb.

Fonte: Própria (2017).

O nióbio visa proteção por barreira, com isso se torna uma excelente alternativa para a redução de custos com reparo de danos causados por corrosão, na proteção de equipamentos, um aumento na dureza e melhoria nas propriedades mecânicas (MARIANO, 2008).

Pesquisas mostram que o uso do nióbio melhora as propriedades de ligas metálicas. Com a adição do nióbio ao aço é obtido melhora em suas propriedades mecânicas, e quando tratado mostra precipitados aumentando a sua resistência, no aço também é mostrado que a fixação do nióbio produz vantagens como alargamento da temperatura de processo de austenita gama, sendo assim uma melhora na microestrutura o tornando um elemento de liga que produz melhoras para a mesma. Os benefícios grão de aperfeiçoamento incluem o tamanho, a precipitação reforço, promovendo a microestrutura desejada e, portanto, a obtenção de combinações que aumentam a resistência (MISRA; JANSTO, et. al., 2015).

Nesse sentido, as variáveis térmicas também influenciam no processo de solidificação e resultados, é importante que se faça uma análise experimental e caracterização da microestrutura obtida, o que poderá nos trazer parâmetros para entender as ligas propostas de Al-Nb.

1.2 Objetivo geral

O objetivo deste trabalho foi a produção de uma análise experimental de ligas de Al-Nb, considerando duas composições de ligas binárias, com o propósito de avaliara influência das variáveis térmicas na formação das microestruturas brutas de fusão com a caracterização experimental da microestrutura resultante e quantificação dos parâmetros microestruturais e correlações dos parâmetros térmicos com as microestruturas e com as propriedades mecânicas de módulo elástico dinâmico, fator de amortecimento e dureza.

1.3 Objetivos específicos.

- Fabricação de duas ligas metálicas de alumínio com nióbio com as composições 0,8%Nb e 1,2%Nb;
- Obtenção das variáveis térmicas obtidas por meio de solidificação unidirecional;
- Quantificação dos espaçamentos micro-estruturais das ligas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Propriedades Mecânicas do Alumínio e suas Ligas

A concorrência no setor industrial gera transformações, obrigando com que as empresas que lidam diretamente com o consumidor, ofereçam qualidade aliada a redução de custos na produção. Surgem mudanças no campo tecnológicos com finalidade de desenvolver materiais com condições de aplicações antes limitadas (GARCIA et al., 2009).

As ligas de alumínio ganharam mercados crescentes na indústria automotiva e aeronáutica. As novas ligas ainda estão em desenvolvimento, uma vez que ainda existem amplas possibilidades de melhorar suas propriedades usando simples, técnicas acessíveis, como a liga e tratamento térmico. Uma ampla gama de materiais pode ser adicionada ao alumínio (VOORT, 2004).

Elementos de liga típicos das ligas de alumínio são o cobre, magnésio, manganês, silício e zinco. Existem dois procedimentos principais para que os componentes à base de ligas de alumínio sejam alcançados, fundição e forjamento, dividido em dois grupos, não tratável termicamente e tratável termicamente. Em torno de 85 % do alumínio é aproveitado para produtos forjados, como laminados de placas, folhas e extrusões. Ligas de alumínio fundido são na maioria das vezes associadas a produtos com despesa de fabricação menor devido ao ponto de fusão relativamente baixo, ainda que eles geralmente tenham menor resistência à tração que componentes forjados. O sistema binário mais importante no que diz respeito às ligas fundição é o Al-Si, com silício geralmente na faixa de 4,0% a 13%. As ligas de alumínio são largamente utilizadas em estruturas de engenharia civil e componentes onde há exigência de alta resistência mecânica específica (razão resistência mecânica / massa específica) ou resistência à corrosão (POLMEAR, 1996).

Elementos que são na maioria das vezes mais presentes nas ligas comerciais de alumínio comercial, como cobre, magnésio, manganês, silício e zinco, são acrescentados para proporcionar maior resistência, em especial o endurecimento por deformação a frio, e tratamento térmico. Estes elementos têm boa solubilidade no alumínio, aumentando com o acréscimo da temperatura (SUKER, 2013). Na

Figura 2.1 seguem as principais ligas de alumínio comerciais (binárias, ternárias e quaternárias).

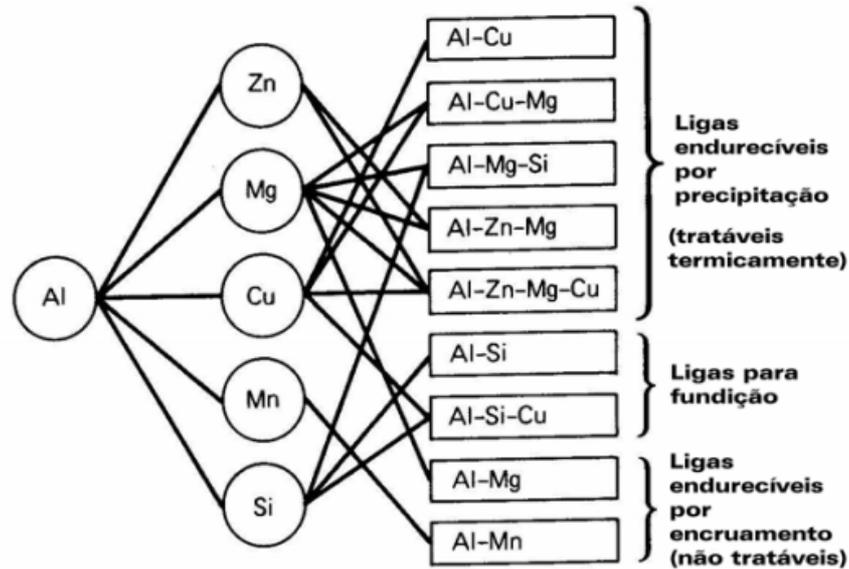


Figura 2.1. Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio

Fonte: Matsumoto (2012).

2.2. Solidificação

O metal do estado sólido através de aquecimento transforma-se no estado líquido, modificação conhecida como fusão, acontecendo na temperatura de fusão. Nos metais puros e em ligas de composição eutética, tais modificações acontecem em temperatura fixa e definida cujos valores são dependentes da pressão. 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 (OSÓRIO, 2000). Na solidificação de metais e ligas consiste fundamentalmente em um processo de extração de calor seguido da transformação de fase líquido/sólido (CAMPOS JR, 2017).

O procedimento de fundição mostra claramente a mais importante opção para a fabricação de produtos metálicos acabados e semi acabados. As condições térmicas operacionais em que a mudança líquido/sólido ocorre, tais como gradientes de temperatura e taxas de resfriamento, mudam de processo para processo e podem também estar sujeito tanto do tempo, como da posição. Pode-se citar como exemplo, em relação à interface metal/molde.

A Figura 2.2 mostra o fluxograma do encadeamento dos fenômenos que ocorrem na solidificação de um metal, desde o metal líquido até o produto solidificado.

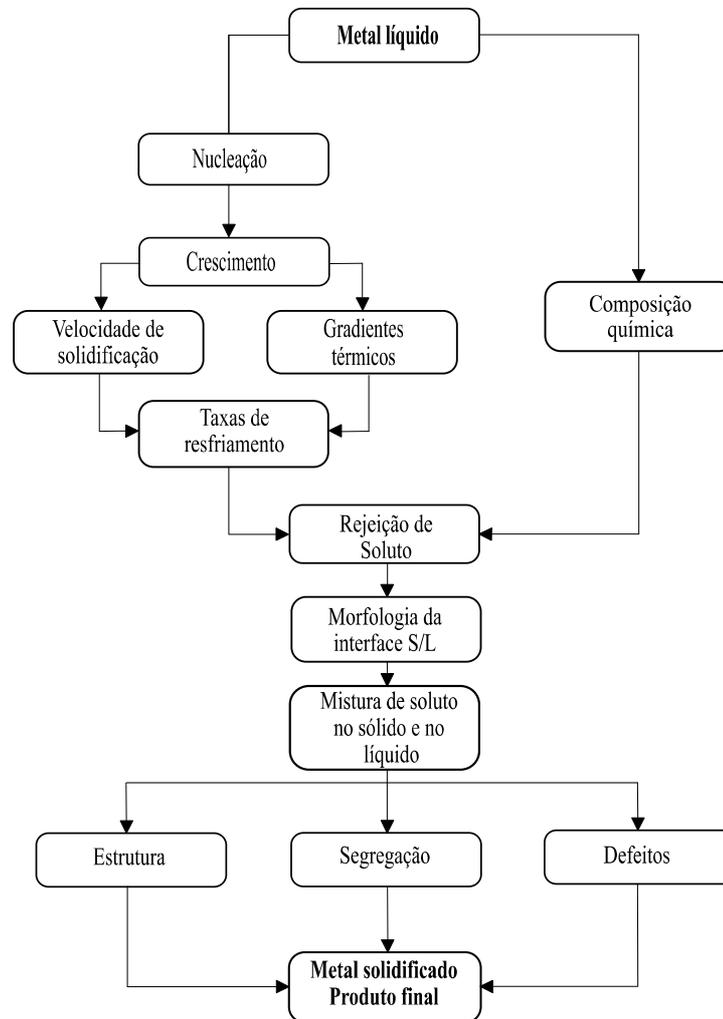


Figura 2.2: Encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal.

Fonte: (Garcia, 2007).

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 à 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).

Uma liga monofásica é gerada por um componente básico, ao qual é adicionado outro elemento com a finalidade de alcançar determinadas propriedades,

cuja solidificação em condições de equilíbrio gera uma estrutura constituída por uma única fase (GARCIA, 2007).

As propriedades mecânicas de metais e ligas no estado bruto de solidificação estão diretamente associadas à microestrutura final resultante, ou seja, essas propriedades dependem de tamanho de grão, espaçamentos dendríticos ou celulares, espaçamentos lamelares ou fibrosos, das heterogeneidades de composição química, do tamanho, forma e distribuição de inclusões, da porosidade formada, etc. A temperatura de vazamento do metal líquido surge como a primeira variável de influência, juntamente com a intensidade das correntes convectivas durante o preenchimento do molde. Este atuará como o principal meio que extrai calor do metal, garantindo a transformação líquido/sólido, e a velocidade da extração de calor vai depender da capacidade de absorção de calor pelo molde, com influência direta nas taxas de resfriamento (GARCIA, 2007).

Na solidificação unidirecional de materiais, através de alguns tipos de disposições físicas, sendo elas: solidificação unidirecional horizontal, solidificação unidirecional vertical ascendente e solidificação unidirecional vertical descendente. Através de um controle dos parâmetros térmicos durante a solidificação pode-se definir as características do produto fundido por meio da microestrutura obtida no material. Podemos observar na Figura 2.3, numa forma esquemática, esses três processos e o sentido que ocorre a extração de calor.

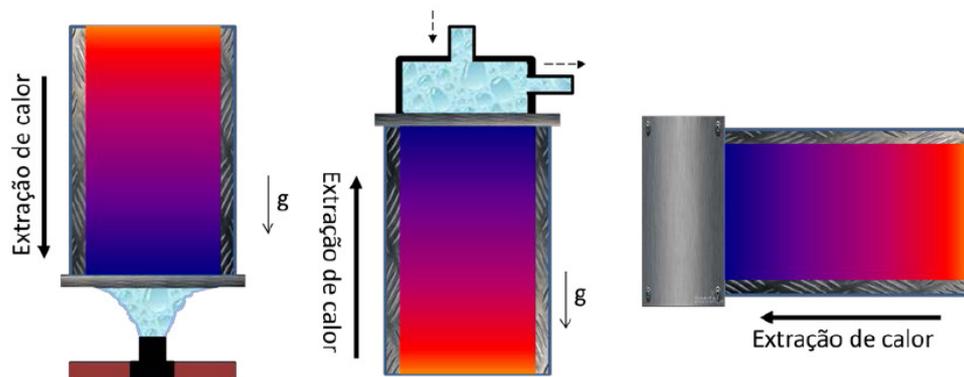


Figura 2.3: Técnicas experimentais de solidificação unidirecional: (a) vertical ascendente; (b) vertical descendente; (c) horizontal.

Fonte: Adaptado de Brito (2012).

O método de solidificação direcional é efetivo na obtenção de microestruturas alinhadas, o que produz efeito importante no aumento de resistência mecânica dessas ligas (MOTA, 1998).

Através destes experimentos de solidificação realizados por meios dos dispositivos citados, é possível obter as variáveis térmicas, entre elas a taxa de resfriamento (\dot{T}), velocidades de solidificação (V_L) a partir da fonte fria (molde). Através desses parâmetros, com o estudo da macroestrutura e microestrutura é possível estabelecer leis experimentais para crescimento celular, interfásico e/ou crescimento dendrítico em função de \dot{T} e V_L , em condições transitórias de extração de calor. Informações importantes são obtidas através da solidificação unidirecional em regime transitório de fluxo de calor, tanto no processo de solidificação, como na redistribuição do soluto em diferentes ligas com sistemas metálicos binários e ternários (GARCIA, 2012; BRITO, 2012; GOMES, 2012; MOUTINHO, 2012; CAMPOS JR, 2017; GOULART, 2010; ROSA, 2007; ROCHA, 2003; DIAS FILHO, 2013).

A mudança líquido/sólido é acompanhada por liberação de energia térmica, com uma fronteira móvel afastando as duas fases de propriedades termo-físicas diferentes. 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 (GARCIA, 2007). A Figura 2.4 (a) mostra um sistema do qual é extraído um elemento de referência representativo que exemplifica os principais modos de extração de calor: i) condução térmica no metal e no molde; ii) transferência newtoniana na interface metal/molde; iii) convecção no metal líquido e na interface molde/ambiente; iv) radiação térmica do molde para o meio ambiente.

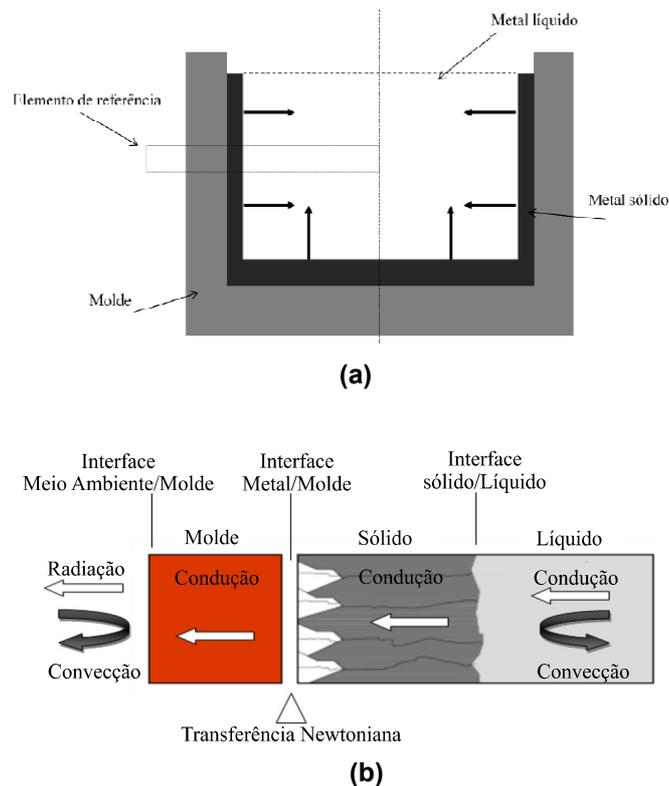


Figura 2.4: (a) Elemento de referência representativo do sistema metal/molde; (b) Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde.

Fonte: Adaptado Garcia (2007).

2.3. Variáveis Térmicas

Um dos maiores desafios continua sendo o controle das variáveis durante o processo de solidificação em função da microestrutura. Definindo as condições térmicas, podem-se atender as propriedades e qualidades exigidas, minimizando custos e gerando resultados no processo de solidificação (DANTAS, 2014; NASCIMENTO, 2017).

As variáveis influenciam no resultado da microestrutura durante o processo de solidificação, sendo as variáveis térmicas de solidificação: tempo de passagem da isoterma *liquidus* (t_L) por cada posição dos termopares localizados no lingote, velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), taxa de resfriamento (\dot{T}) e gradiente térmico (G_L). Essas variáveis foram obtidas a partir de análises das curvas de resfriamento resultantes dos experimentos (DANTAS, 2014; NASCIMENTO, 2017).

2.3.1. Tempo de passagem da isoterma *liquidus* (T_L)

O tempo é obtido a partir da intersecção de uma horizontal indicativa de cada temperatura *liquidus* (T_L) com a curva de resfriamento para cada posição dos termopares (P), sendo que, a partir da T_L da liga analisada traça-se uma reta paralela ao eixo dos tempos. Pelas intersecções dessa reta com as curvas de resfriamento em sequências, em cada uma das seis posições, têm-se os tempos correspondentes. Definem-se estes tempos, como sendo de passagem da isoterma *liquidus* em cada posição monitorada pelos termopares.

Os dados são ajustados através do software Labview pelo método dos mínimos quadrados, desenvolvendo uma função $P(t) = a.t^b$, podendo gerar uma curva que representa deslocamento desta isoterma em todo o lingote em que ocorreu a solidificação (DIAS FILHO, 2013; GOMES, 2013; DANTAS, 2014; NASCIMENTO, 2017).

2.3.2. Velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L)

A velocidade da isoterma *liquidus* (V_L), para todas as ligas, representa a rapidez em que a frente de solidificação adianta ao longo do material, é determinada pela derivada da função experimental $P(t)$ ajustada anteriormente pelo programa, sendo a Equação 1.

$$V_L = \frac{dP}{dt} \quad (1)$$

Na continuidade da solidificação, a velocidade da isoterma *liquidus* tende-se a reduzir à medida que vai se distanciando da interface metal/molde, de onde iniciou a solidificação, isso é devido ao aumento da resistência térmica gerada pela camada solidificada, diminuindo a transmissão de energia (DIAS FILHO, 2013; GOMES, 2013; DANTAS, 2014; NASCIMENTO, 2017).

2.3.3. Taxa de resfriamento (\dot{T})

A taxa de resfriamento demonstra a diminuição da temperatura em função do tempo, no momento em que calor está sendo extraído do lingote, em um determinado momento do processo de solidificação, representado pela Equação 2:

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt} \quad (2)$$

Tendo-se o controle da taxa de resfriamento, é possível prever a velocidade de solidificação, portanto, o gradiente térmico no metal. Essa taxa de resfriamento é o produto da velocidade de solidificação e do gradiente térmico (GARCIA, 2007; DIAS FILHO, 2013; GOMES, 2013; DANTAS, 2014; NASCIMENTO, 2017).

2.3.4. Gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido (G_L)

Na solidificação em condições de fluxo de calor transitório, esta variável varia livremente com o tempo, é o que ocorre geralmente em práticas de fundições e lingotamento, o gradiente térmico depende da taxa de resfriamento do material e de outros fatores.

O gradiente térmico é percebido através da diferença da temperatura da parte sólida em relação à em que se encontra no estado líquido. O surgimento e a forma em que o grão adquire após a solidificação do metal, depende de muitos fatores, dos quais são importantes os gradientes térmicos, sendo calculado a partir da relação $\dot{T} = G_L \cdot V_L$ (GARCIA, 2007; DIAS FILHO, 2013; GOMES, 2013; DANTAS, 2014; NASCIMENTO, 2017).

2.4. Nucleação

As condições termodinâmicas de um sistema material são alteradas, uma nova fase pode, por apresentar menor energia livre nessa nova condição, tornar-se mais estável que a fase existente, havendo então a tendência de transformação da fase existente nessa nova fase, com conseqüente diminuição da energia livre do sistema. Essa transformação se inicia com a nucleação de partículas da nova fase no interior da fase existente (SANTOS, 2006).

Como a nova fase apresenta energia livre menor, o volume da partícula que substitui a fase anterior provoca uma diminuição local da energia livre, mas surge uma interface entre essa partícula e a fase na qual ela surge. Existe uma energia de superfície positiva associada a essas interfaces, o que provoca um aumento local de energia. Pode-se então concluir que a estabilidade da nova partícula está associada ao balanço entre a variação negativa da energia associada a seu volume e a variação positiva associada à sua superfície. Assim, só partículas que apresentem dimensões tais que a variação negativa da energia associada ao volume passe a exercer uma influência maior que a variação positiva de energia associada à superfície tem condições de se tornar núcleos estáveis e crescer, promovendo a transformação de uma fase em outra (SANTOS, 2006).

Em um caso mais geral, quando o núcleo apresenta estrutura atômica e composição diferentes daquelas características da fase existente, deve haver a concentração dos átomos que entram na composição da nova fase em uma determinada região para permitir a formação de uma partícula com estrutura atômica e composição características da nova fase (SANTOS, 2006).

A nucleação pode ser classificada como homogênea ou heterogênea, dependendo de ocorrer com ou sem a interferência de agentes estranhos ao sistema material. A seguir, são analisados esses dois tipos de nucleação, bem como as condições necessárias para que uma partícula da nova fase se torne um núcleo estável (SANTOS, 2006).

2.4.1. Nucleação homogênea

O processo de nucleação que ocorre em uma fase homogênea se dá o nome de nucleação homogênea. Nessa, a partícula pode ser nucleada em qualquer local do sistema, pois não há sítios preferenciais para a nucleação. Para entender melhor as reações que ocorrem entre os líquidos e sólidos, deve-se admitir que se trata de uma solidificação de metais puros e que todas as suas partículas sólidas sejam em formato de esferas.

A nucleação é considerada homogênea quando o núcleo da nova fase surge no interior do volume da fase existente sem a interferência de agentes estranhos ao sistema material. Nesse caso, forma-se apenas uma interface entre a superfície desse núcleo e a fase existente. Para analisar os conceitos relativos à nucleação de

fases é considerada, para simplificar, a solidificação de um metal puro, mas os princípios básicos são válidos para outras transformações de fases, como é o caso da transformação de uma fase sólida em outra fase sólida (SANTOS, 2006).

Na Figura 2.5 é mostrado um metal puro, para temperaturas abaixo da temperatura de fusão (T_f). A energia livre da fase sólida é menor que a energia livre da fase líquida, sendo essa fase mais estável. Assim, se um metal inicialmente a uma temperatura acima da temperatura de fusão, e, portanto, no estado líquido, se levado a uma temperatura menor que a temperatura de fusão, há tendência de transformação do líquido em sólido com diminuição da energia livre. Essa transformação se dá através da nucleação e do crescimento de partículas da fase sólida no interior da fase líquida (SANTOS, 2006).

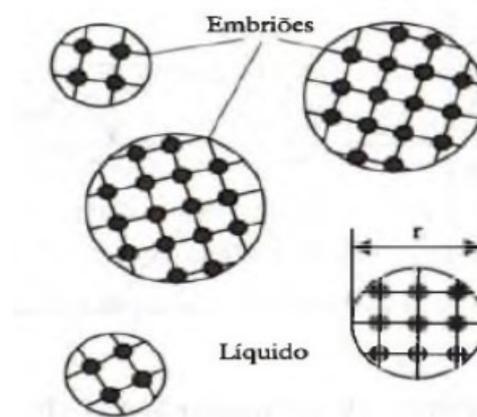


Figura 2.5: Representação esquemática de embriões com arranjo atômico ordenado, que podem surgir no metal líquido e eventualmente tornar-se núcleos.

Fonte: Adaptado Santos (2006).

Na nucleação os átomos passam a se agregar com os átomos da vizinhança, em escala atômica. A Figura 2.6 abaixo demonstra a formação de um precipitado, ou seja, uma nucleação em andamento.

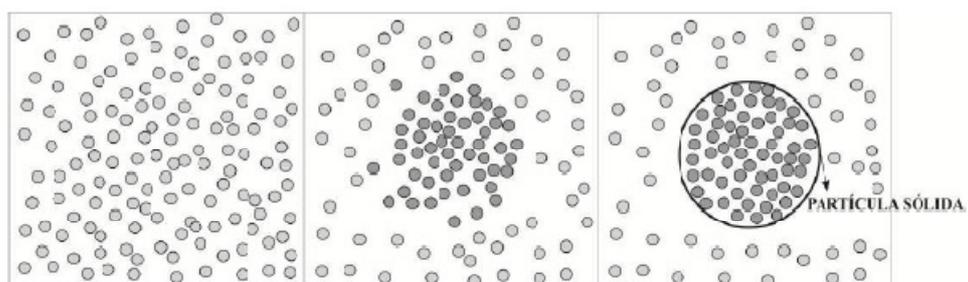


Figura 2.6: Partícula se solidificando.

Fonte: Garcia (2001).

O surgimento deste sólido no interior do líquido não interfere na disposição energética dos elementos do sistema metal líquido/sólido. Esta não interferência ao redor é que configura cientificamente que a nucleação é homogênea (GARCIA, 2001).

Em metais puros pode ocorrer o surgimento de regiões nucleadas instáveis mesmo antes de o metal chegar à temperatura de fusão. Existe somente um ponto na qual essa exceção pode acontecer o qual está expresso no gráfico da Figura 2.7 abaixo, no qual a energia livre total da parte líquida é igual à parte sólida ($E = E_s$).

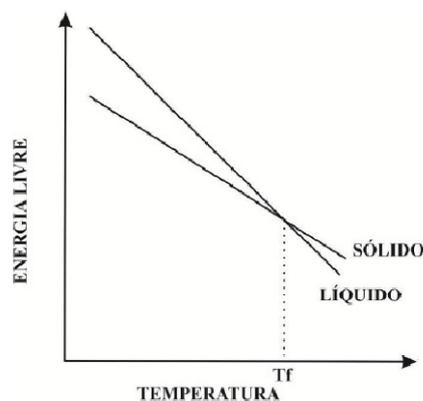


Figura 2.7: Diagrama de energia livre versus temperatura.

Fonte: Adaptado Garcia (2007).

Quando a temperatura do material estiver abaixo da T_f , ocorre um decréscimo da energia livre em decorrência da transformação de uma porção do volume líquido em sólido. Com esta redução da energia livre e temperatura, acontece um maior grau de super-resfriamento (um resfriamento do corpo fora do equilíbrio termodinâmico) e com isso, surge uma força de transformação líquido/sólido que desencadeia uma alta taxa de nucleação. (REED HILL, 1983).

2.4.2. Nucleação heterogênea

A nucleação heterogênea é aquela que ocorre com a interferência de agentes estranhos ao sistema material. Esses agentes estranhos facilitam a nucleação e são em geral denominados agentes nucleantes ou substratos. No caso da solidificação, as paredes do recipiente que contém o metal líquido e partículas de impurezas podem atuar como agentes nucleantes (SANTOS, 2006).

A partícula da nova fase forma-se sobre a superfície do agente nucleante. Assim, para que o agente nucleante atue efetivamente no processo de nucleação, deve haver uma afinidade entre esse agente e a partícula da nova fase que se forma. Essa afinidade está relacionada com o ângulo de contato (θ) (SANTOS, 2006).

A forma heterogênea é o meio em que quase todos os processos de nucleação acontecem.

Os núcleos de tamanhos críticos sofrem uma ação catalítica por parte de um agente estranho presente no corpo líquido denominado de substrato. Esta ação catalítica gera uma tendência de surgimento de núcleos em sítios favoráveis.

Para que haja a nucleação heterogênea uma condição essencial é que a superfície que será a catalisadora do processo de nucleação, deve ser “molhada” pela nova fase nucleada. Admitindo que existe uma partícula sólida com formato de esfera unida na parede do molde, sabendo que esta parede é “molhada” tanto por líquido quanto por sólido.

2.5. Taxa de Nucleação

A intensidade de formação de núcleo sólidos no meio da fase líquida é traduzida pela taxa de nucleação, I , cuja formulação teórica é baseada em teorias originalmente propostas para a condensação de gotas de líquido a partir do vapor (GARCIA, 2007).

A teoria que Garcia fundamenta seus estudos nesta fase do trabalho é a teoria de Tutn Bull e Fisher que pode se apresentar matematicamente pelo Equação 3 abaixo:

$$I = \left(\frac{D}{a^2}\right) \left(\frac{4\pi R_c^2}{a^2}\right) C_l \exp\left(-\frac{16\pi\sigma_{SL}^3 T_f^2}{3L^2 \Delta T^2 K T}\right) \quad (3)$$

Onde:

I – Taxa de nucleação (núcleos/m³s);

a – Distância que um átomo do líquido deve saltar para agregar-se ao embrião sólido (m);

C_L – Número de átomo/m³ no líquido;

D – Coeficiente de difusão do líquido (m²/s);

k – constante de Boltzmann = $1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K;

T – Temperatura de nucleação ($T_f - \Delta T$).

A forma desta equação indica que as taxas de nucleação são extremamente sensíveis à magnitude do super-resfriamento ΔT , sendo que o valor de I permanece muito baixo até que um determinado valor crítico de ΔT seja alcançado, quando então cresce de forma extremamente rápida (GARCIA, 2007).

2.6. Caracterização da macroestrutura e microestrutura

A microestrutura de um material está intimamente relacionada com as suas propriedades. Na caracterização da microestrutura preocupa-se em determinar as fases presentes, contornos de grãos e defeitos cristalinos.

2.6.1. Macroestrutura

Na macroestrutura de solidificação de peças fundidas ou nos lingotes pode ocorrer na forma de grãos totalmente colunares ou completamente equiaxiais, estando sujeito à composição da liga e das condições de solidificação.

A seção a ser preparada para ensaio macrográfico ou macrografia metalográfica requer uma seleção cuidadosa da área. Esta área deve ser escolhida para representar as características únicas de uma zona específica de interesse ou as características gerais de uma parte ou componente selecionado para caracterização do processo ou garantia de qualidade. A parte selecionada da amostra deve então seja removida do componente usando técnicas que não comprometem ou distorcem os recursos de interesse. A parte de interesse é então preparada metalograficamente, e então caracterizada (VOORT, 2004).

O processo de solidificação é constituído por etapas subsequentes a partir da formação de núcleos sólidos no material líquido, crescimento destes grãos por sítios favoráveis (nucleação heterogênea) ou crescimento livre (nucleação homogênea) na qual irão formar a macroestrutura da peça. Pode-se definir a macroestrutura de um material como sendo a distribuição, orientação, forma e dimensão dos grãos cristalinos (RICHELI & GARCIA, 2008).

De um modo geral, podem-se identificar três regiões macroestruturais distintas: zona coquilhada, uma zona distinguida por grãos pequenos gerados por uma rápida extração de calor junto à interface metal/substrato, predominando a nucleação ao crescimento; zona colunar, uma zona estendida na direção de retirada de calor constituída por finos cristais denominados colunares, que se caracteriza por estender-se à frente da zona coquilhada; zona equiaxial, uma região desordenada de cristais com crescimento aleatório, chamados equiaxiais (SIQUEIRA, 2002), segundo esquema da Figura 2.8, situada parte superior do lingote fundido.



Figura 2.8: Representação esquemática de macroestrutura de solidificação observada após o ataque químico de uma liga deste presente trabalho.

Fonte: própria

2.6.1.1. Zona coquilhada

Os grãos na zona coquilhada ocorrem junto às paredes do molde, são resultados do primeiro contato do metal líquido com o molde frio durante o vazamento (GOMES, 2012).

Isso acontecerá tão mais ligeiramente quanto maior a difusividade de calor do molde. Nessa fina camada de líquido super-resfriado acontece uma alta frequência de nucleação dos grãos cristalinos com direção aleatória. Essa camada de pequenos grãos finamente dispersos e localizados na superfície do lingote é chamada de *zona coquilhada*. A dimensão dessa zona está sujeita a uma série de fatores dentre os quais podem-se mencionar as propriedades termo-físicas do material do molde, o coeficiente de transferência de calor metal/molde, e a temperatura de vazamento do metal líquido. Quando o metal é vazado com um elevado grau de superaquecimento e estando as paredes do molde frias, apenas uma camada fina de líquido consegue atingir temperaturas inferiores temperatura de nucleação e conseqüentemente só acontece a formação de uma pequena zona coquilhada. Sendo o vazamento do líquido bastante próximo da temperatura de transformação, pode obter uma zona coquilhada maior, no entanto, se o molde sofrer um pré-aquecimento antes do vazamento, essa zona poderá ser imperceptível ou inexistente. Sendo da mesma maneira, se o superaquecimento do metal líquido for excessivo a ponto de gerar a refusão de grande parte dos cristais nucleados, não sucederá a formação da zona coquilhada (GARCIA, 2007).

2.6.1.2. Zona colunar

Estrutura em forma de coluna por processos de crescimento unidirecional, especialmente enquanto a solidificação e por um processo de crescimento envolvendo a difusão acompanhada de uma transformação em estado sólido. Uma estrutura em coluna é típica de fundições de lingotes (VOORT, 2004).

Na zona colunar os grãos cristalinos são estendidos e alinhados paralelamente ao sentido do fluxo de calor. A zona colunar caracteriza-se pelo crescimento de grãos formados por um rápido resfriamento do líquido em instantes iniciais da solidificação. Estimulado pela alta direcionalidade do fluxo de calor

retirado do sistema metal/molde através das paredes do molde e pela superfície livre do líquido (GOMES, 2012).

Em muitas aplicações, é desejada uma estrutura colunar ou uma equiaxial para o lingote fundido. Se, por falta de controle de processo adequado, uma transição coluna/equiaxial ocorre, eles serão rejeitados tendo uma estrutura inaceitável. Portanto, é importante entender as condições sob o qual uma transição coluna/equiaxial pode ocorrer em uma determinada solidificação (STEFANESCU, 2009).

2.6.1.3. Zona equiaxial

A zona equiaxial é caracterizada por grãos que crescem com direções cristalográficas aleatórias e tem dimensões bem maiores que os grãos na zona coquilhada. (GOMES, 2012).

Quando os gradientes térmicos são diminuídos perto do centro da fundição, os grãos equiaxiais crescem em todas as direções levando a um material com propriedades mecânicas isotrópicas e um campo de composição mais homogêneo que o de uma estrutura em coluna. Conforme-a aplicação é preferido um tipo de grão e, portanto, beneficiado, podendo exemplificar: grãos equiaxiais em motores de automóveis e grãos colunares em lâminas de turbina. Assim, os grãos equiaxiais podem nuclear e crescer à frente dos grãos coluna, ocorrendo uma transição brusca para a transição coluna/equiaxial. Como consequência, é fundamental em aplicações industriais compreender os mecanismos físicos que controlam transição coluna/equiaxial em procedimentos de solidificação (ROCHA, 2015).

2.6.1.4. Transição colunar/equiaxial

A Transição Colunar/Equiaxial (TCE) é uma estrutura mista que acontece apenas quando é admissível nuclear e crescer grãos equiaxiais à frente da interface colunar de crescimento, ocasionando uma transição entre os modos de crescimento. Sendo assim, os grãos equiaxiais desempenham um crescimento competitivo com a frente colunar, sendo que, se os cristais equiaxiais forem pequenos, passam a desenvolver de forma colunar, pois são absorvidos pela frente. Porém, quando a

zona super-resfriada à frente da interface colunar for relativamente crescida e com alta densidade de cristais, os grãos equiaxiais podem formar uma fração volumétrica alta a ponto de impedir o crescimento colunar. O ponto onde ocorre a transição colunar/equiaxial, uma vez determinado, é importante para o planejamento do processo e para que se possam projetar as propriedades mecânicas a serem adquiridas no produto final. Enquanto a estrutura colunar pode apresentar anisotropia de propriedades mecânicas em função da forte orientação de crescimento dos grãos colunares, caracterizam-se os grãos equiaxiais pela isotropia das propriedades mecânicas em razão do crescimento aleatório dos grãos (CAMPOS JR, 2017).

2.6.2. Microestrutura

As microestruturas possuem variações tal como as macroestruturas, porém o que interfere o tipo de microestrutura é a forma da evolução da interface sólido/líquido. O que rege esta interface é o super-resfriamento, pois a presença dele na parte líquida provoca uma instabilidade que dá origem a diferentes morfologias que são denominadas de: planar, celular e dendrítica.

Nos metais puros, a interface é estável, se desenvolve de forma plana, o campo térmico é responsável pela instabilidade, é expresso pelo gradiente térmico médio na interface sólido/líquido (G_{LS}). O campo térmico estabiliza se G_{LS} for maior que zero e desestabiliza se o G_{LS} for menor que zero (LAXMANAN, 1998).

Nas ligas, a interface sólido/líquido pode apresentar estabilidade ou não, estando sujeita as variáveis térmicas e constitucionais unidas na interface, gerando diferentes morfologias, nas quais a partir da planar vem a celular ou a dendrítica.

Conforme o esquema da Figura 2.9 abaixo visualizam-se fatores que influenciam: concentração de soluto (C_0), velocidade de deslocamento da fronteira de solidificação (V_L), e o gradiente térmico (G_L) no equilíbrio da interface S/L e, portanto, na formação das microestruturas.

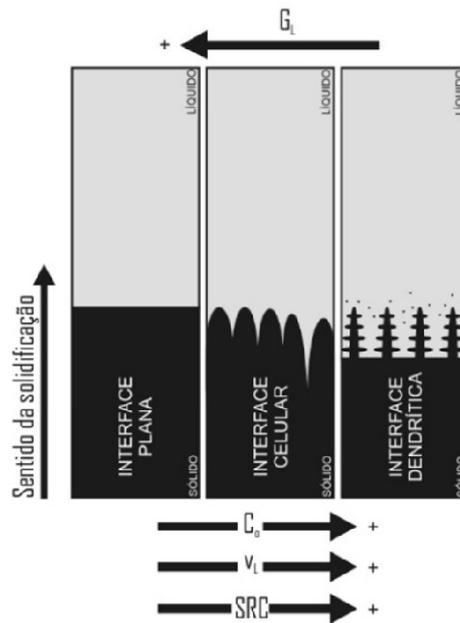


Figura 2.9: Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação das microestruturas de solidificação.

Fonte: Rosa (2007).

Na sequência do acréscimo do grau de super-resfriamento constitucional leva ao um desequilíbrio de maior ordem, diferente do celular, ocorre aparecimento de braços secundários que caracterizam as redes dendríticas. Os espaços entre centros de células e de ramificações ou braços dendríticos são definidas como espaçamento intercelulares e interdendríticos, estes são muito usados para caracterizar de forma quantitativa a microestrutura formada (DIAS FILHO, 2013). Exemplifica-se através da Figura 2.10.

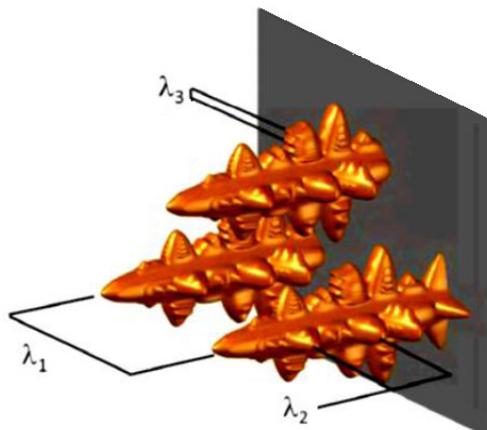


Figura 2.10: Estrutura representativa dos espaçamentos interdendríticos primários (λ_1), secundário (λ_2) e terciário (λ_3).

Fonte: Adaptado de Costa (2013).

A caracterização óptica das microestruturas de metais e ligas abrange a identificação e medição de fases, precipitados e constituintes, e determinação do tamanho e forma dos grãos, a extensão da geminação e algumas das características dos limites de grãos, além de outros defeitos observáveis.

A estrutura de solidificação mais habitualmente a ser observada é a dendrítica. Esta geralmente apresenta mudanças na composição, como na dendrítica primário, secundário e terciário, braços que contêm menos elementos de liga ou impureza do que regiões interdendríticas. Por conta dessa composição, mudanças denominadas coring ou zoneamento, a taxa de gravura em regiões interdendríticas difere daquela nos braços de dendrita. Se o teor do elemento de liga ou o quantidade de impurezas é alto, as regiões interdendríticas podem desenvolver uma estrutura de duas fases. Porque o espaçamento do braço da dendrita tende a diminuir com o aumento das taxas de resfriamento, as propriedades dos metais sob pressão dependem de as taxas de solidificação (ASM HANDBOOK, 2004).

Os padrões dendríticos podem aparecer em vários sistemas de crescimento para materiais cristalinos. Uma vez que comece, o crescimento do cristal prosseguirá espontaneamente de acordo com as leis físicas. Não há como controlar artificialmente a velocidade de crescimento da ponta ou a formação de uma microestrutura em forma de trevo na sua interface. É por esta razão que, na ciência dos materiais, esse sistema é chamado frequentemente de livre crescimento dendrítico, enquanto na física da matéria condensada, é frequentemente referido como formação de padrões espontâneos. Em um sistema de crescimento dendrítico livre realista, existe um conjunto de dendritas com diferentes orientações crescendo simultaneamente e interagindo um com o outro (JIAN-JUN, 2017).

2.6.2.1. Estrutura planar

Com baixas velocidades de resfriamento (V_L), baixa concentração de soluto (C_0) e baixo grau de super-resfriamento constitucional (SRC) e um alto grau de gradiente térmico (G_L), ocorre a formação da interface plana, o que mostra que é impossível a obtenção dessa estrutura em condições operacionais na metalurgia em um sistema metal/molde (FILHO et al., 2015; NASCIMENTO et al., 2017).

É demonstrada na Figura 2.11 a forma com que G_L/V_L influencia a instabilização da interface planar. Para uma liga de composição C_0 , formada por uma estrutura planar, por exemplo, a mudança de estrutura para celular ou dendrítica pode ser obtida pela imposição de um aumento gradativo da velocidade de solidificação gerando, conseqüentemente, a diminuição da razão G_L/V_L (DIAS FILHO, 2013).

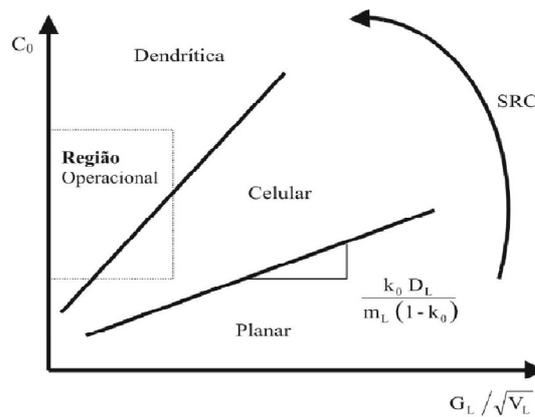


Figura 2.11: Condições de transição planar/celular/dendrítica pelo efeito do superresfriamento constitucional.

Fonte: Garcia (2007).

2.6.2.2. Estrutura celular

Uma liga binária quando solidificada sobre presença de uma quantidade pequena de super-resfriamento constitucional (SRC), sendo este SRC o suficiente para iniciar o processo de instabilização da interface sólido/líquido, ocasionando 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. Ao crescer, esta protuberância rejeita o soluto longitudinalmente e também nas laterais, porém a sua concentração lateral é superior a qualquer outro ponto do líquido. Diante das condições, a protuberância adquire uma forma estável que se espalha por toda a interface, que degenera de uma situação plana a uma rede de protuberâncias, como mostrado na Figura 2.12, é conhecida como interface, estrutura celular ou ainda morfologia celular. (CHALMERS, 1964; DING & TEWARI, 2002; FLEMINGS, 1974; GARCIA, 2007; KURZ & FISHER, 1984/1992; ROCHA, 2003).

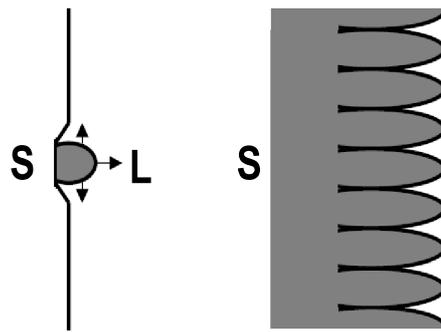


Figura 2.12: Esquema do desenvolvimento de uma interface celular.

Fonte: Adaptado Rocha (2003).

Conforme Garcia (2007), o super-resfriamento constitucional só poder desenvolver mediante a formação de uma camada limite de soluto segregado unido à interface, por esta limitação, não inicia a formação de estrutura celular de forma imediata ao início da solidificação, mesmo que os valores de G_L e V_L estejam a favor.

As condições para início desta instabilização de interface só ocorre mediante um transiente inicial, haverá uma distância de incubação que foi notada experimentalmente como da ordem de 1 mm.

2.6.2.3. Estrutura dendrítica

O termo dendrita surge da palavra grega "dendrus", que tem significado "árvore". É aceitável, pois sua forma e estrutura são semelhantes a uma árvore, possui tronco principal e ramos, pelos quais crescem galhos laterais. O modo e controle da solidificação realizada irá influenciar na formação dos espaçamentos dendríticos, estudos realizados confirmam a correlação das variáveis térmicas, envolvendo a taxa de resfriamento (\dot{T}), velocidades da *isotermas* líquidas (V_L), gradientes térmicos (G_L), juntamente com parâmetros operacionais como, a temperatura de vazamento (T_V) e coeficientes de transferência de calor nas interfaces metal/molde (h_i) e molde/ambiente (h_{amb}) (GARCIA, 2007; SANTOS, 2006; ROSA, 2007).

2.7. Propriedades Mecânicas

2.7.1 Módulo elástico e coeficiente de amortecimento

A Técnica utilizada, consiste na Excitação por Impulso (tradução do inglês *Impulse Excitation Technique*), é um ensaio não-destrutivo utilizado para determinação dos módulos elásticos e do amortecimento de materiais por meio das frequências naturais de vibração do corpo de prova. Esta técnica é descrita pela norma ASTM E1876 e correlatas (Teodoro, 2014).

Através de software apropriados em um computador, é realizado uma análise das vibrações transitórias, das quais extrai as frequências para o cálculo dos módulos elásticos e as respectivas taxas de atenuação para o cálculo do amortecimento, obtém as frequências de vibração e os respectivos amortecimentos mediante o processamento da resposta acústica do corpo a uma excitação mecânica por impulso (leve “pancada” no corpo de prova) (Teodoro, 2014).

É demonstrado através das Figura 2.13 o sinal no tempo da ressonância após a excitação por impulso mecânico e na Figura 2.14 o espectro de magnitudes de um trecho inicial do sinal da ressonância detectados na resposta acústica e utilizadas nos cálculos dos modos de elasticidades (Teodoro, 2014).

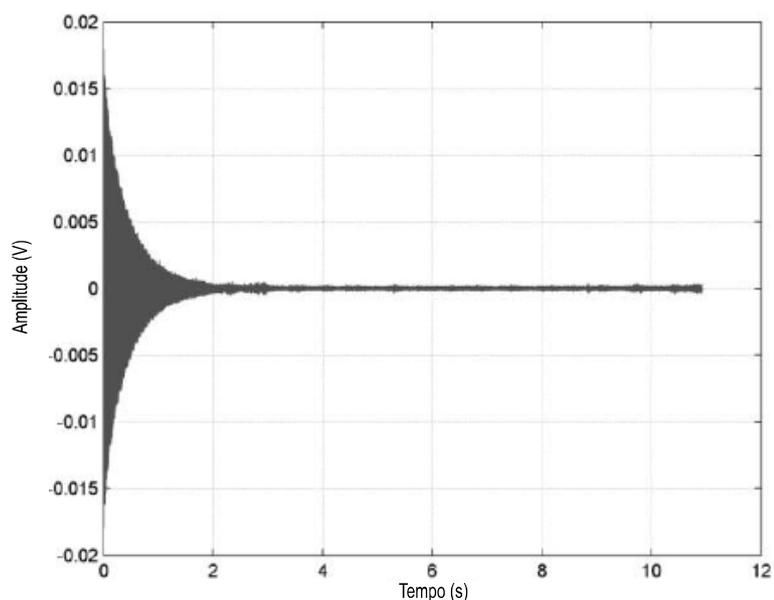


Figura 2.13: Sinal no tempo da ressonância do aço após excitação por impulso mecânico

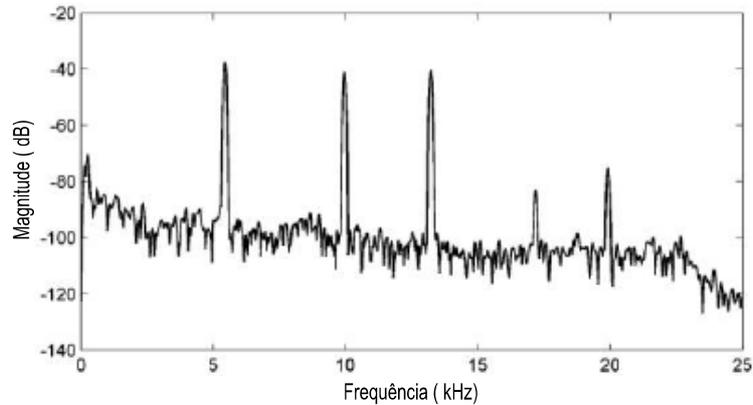


Figura 2.14: Espectro de magnitudes de um trecho inicial do sinal da ressonância do aço após a excitação

Módulo elástico é o coeficiente de proporcionalidade entre tensão e deformação mecânica no regime elástico, conforme descrito pela lei de Hooke (BRUNO et al., 2011).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

O amortecimento ou atrito interno é o fenômeno que descreve como se dá a dissipação da energia mecânica vibracional de um corpo. O amortecimento está diretamente ligado à presença de defeitos e às características microestruturais do material, sua resposta depende da amplitude e da frequência (BRUNO et al., 2011).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo aborda os procedimentos utilizados para a realização dos experimentos e tratamentos dos dados obtidos, descrevendo as etapas de obtenção dos lingotes e desenvolvimento para realização do estudo como: macro e microestrutura, parâmetros térmicos de solidificação e ensaios mecânicos não destrutivos, conflitando os resultados entre as ligas Al0,8%Nb e Al1,2%Nb.

A parte experimental deste trabalho seguiu a sequência de procedimentos descritos abaixo:

- Cálculo estequiométricos e cortes dos metais comercialmente puros (Al e Nb)
- Pesagens dos metais
- Preparação do cadinho para receber os metais Al-Nb
- Fusão da liga no forno
- Preparação do forno experimental com lingoteira, termopar e calibração
- Retirada do cadinho do forno para obtenção da T_L aferida
- Vazamento da liga na lingoteira
- Refrigeração forçada
- Obtenção do perfil térmico e parâmetros térmicos da liga
- Análise da composição química
- Análise macro e micro estrutural
- Micro dureza Vickers
- Ensaio de excitação por impulso

A Figura 3.1 mostra o fluxograma das etapas citadas, iniciando pelos cortes dos materiais Al e Nb, demonstrando todo o desenvolvimento do processo, finalizando com a discussão dos resultados.

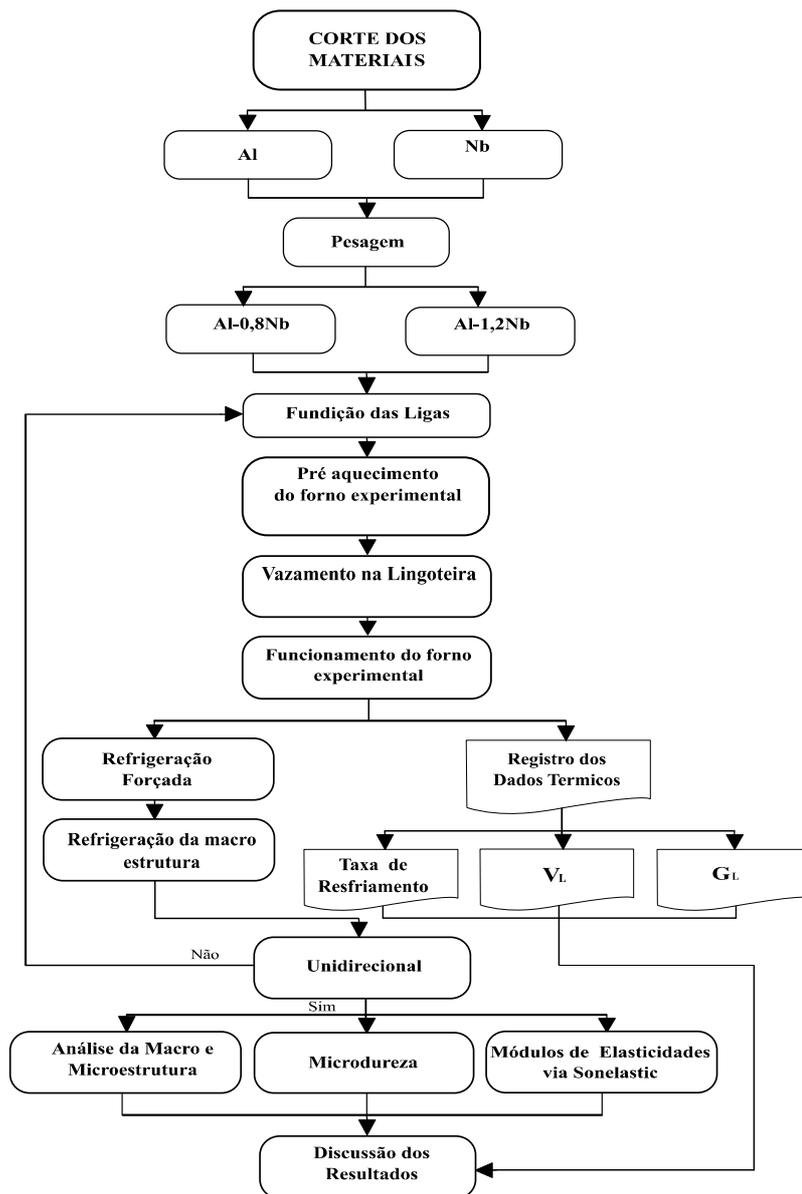


Figura 3.1: Fluxograma simplificado dos procedimentos experimentais.

Fonte: Própria (2017).

3.1. Cálculos Estequiométricos, Cortes e Pesagens

Para a fabricação das ligas, foram utilizados alumínio e nióbio comercialmente puros. Para a preparação das ligas, os metais base foram submetidos a um cálculo estequiométrico com os teores de 0,8% e 1,2% em massa de nióbio. Na Tabela 1 são mostrados os principais elementos químicos encontrados nos metais base. As análises químicas foram realizadas pelo Espectrometria de Fluorescência de Raios X por Energia Dispersiva (XRF/EDX), modelo EDX 720HS, marca Shimadzu,

pertencente a Central Analítica do Instituto de Química da Universidade de Brasília (CAIQ – UnB).

Tabela 3.1: Composição química do Alumínio e Nióbio comercialmente puros.

Metal	Composição (% em peso)								
	Al	Nb	Fe	Si	S	Ca	Ho	Ni	Outros
Alumínio	99,40	-	0,23	0,3	0,03	-	-	-	0.04
Nióbio	-	99,46	-	-	-	0,31	0,17	0,06	-

Fonte: Própria

O Alumínio foi cortado por uma serra fita fabricada pela Franho, modelo FM-500 e para o corte do Nióbio, foi utilizado a máquina de corte modelo Secotom-15, fabricada pela Struers, usando disco de corte para metais não ferrosos de 0,8mm de espessura. Este equipamento possui regulagem de velocidade de corte e avanço, e sistema de refrigeração. Após os cortes, o Alumínio foi pesado em uma balança modelo Balmak, com precisão de 1g, e o Nióbio em uma balança modelo Shimadzu, com precisão de 1mg.

As ligas foram fundidas em forno tipo mufla demonstrado na Figura 3.2, fabricante Elektro Therm com temperatura máxima de 1200°C. Para a fusão e homogeneização da liga, foi utilizado um cadinho a base de carbetto de grafite, revestido internamente com cimento a base fibra cerâmica sílico-aluminosa QF-180, para evitar contaminação da liga e facilitar o desmolde.



Figura 3.2: Forno tipo mufla, fabricante Elektro Therm.

Fonte: Própria (2017).

Após a preparação da liga, foi realizada a aferição térmica com a obtenção da temperatura *liquidus*. Para tanto, o cadinho foi retirado do forno a uma temperatura superior a temperatura de fusão indicada pelo diagrama de fases, colocado em uma caixa de areia e tampado com uma manta refratária para evitar a perda de calor rápida com o ambiente. Um termopar tipo K foi introduzido no banho líquido e monitorado a temperatura. Após a aferição térmica e registro da temperatura *liquidus* a liga foi refundida para posterior vazamento na lingoteira.

3.2. Preparação da Lingoteira para Vazamento da Liga

A chapa molde foi lixada até a lixa de grana 1200. Este procedimento foi mantido para todas as ligas. As laterais da lingotaria foram vedadas com Aplicação de cimento a base de fibra cerâmica sílico-aluminosa QF-180, evidenciado na Figura 3.3 ;

- Pré-encaixe da lingoteira no forno experimental;
- Posicionamento dos termopares já calibrados;
- Fixação das conexões das mangueiras de entrada e saída de água;
- Teste da bomba de água;
- Teste da comunicação do software com os termopares.



Figura 3.3: Lingoteira após aplicação de cimento a base fibra cerâmica sílico-aluminosa.

Fonte: Própria (2017).

Foram utilizados sete termopares, posicionados na lingoteira em distâncias padrões a partir da chapa metal molde de 08 mm, 10 mm, 14 mm, 18 mm, 22 mm,

27 mm e 35 mm. A Figura 3.4 mostra a lingoteira com os termopares dentro do forno experimental



Figura 3.4: Posicionamento dos termopares no interior da lingoteira.

Fonte: Própria (2017).

3.3. Vazamento da Liga na Lingoteira

Para o vazamento, foi retirado o óxido formado na superfície e posteriormente foi realizada a desgazeificação com gás argônio com vazão de 4L/min durante 1 minuto.

Uma amostra da liga foi retirada do cadinho para análise química. A Figura 3.5 mostra o momento do vazamento da liga na lingoteira posicionada no forno experimental.



Figura 3.5: Vertendo o metal líquido dentro da lingoteira.

Fonte: Própria (2017).

A liga foi refundida dentro do forno experimental. A temperatura estipulada para o início da solidificação foi padronizada em 5% acima da temperatura líquida de cada liga. Quando alcançada esta temperatura, o sistema de refrigeração foi ligado para início do processo de solidificação unidirecional com uma vazão de água constante de 7,1L/h. O software da National Instruments, monitorou os dados dos termopares por meio do dispositivo modelo: Hi – Speed USB Carrier, NI USB – 9162 permitindo o registro térmico do processo de solidificação.

3.4. Caracterização Macro e Microestrutural das Ligas

Posteriormente a análise de direção do crescimento dos grãos, foram cortadas amostras para caracterização macro e micro estrutural, os cortes foram realizados conforme modelo ilustrativo apresentado na Figura 3.6.

As amostras utilizadas para análise micro estrutural foram retiradas do meio do lingote, onde possuem melhor direcionalidade, sendo que nas paredes laterais da lingoteira, ocorre perda de calor.

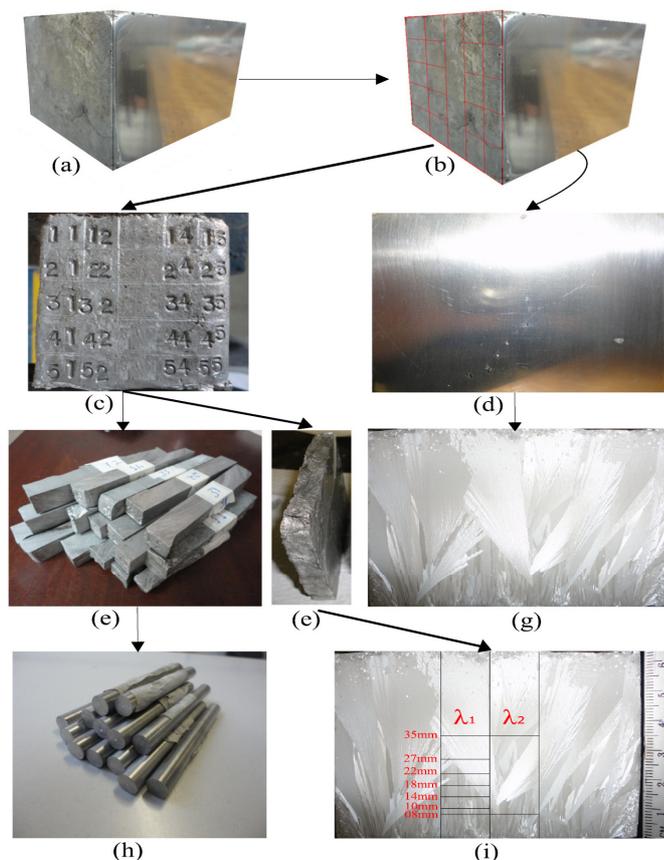


Figura 3.6: Detalhamento do corte do lingote para obtenção das amostras para análise micro estrutural e do corte das amostras para embutimento (resina).

Fonte: Própria (2017).

Os cortes foram realizados numa máquina modelo Secotom-15, fabricante STRUERS, totalmente automática, possuindo vantagens, como controle de rotação de corte, velocidade de avanço, controle de espaço a ser cortado e lubrificação contínua para evitar aquecimento, alterando a microestrutura. O disco de corte utilizado foi de 0,8mm para materiais não ferrosos.

3.4.1. Procedimento metalográfico para macroestrutura

Antes de iniciar os cortes longitudinais realizou-se uma caracterização macroestrutural, as amostras foram lixadas com lixa d'água numa sequência de granulometria variando de 80 a 600 mesh. Após esse processo, foi realizado um ataque químico, com uma solução aquosa composta de 10ml de ácido Fluorídrico, 15ml de ácido Clorídrico e 10ml água destilada (Flick), adicionando sobre a superfície a ser analisada por um período de 40 segundos, após esse tempo de ataque, lavou-se com água. Foi obtido como resultado a revelação da macroestrutura, podendo conferir a direcionalidade da solidificação e determinação da morfologia estrutural, conforme demonstrado na Figura 3.6 (g) - macroestrutura de grãos colunares direcionais.

3.4.2. Procedimento metalográfico para microestrutura

Após confirmado a direcionalidade do crescimento dos grãos, realizou-se os cortes utilizando a máquina de corte da Struers, em seguida foram realizados os embutimentos do tipo a frio com resina acrílica em todas as amostras da fatia central do lingote, conforme Figura 3.7, com a finalidade de determinar os espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e secundários (λ_2).



Figura 3.7:Corpos de análise já embutidos com resina acrílica.

Fonte: Própria (2017).

Os cortes realizados para determinações dos espaçamentos dendríticos primários (λ_1), foram de uma sequência de 8mm, 10mm, 14mm, 18mm, 22mm, 27mm e 35mm com início na chapa molde conforme a Figura 3.6 (I), essa sequência corresponde as posições do termopar. Para determinação dos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2), foram cortadas 2 peças, sendo na medida de 0-17mm e 17-35mm conforme a Figura 3.6 (I), e realizado um ataque químico, através de uma solução aquosa composta de 2ml de ácido Fluorídrico, 3ml de ácido Clorídrico, 5ml ácido nítrico e 190ml de água destilada (Keller).

Para quantificar as medidas diretas dos espaçamentos dendríticos primários (λ_1), utilizou-se o método do triângulo através da Equação 4, demonstrado na Figura 3.8, proposto por Gündüz (2002). Foram realizadas no mínimo 50 medidas para cada posição definida, tendo como resultado a média dos valores.

$$\lambda_1 = \frac{a_1+a_2+a_3}{3} \quad (4)$$

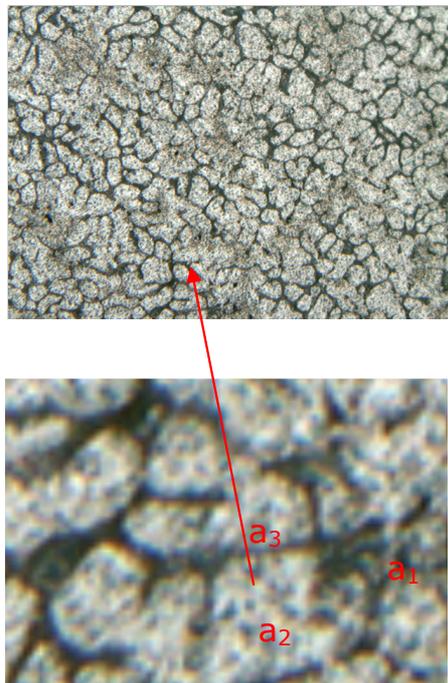


Figura 3.8: Esquema representativo utilizado para quantificar os espaçamentos dendríticos primários em seção transversal da microestrutura para medição de λ_1 da liga Al-0,8%Nb.

Fonte: Própria (2017).

Na quantificação das medidas dos espaçamentos dendríticos secundários utilizou-se o método que consiste em calcular o valor da λ_2 pela média das

distâncias entre os braços secundários adjacentes sobre a seção longitudinal de uma ramificação dendrítica primária através da Equação 5, onde n é o número de braços secundários, proposto por McCartney e Hunt (1981), demonstrado na Figura 3.9, foram realizadas no mínimo 50 medidas para cada posição definida, tendo como resultado a média dos valores.

$$\lambda_2 = \frac{L}{n-1} \quad (5)$$

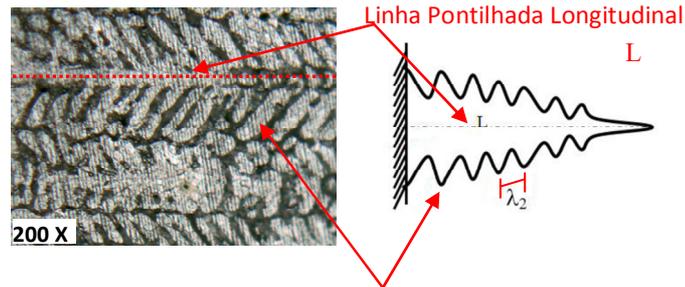


Figura 3.9:Esquema representativo utilizado para quantificar os espaçamentos dendrítico secundários da microestrutura para medição de λ_2 da liga Al-0,8%Nb.

Fonte: Própria (2017).

3.5. Ensaio de Microdureza

O ensaio foi realizado conforme os procedimentos de preparação e análise da norma ABNT NBR NM ISO 6507-1:2008, o equipamento utilizado foi o durômetro Emco-Test modelo Surascan 20, conforme mostrado na Figura 3.12, com carga de 50gf e tempo de aplicação de 15 segundos. Sendo realizadas 10 medidas para cada posição analisada ao longo do comprimento do lingote.



Figura 3.10: Durômetro Emco-Test.
Fonte: Própria (2017).

3.6. Caracterização dos Módulos Elásticos e Amortecimentos

A técnica de excitação por impulso é um ensaio não destrutivo, que através dele pode-se determinar os módulos elásticos a partir das frequências naturais de vibração do corpo de prova, normatizado pela norma ASTM E1876. As proporções recomendadas para corpos de prova com geometria cilíndrica, considera-se que a razão entre o comprimento (L) e o diâmetro (D) deve ser maior ou igual a 2, representado na Figura 3.11.

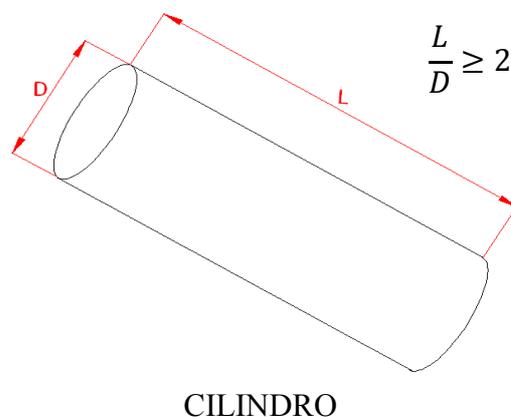


Figura 3.11: Proporções recomendadas para geometria cilindro.
Fonte: Própria (2017).

Os corpos de provas retirados do lingote foram usinados com refrigeração constante, seguidos com lixa de granulometria 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 μ mesh, finalizando o preparo com polimento. As medidas definidas foram o diâmetro de 8mm e comprimento de 88mm, demonstrado na Figura 5.12.

A excitação da vibração é realizada pelo impacto de um pino metálico de um solenóide tubular. O pino metálico tem uma dureza suficiente para que o tempo de contato do pino com a amostra seja rápido, de modo que o impacto se aproxime de um impulso, excitando o maior número de frequências possíveis.

Foram submetidos a técnica de excitação por impulso, obtendo o módulo de elasticidade e o coeficiente de amortecimento, obtidos através de uma média de 10 ensaios por corpo de prova, juntamente com seus desvios padrões amostrais.

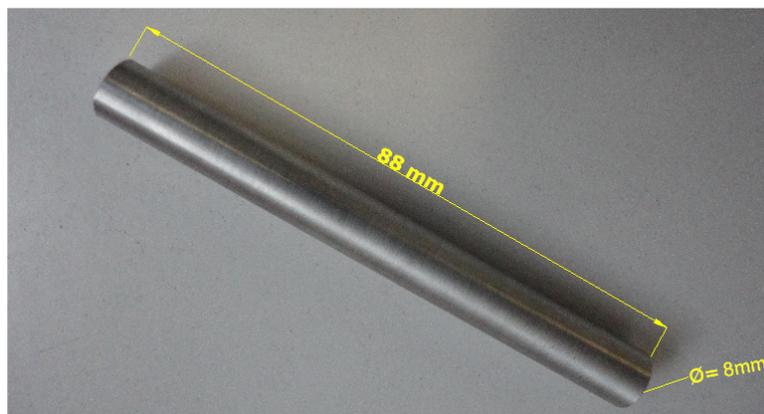


Figura 5.12: Corpo de prova utilizado para ensaio não destrutivo de excitação por impulso.

Fonte: Própria (2017).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. Análise dos Parâmetros Térmicos de Solidificação

4.1.1. Curvas experimentais da temperatura *liquidus* das ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb.

As figuras 4.1 e 4.2 mostram as curvas de resfriamento obtidas para a aferição térmica das ligas produzidas em laboratório, respectivamente, para a liga 0,8%Nb e 1,2% Nb. Pode ser observado que a temperatura de transformação *liquidus* são respectivamente para a liga Al0,8%Nb e Al1,2%Nb, são de 645,8° C e 653,4° C. O teor de soluto maior, indicou um aumento na temperatura de transformação.

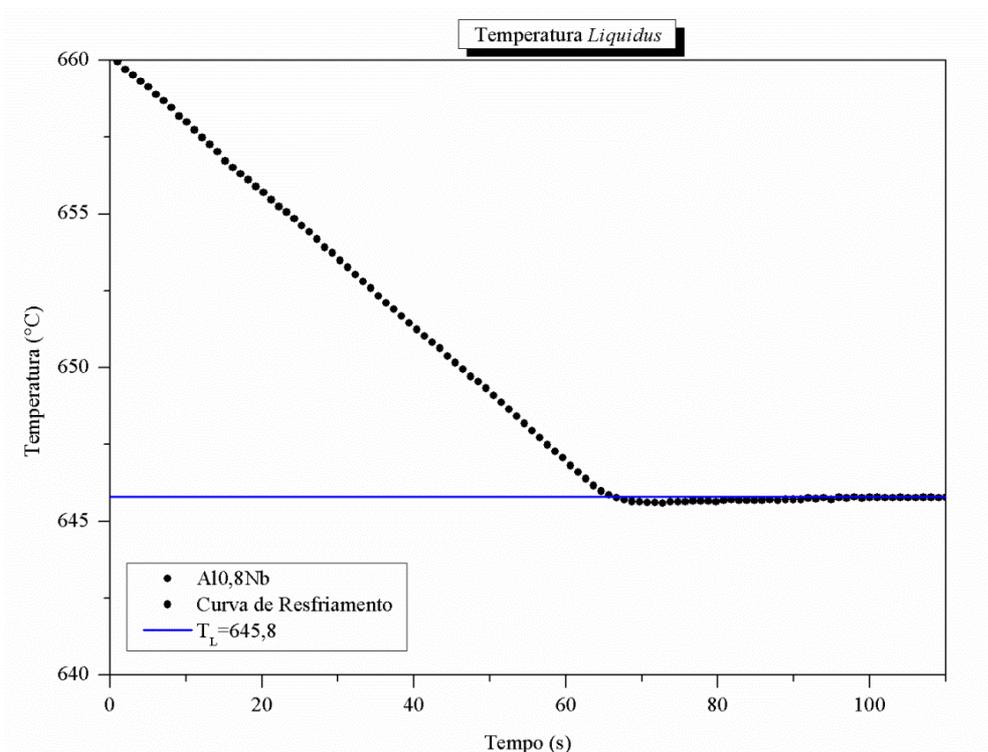


Figura 4.1: Temperatura *liquidus* aferida para a liga Al-0,8%Nb.

Fonte: Própria (2017).

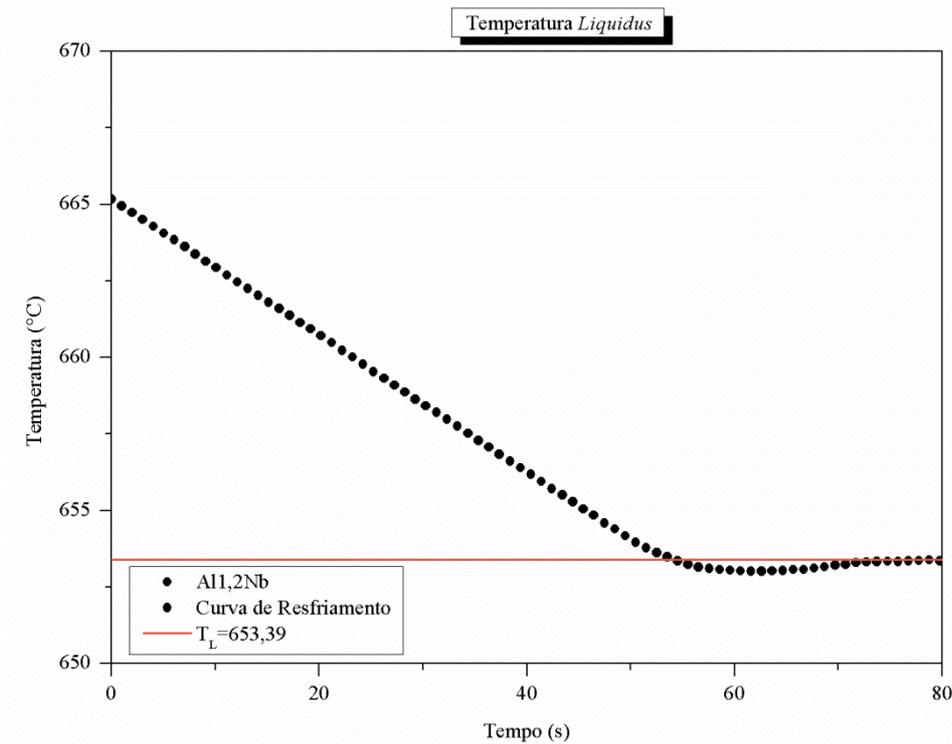


Figura 4.2: Temperatura *liquidus* aferida para a liga Al-1,2%Nb.

Fonte: Própria (2017).

4.1.2. Curvas de experimentais das ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb

As Figuras 4.3 e 4.4 mostram os gráficos das temperaturas em cada termopar em função do tempo, respectivamente para as ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb. Os gráficos indicam a linha referente a temperatura liquidus obtida em laboratório. Pode ser observado que o sistema de arrefecimento se mostrou eficiente na retirada de calor promovendo a solidificação unidirecional, como pode ser observado nas macroestruturas, apresentadas mais a frente no texto.

Através desses valores, foi possível determinar os parâmetros térmicos de solidificação, como a taxa de resfriamento, a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* e o gradiente térmico.

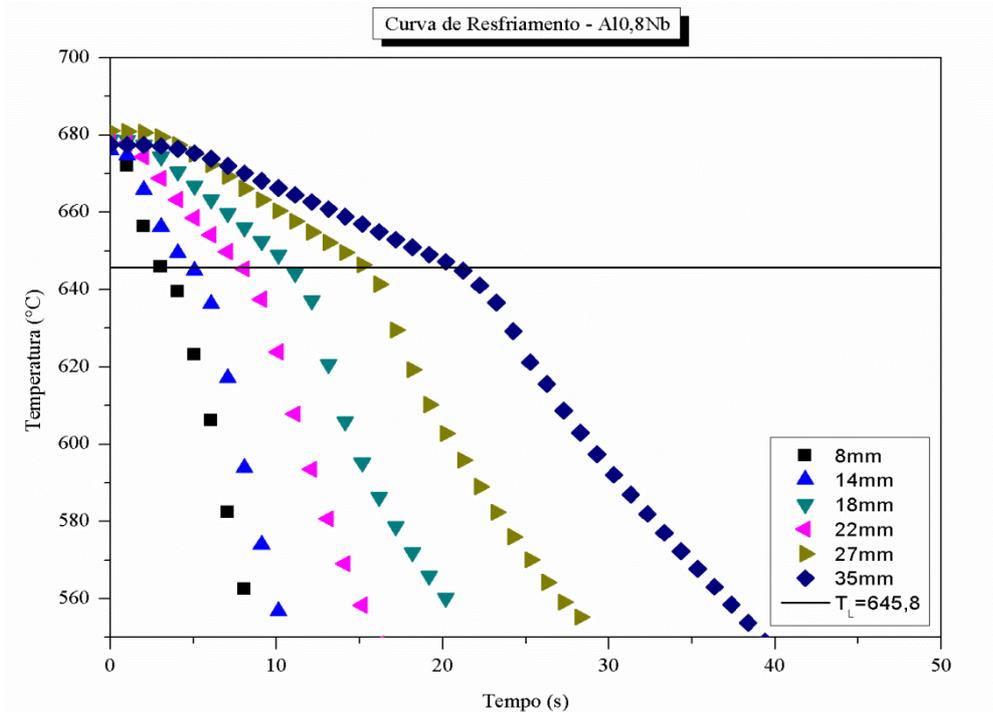


Figura 4.3: Curvas experimentais de resfriamento da liga Al-0,8%Nb.
 Fonte: Própria (2017).

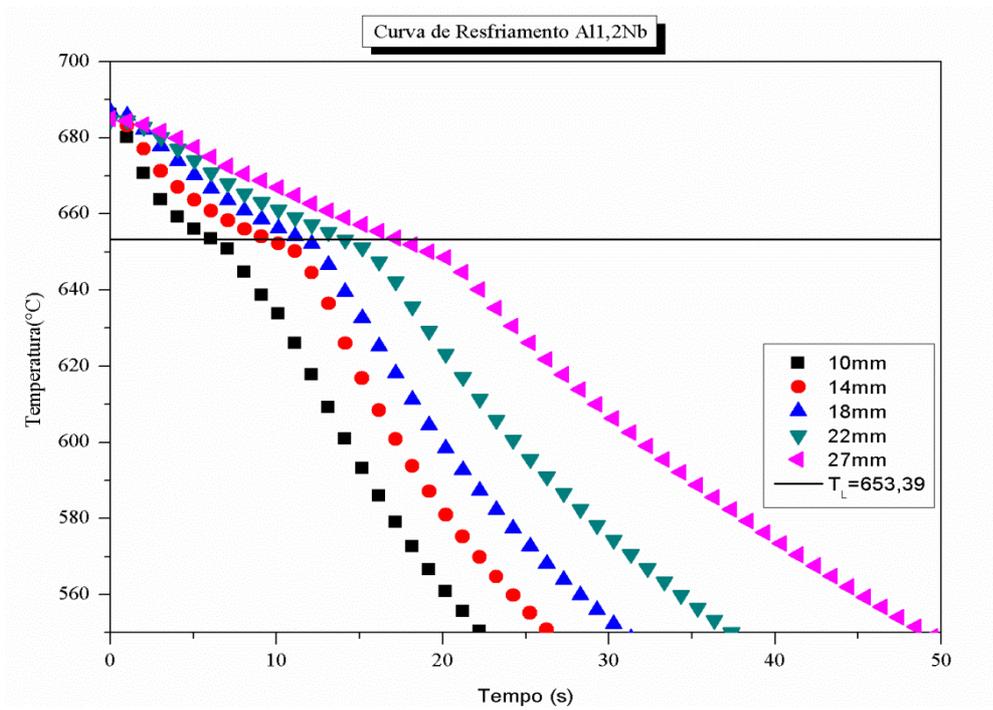


Figura 4.4: Curvas experimentais de resfriamento da liga Al-1,2%Nb.
 Fonte: Própria (2017).

4.1.3. Tempo de passagem da isoterma *liquidus* (P(t)) das ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb

As figuras 4.5 e 4.6 mostram os gráficos da passagem da isoterma *liquidus* ao longo do lingote em função do tempo. Foi realizado o ajuste matemático da curva obtendo as equações $P_L=2,7 \cdot t_L^{0,856}$ para a liga Al0,8%Nb e de $P_L=2,26 \cdot t_L^{0,856}$ pode ser observado que a elevação no teor de soluto funcionou com uma barreira ao processo de solidificação, diminuindo a velocidade de passagem da isoterma.

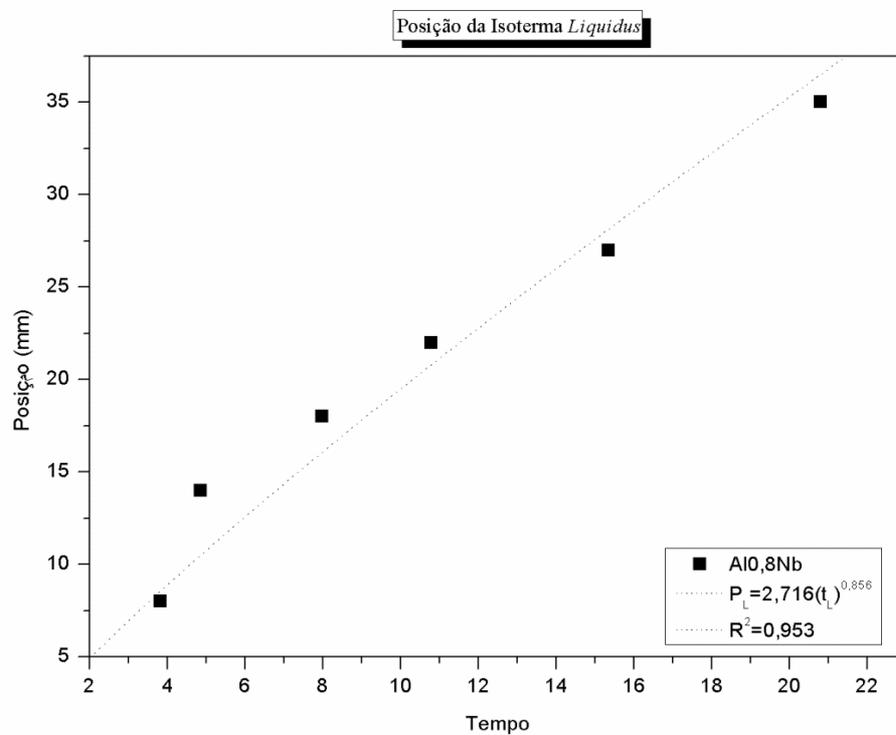


Figura 4.5: Posição a partir da interface metal/molde em função do tempo de passagem da isoterma *liquidus* da liga Al-0,8%Nb.

Fonte: Própria (2017).

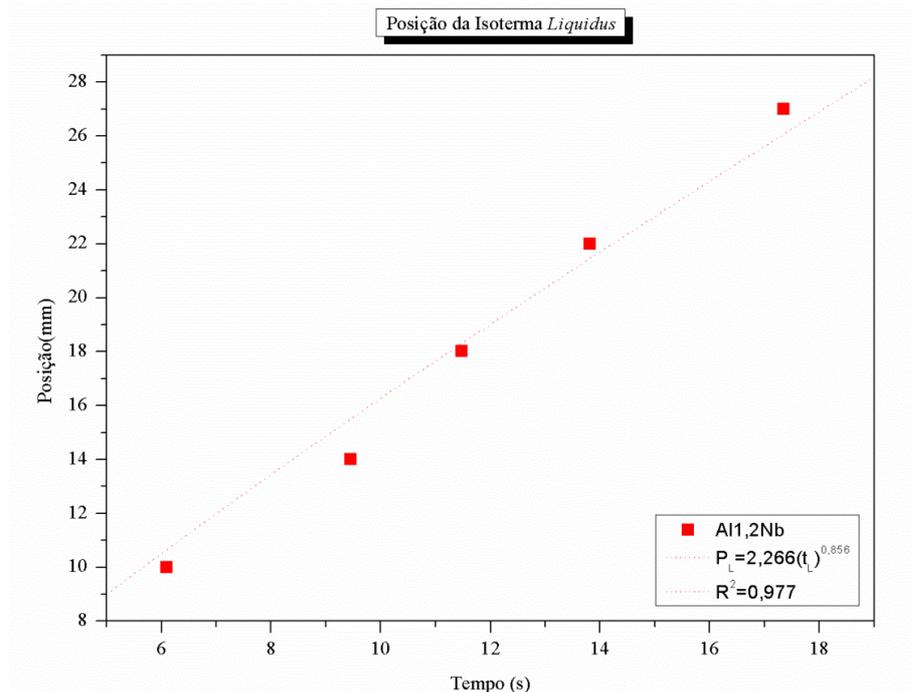


Figura 4.6: Posição a partir da interface metal/molde em função do tempo de passagem da isoterma *liquidus* da liga Al-1,2%Nb.

Fonte: Própria (2017).

4.1.4. Velocidade da isoterma *liquidus* ($V(p)$) das ligas Al-0,4Nb, Al-0,8Nb e Al-1,2Nb

A Figura 4.7 mostra o gráfico com as curvas de evolução da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* em função da posição para a liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb. Foi definida por meio da derivada em relação ao tempo da equação experimental $P(t) = 2,325t^{0,144}$ para Al-0,8%Nb e $P(t) = 1,940t^{0,144}$ para Al-1,2%Nb, isto é, $V_L = \frac{dp}{dt}$, gerando uma função $V_L = f(t_L)$.

A influência do teor de soluto da liga pode ser observada no decorrer da solidificação, sendo que, quanto maior o teor de soluto, menor a velocidade de solidificação. Para ambas, a V_L diminui com o avanço dos valores de posição, pode ser explicado pela elevação da resistência térmica à extração de calor por condução pelo aumento da camada solidificada, gerando assim um perfil decrescente de velocidades.

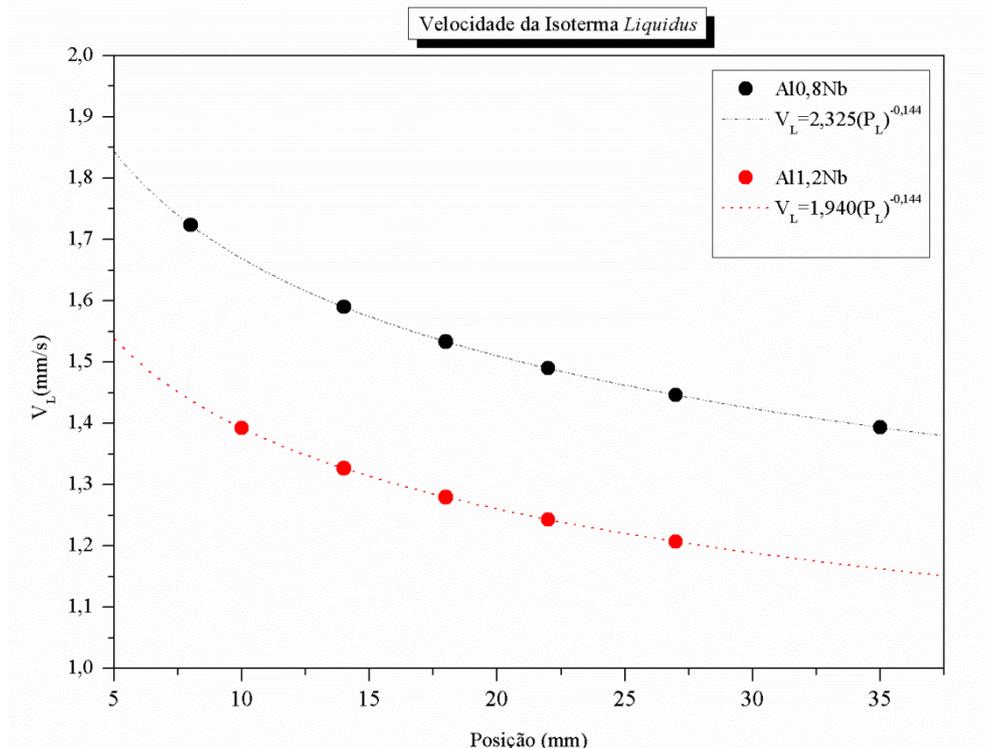


Figura 4.7: Evolução da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* em função da posição para a liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.

Fonte: Própria (2017).

4.2. Determinação das Taxas de Resfriamento (T_R)

A Figura 4.8 apresenta o gráfico com as curvas experimentais que representam a taxa de resfriamento em função da posição para as ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb, em toda a extensão do lingote durante o processo de solidificação. Foram determinadas considerando-se os dados térmicos coletados durante a passagem da isoterma *liquidus* por cada termopar. As curvas de ajuste referentes aos pontos experimentais foram bem demonstradas por uma equação do tipo $\dot{T} = C \times (P_L)^{-0,4}$. Observando-se que os valores de \dot{T} diminuem para posições mais afastadas da interface metal/molde.

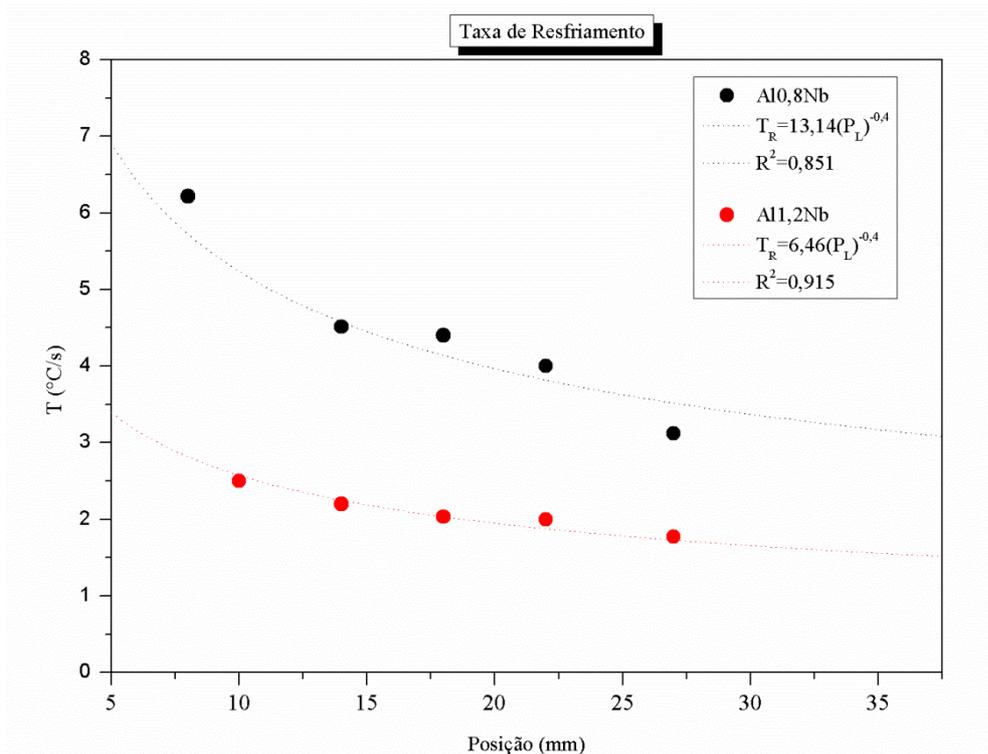


Figura 4.8: Taxa de resfriamento experimental em função da posição isoterma *Liquidus* para a liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.

Fonte: Própria (2017).

4.3. Determinação dos Gradientes Térmicos (G_L)

A Figura 4.9 apresenta as curvas experimentais do gradiente térmico em função da posição isoterma *liquidus* em relação à interface metal/molde. O gradiente térmico foi calculado a partir da relação $G = \frac{TR}{VL}$.

À medida que for distanciando da base refrigerada dos lingotes ocorre uma diminuição gradativa dos valores dos parâmetros gradientes térmicos, isto é, devido ao avanço do crescimento da camada solidificada, e conseqüentemente com o aumento da resistência térmica do sólido à passagem de calor no sentido do molde.

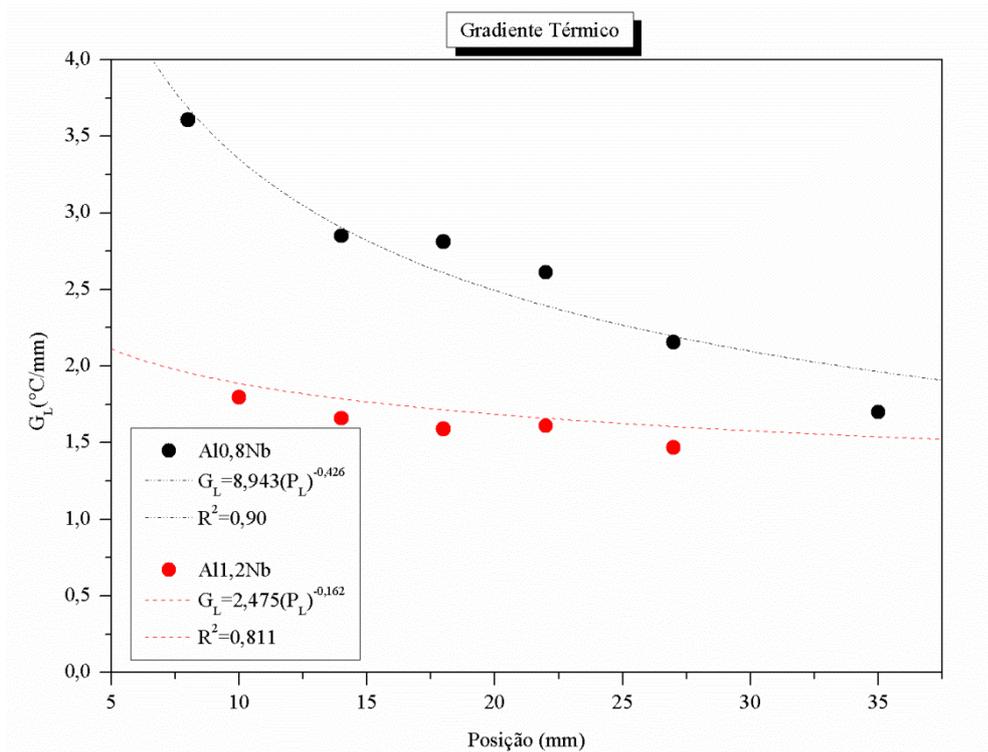


Figura 4.9: Gradientes térmicos em função da posição das ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.

Fonte: Própria (2017).

4.4. Macroestruturas das Ligas Al-Nb

As Figuras 4.10 e 4.11 mostram as macroestruturas obtidas após a análise metalográfica das ligas binárias estudadas, resultante da solidificação unidirecional ascendente. Observa-se a predominância de grãos colunares alinhados verticalmente ao longo do fluxo de calor de ambos os lingotes, confirmando a direcionalidade de extração de calor a partir da base refrigerada.



Figura 4.10: Macroestruturas da liga Al-0,8Nb.

Fonte: Própria (2017).



Figura 4.11: Macroestruturas da liga Al-1,2Nb.

Fonte: Própria (2017).

4.5. Microestruturas das Ligas Al-Nb

As microestruturas foram obtidas a partir da análise de secções transversais (λ_1) e longitudinais (λ_2) para diversas posições dos termopares ao longo do comprimento dos lingotes na parte central, no mesmo sentido do avanço da frente de solidificação, foram analisadas em microscópios ópticos. Nas duas ligas observadas, houve predominância de microestrutura dendrítica, observou-se que para posição mais próxima da base refrigerada iniciava com uma estrutura mais refinada, na qual a troca térmica é mais efetiva, quando comparada com as posições

mais afastadas, porém aumentando de forma crescente em direção ao topo do lingote.

As Figuras 4.12 à 4.17 apresentam as microestruturas das ligas Al-Nb obtidas neste trabalho, para diferentes posições a partir da interface metal/molde para ambas ligas produzidas.

4.5.1. Espaçamentos dendríticos primários (λ_1), ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.

As Figuras 4.12 à 4.14, apresentam microestruturas das seções transversais das ligas Al-0,8%Nb e Al-1.2%, respectivamente, nas alturas dos termopares, obtidas via microscopia ótica com aumento de 200x.

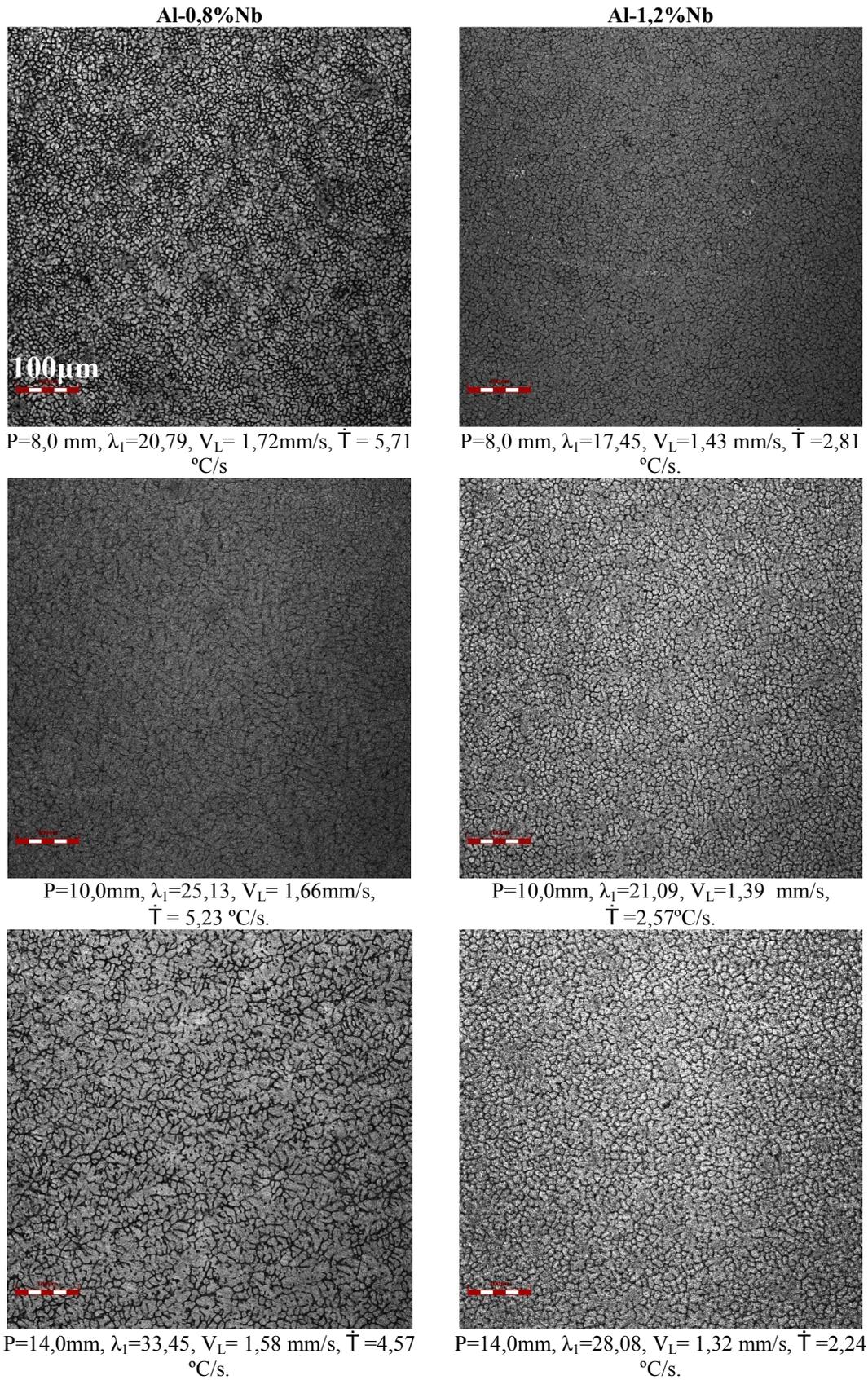


Figura 4.12: Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b)Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção transversal ; Posições em relação a interface metal/molde: 8mm, 10mm e 14mm.

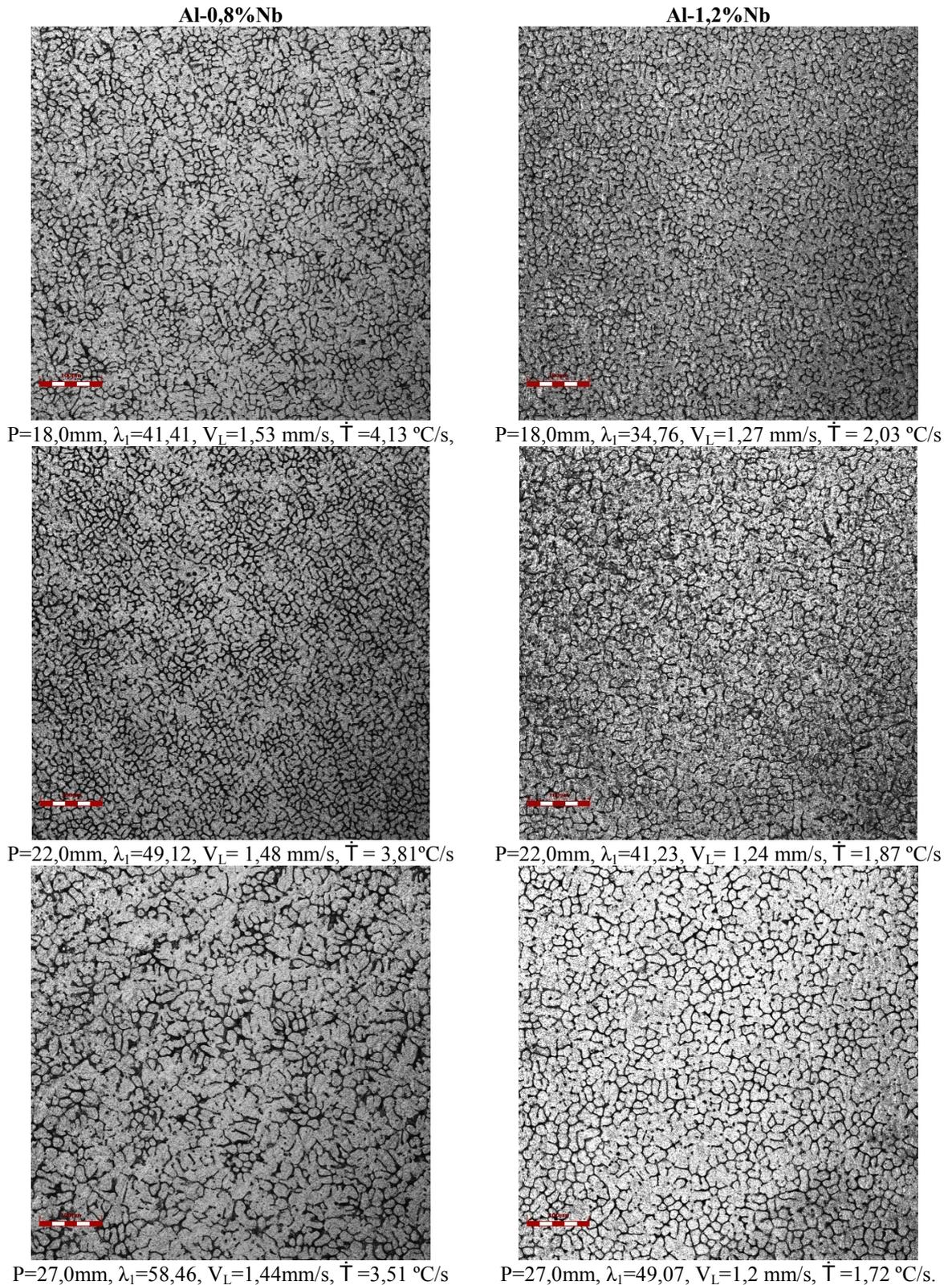
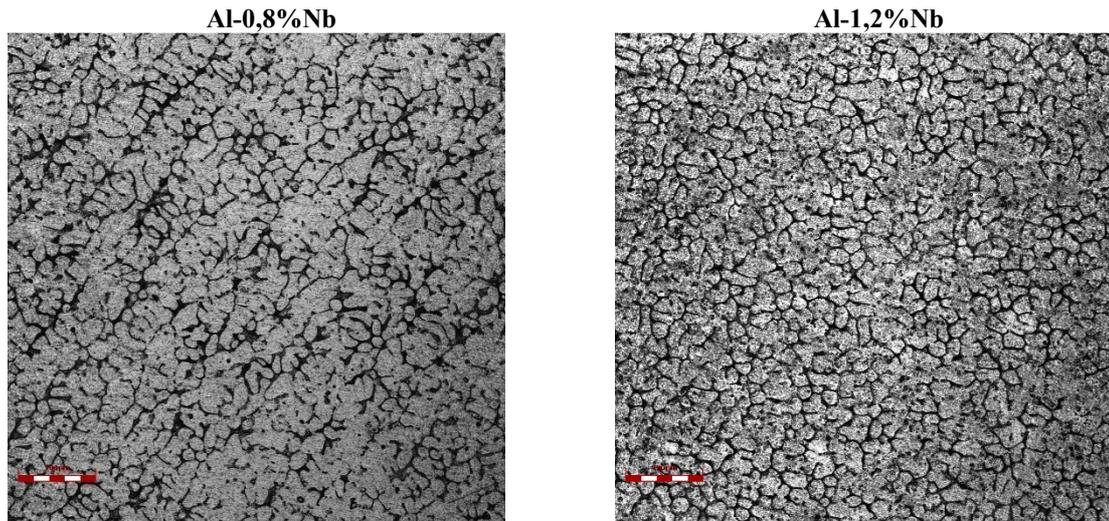


Figura 4.13: Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b)Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção transversal ; Posições em relação a interface metal/molde: 18mm, 22mm e 27mm.

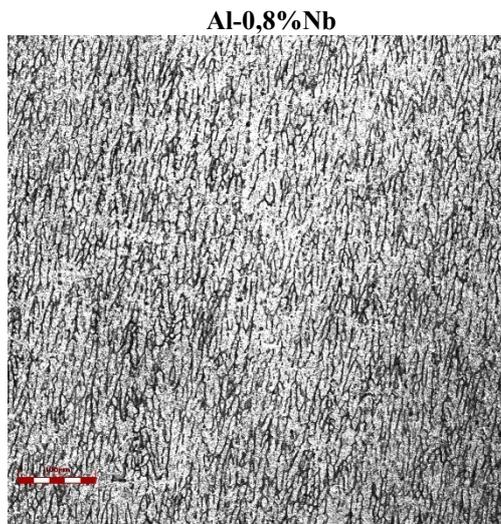


P=35,0mm, $\lambda_1=72,89$, $V_L=1,39$ mm/s, $\dot{T} = 3,16$ °C/s P=35,0mm, $\lambda_1=61,18$, $V_L=1,16$ mm/s, $\dot{T} = 1,55$ °C/s

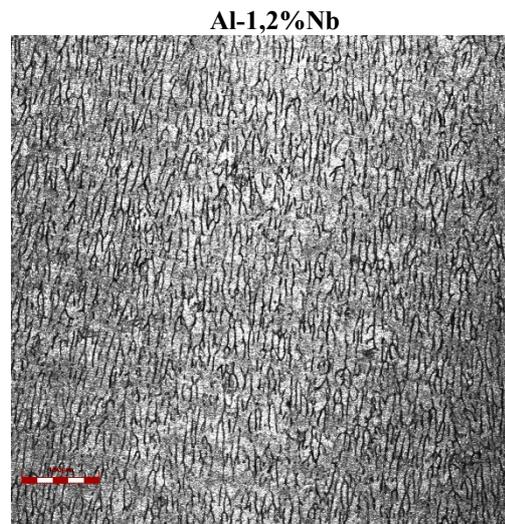
Figura 4.14: Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b)Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção transversal ; Posições em relação a interface metal/molde: 35mm.

4.5.2. Espaçamentos dendríticos secundários (λ_2), ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.

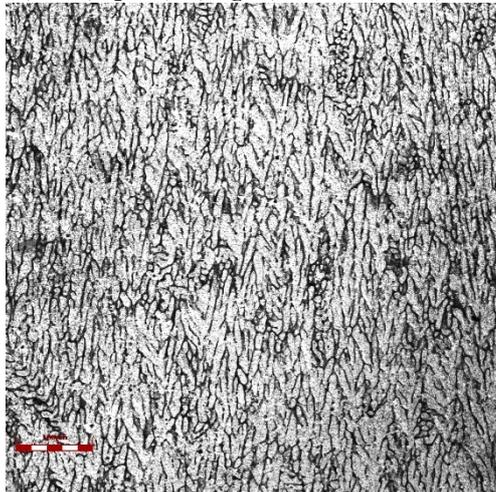
As Figuras 4.15 à 4.17 apresentam microestruturas das seções longitudinais das ligas Al-0,8%Nb e Al-1.2%, respectivamente, nas alturas dos termopares, obtidas via microscopia ótica com aumento de 200x.



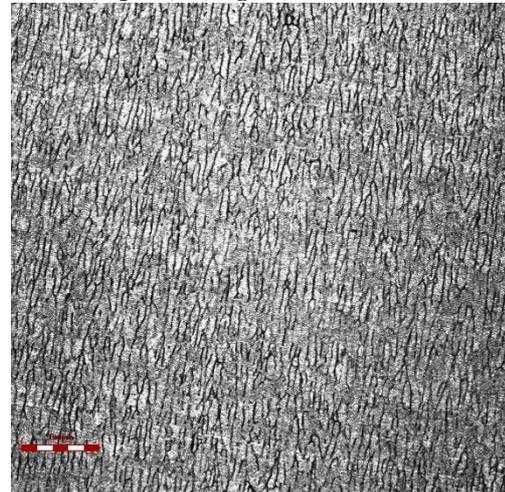
$P=8,0\text{mm}$, $\lambda_2=25,51$, $V_L=1,72\text{ mm/s}$, $\dot{T}=5,71\text{ }^\circ\text{C/s}$



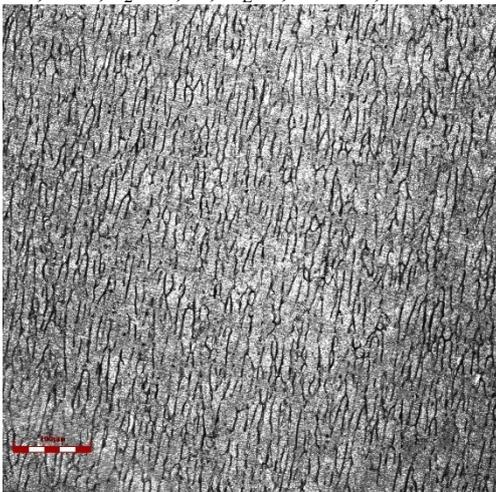
$P=8,0\text{mm}$, $\lambda_2=17,07$, $V_L=1,43\text{ mm/s}$, $\dot{T}=2,81\text{ }^\circ\text{C/s}$



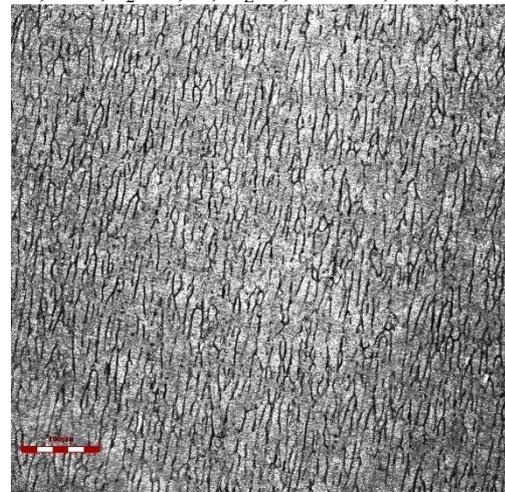
$P=10,0\text{mm}$, $\lambda_2=28,84$, $V_L=1,66\text{ mm/s}$, $\dot{T}=5,23\text{ }^\circ\text{C/s}$



$P=10,0\text{mm}$, $\lambda_2=19,30$, $V_L=1,39\text{ mm/s}$, $\dot{T}=2,57\text{ }^\circ\text{C/s}$



$P=14,0\text{mm}$, $\lambda_2=34,71$, $V_L=1,58\text{ mm/s}$, $\dot{T}=4,57\text{ }^\circ\text{C/s}$



$P=14,0\text{mm}$, $\lambda_2=23,22$, $V_L=1,32\text{ mm/s}$, $\dot{T}=2,24\text{ }^\circ\text{C/s}$

Figura 4.15: Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b)Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção longitudinal ; Posições em relação a interface metal/molde: 8mm, 10mm e 14mm.

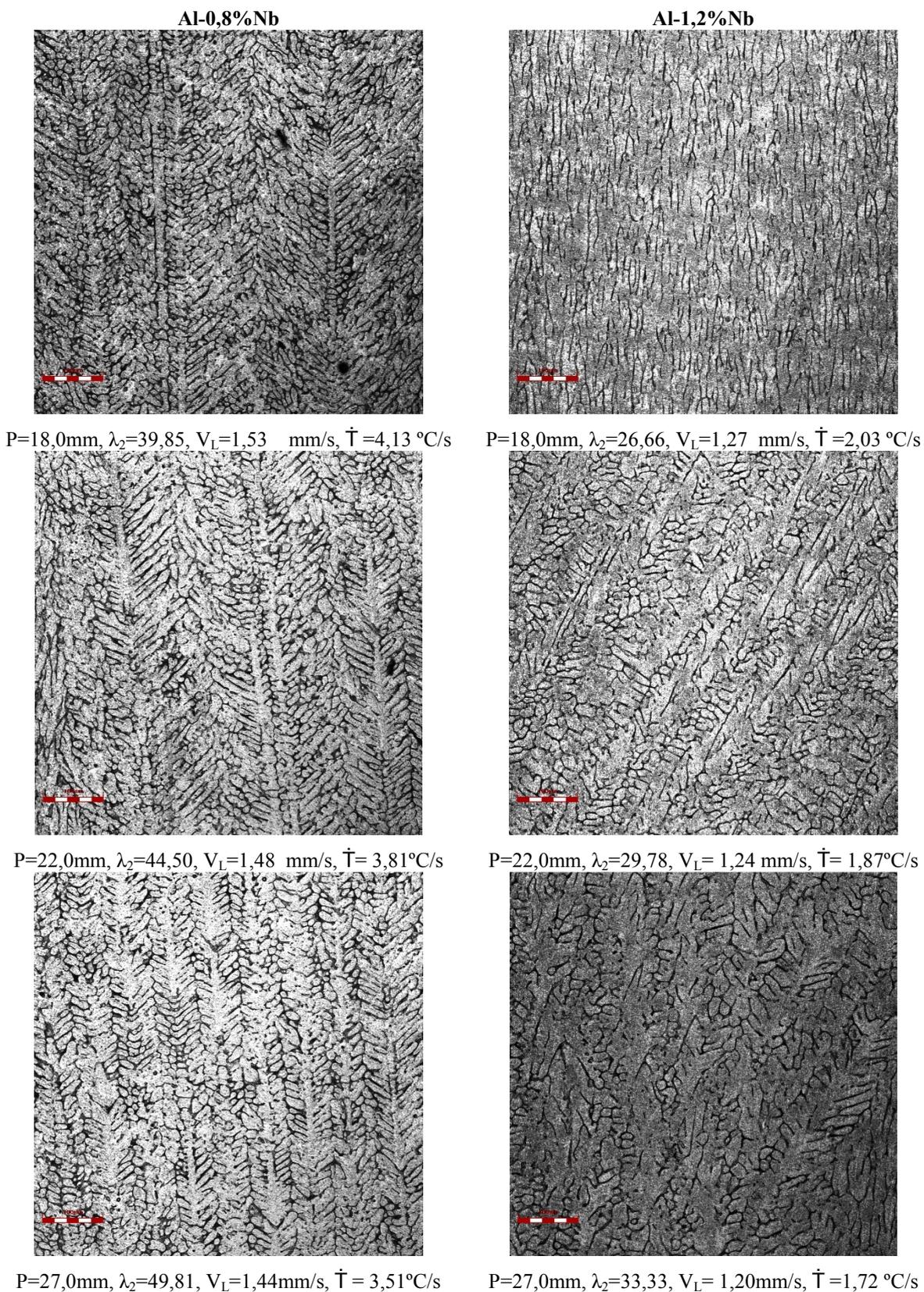


Figura 4.16: Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b)Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção longitudinal ; Posições em relação a interface metal/molde: 18mm, 22mm e 27mm.

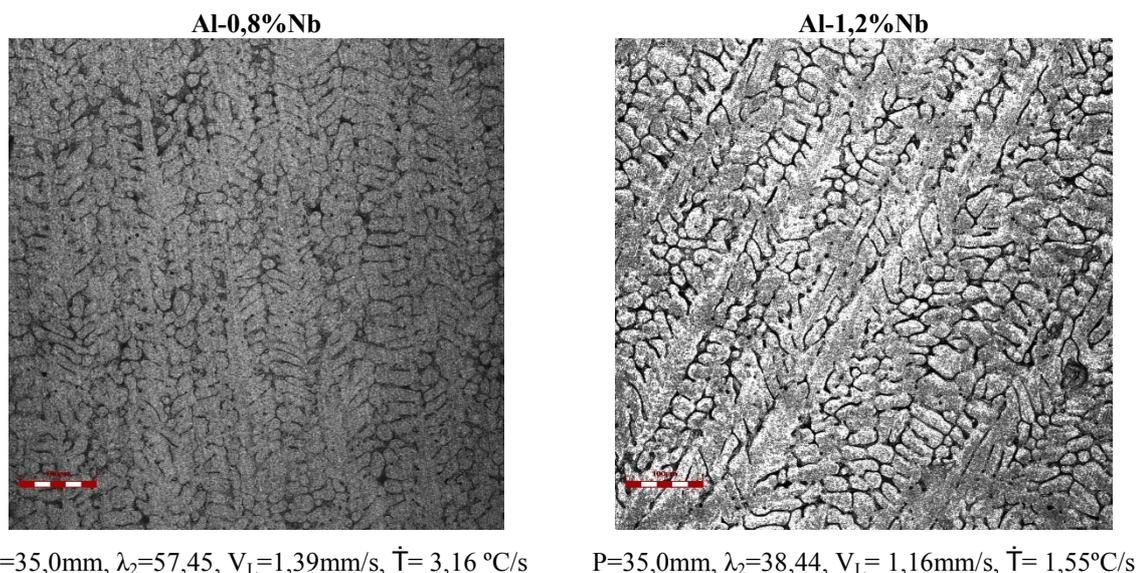


Figura 4.17: Microestruturas dendríticas obtida da liga a)Al-0,8%Nb, b)Al-1,2%Nb a partir de cortes na seção longitudinal ; Posições em relação a interface metal/molde: 35mm.

Pode ser observado que o teor de soluto teve forte influência nos espaçamentos encontrados para a liga Al1,2%Nb promovendo o refinamento da estrutura indicando que o teor de soluto possui maior influência no refino que as taxas de resfriamento.

4.6. Quantificação dos Espaçamentos Dendríticos das Ligas Al-Nb

4.6.1. Quantificação dos espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e (λ_2), das ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb

A Figura 4.18 e 4.19 mostram o gráfico de evolução do espaçamento dendrítico em função da posição em relação à interface metal/molde para as ligas Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb. Os pontos representam os valores experimentais médios para cada posição a partir da interface metal/molde, enquanto que a função potencial representa uma lei experimental que caracteriza o conjunto de pontos experimentais. Observa-se que a expressão $\lambda_1=3,55.(P)^{0,85}$ para a liga Al-0,8%Nb e $\lambda_1=2,98.(P)^{0,85}$ para a liga Al-1,2%Nb caracteriza a variação experimental dos espaçamentos primários em função da posição.

Pode-se observar um aumento de λ_1 e λ_2 nas posições mais distantes da interface metal/molde, à medida que se afastam da superfície de extração do calor. Espaçamentos dendríticos maiores foram percebidos para a liga com 0,8% de Nb, avaliando-se na mesma posição no lingote.

Conforme a literatura (Garcia, 2007), de acordo com o critério do gradiente térmico, o crescimento dendrítico é favorecido com a redução do gradiente, correlacionando às duas ligas, quanto maior o teor de soluto, menor o EDP, para uma mesma posição a partir da interface.

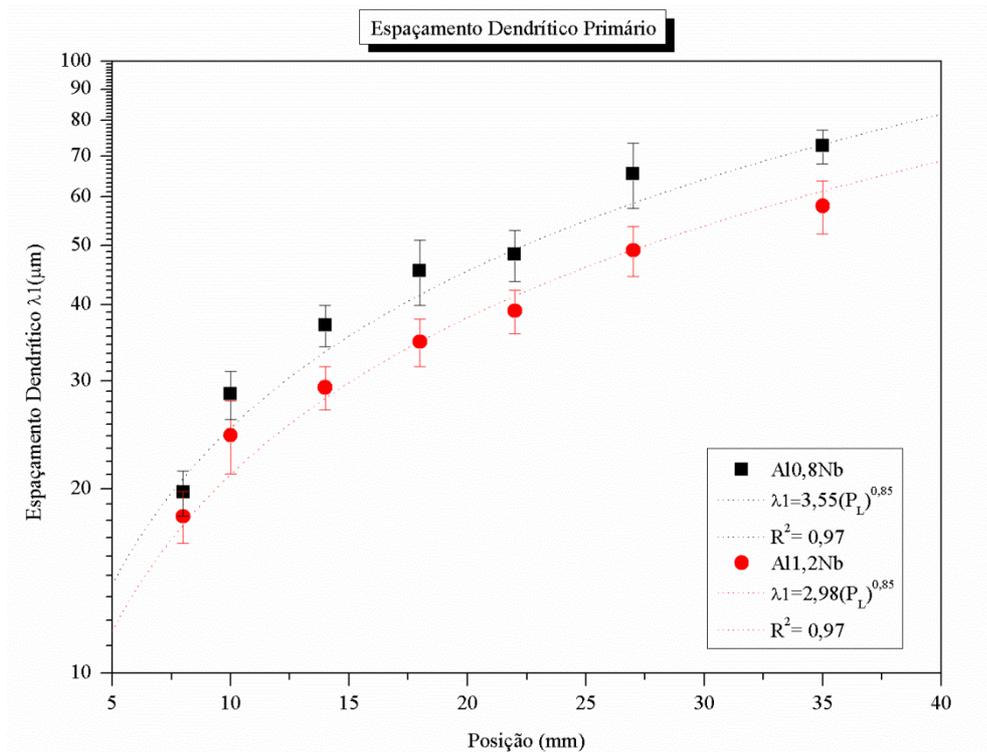


Figura 4.18: Espaço dendrítico primário em função da posição a partir da Interface metal/molde da liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb.

Fonte: Própria (2017).

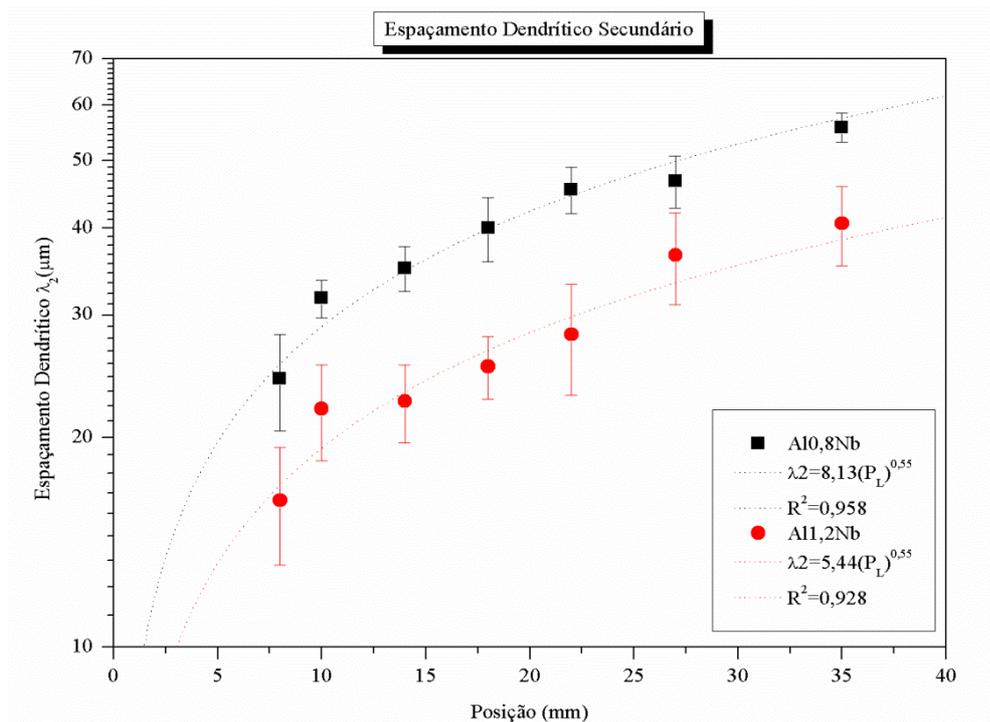


Figura 4.19: Espaçamento dendrítico secundário em função da posição a partir da interface metal/molde da liga Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb

Fonte: Própria (2017).

4.6.2. Correlações entre parâmetros térmicos da solidificação e espaçamentos dendríticos

Os valores experimentais dos espaçamentos dendríticos em função da taxa de resfriamento, estão demonstrados pelos gráficos nas Figuras 4.20 e 4.21. Observa-se para ambas as ligas que as taxas de resfriamento mais elevadas desenvolveu espaçamentos dendríticos menores, sendo resultado da maior eficiência da extração de calor, seguido com um perfil decrescente à medida que se afasta dessa mesma interface. Correlacionando as duas ligas pode-se verificar que liga de Al-1,2%Nb inicia e finaliza a solidificação com taxas de resfriamento menores devido maior concentração de soluto.

A expressão $\lambda_1 = 600(\dot{T})^{-1,85}$ para a liga Al-0,8%Nb e $\lambda_1 = 133,5(\dot{T})^{-1,85}$ para a liga Al-1,2%Nb caracterizam a variação experimental medida dos espaçamentos primários em função da taxa de resfriamento.

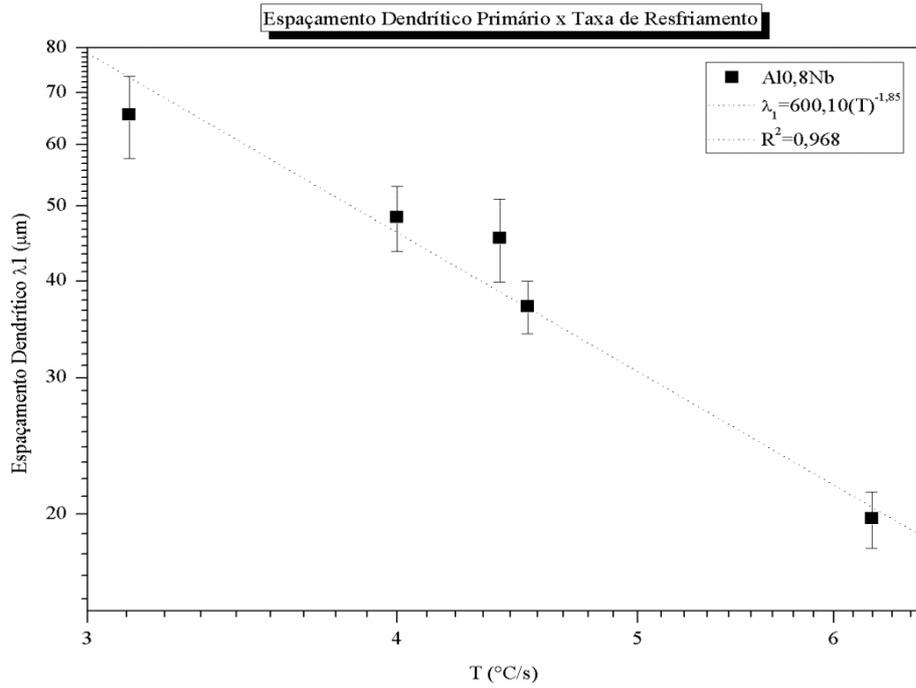


Figura 4.20: Espaçamento dendrítico primário em função da taxa de resfriamento para a liga Al-0,8%Nb.
 Fonte: Própria (2017).

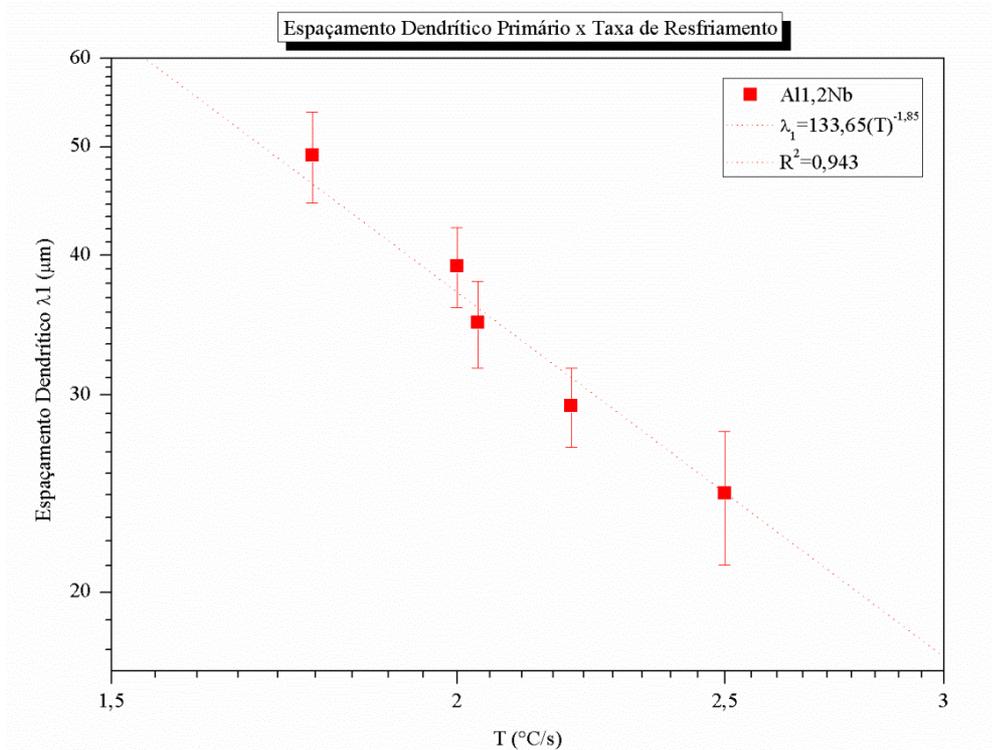


Figura 4.21: Espaçamento dendrítico secundário em função da taxa de resfriamento para a liga Al-1,2%Nb.
 Fonte: Própria (2017).

As Figuras 4.22 e 4.23 apresentam a correlação entre o espaçamento dendrítico secundário e a velocidade de avanço da isoterma *liquidus*, os pontos representam a média entre as 50 medições efetuadas nos espaçamentos em distintas posições relativas à interface metal/molde, as expressões $\lambda_2 = 186,07(V_L)^{-3,62}$ para a liga Al-0,8%Nb e $\lambda_2 = 55,61(V_L)^{-3,62}$ para a liga Al-1,2%Nb caracterizam a variação experimental. Próxima à interface metal/molde as velocidades estabelecem valores mais elevados, proporcionando menores valores dos espaçamentos dendríticos para ambas as ligas. A liga de Al-1,2%Nb, devido maior concentração de soluto teve menores espaçamentos dendríticos para uma mesma posição em relação a liga Al-0,8%Nb.

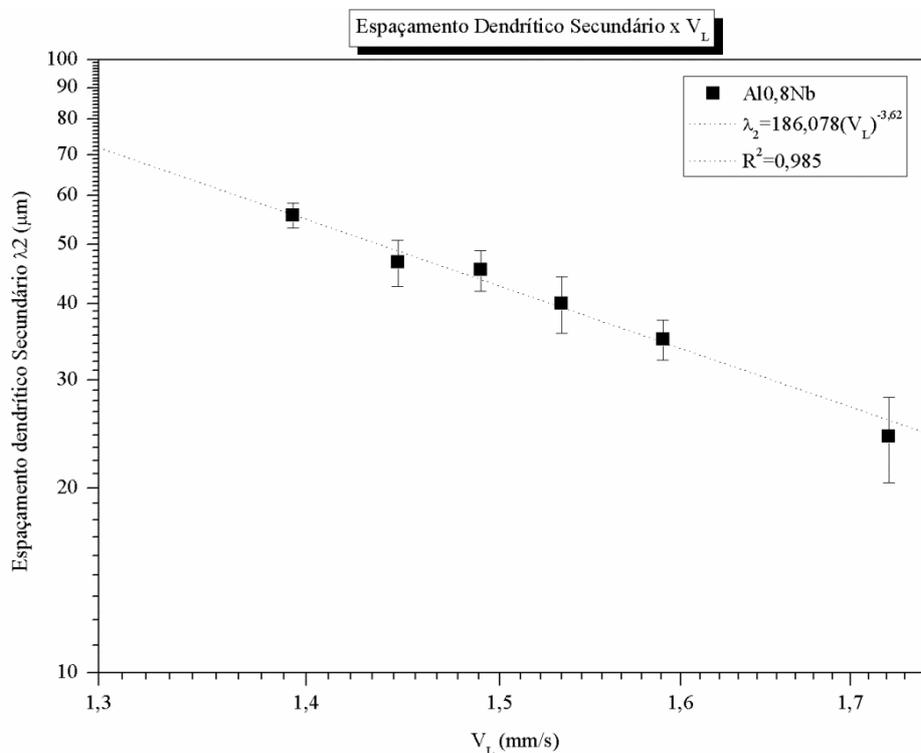


Figura 4.22: Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade da isoterma *liquidus* para a liga Al-0,8%Nb.

Fonte: Própria (2017).

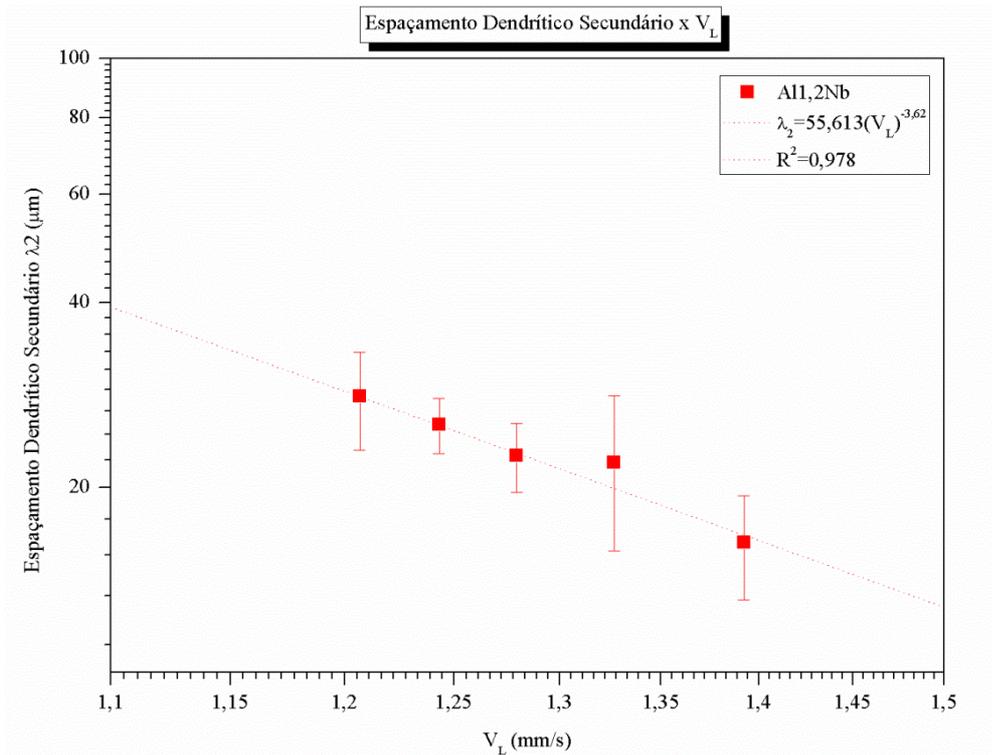


Figura 4.23: Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade da isoterma *liquidus* para a liga Al-1,2%Nb.

Fonte: Própria (2017).

4.7. Microdureza Vickers

No intuito de se estabelecer uma correlação entre parâmetros da microestrutura e propriedades mecânicas, foram quantificados os valores de microdureza Vickers ao longo do comprimento dos lingotes obtidos experimentalmente.

A Figura 4.24 apresenta a imagem no microscópio óptico revelando a endentação na amostra, λ_2 da liga Al-0,8Nb, analisada neste trabalho.

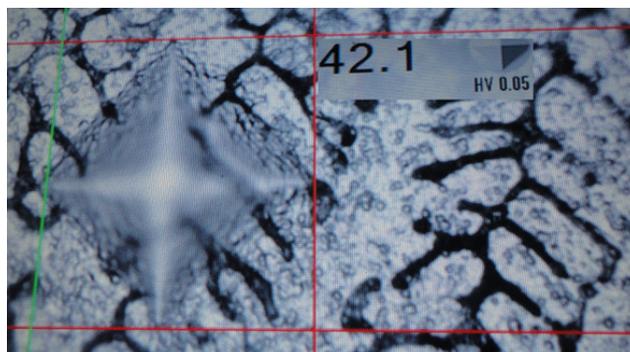


Figura 4.24: Imagem no microscópio óptico com aumento de 500x revelando a endentação na amostra.

Fonte: Própria (2017).

Conforme a Tabela 02 são demonstrados os valores mínimos, máximos, médio e desvio padrão da microdureza das ligas 0,8 e 1,2.

Tabela 4.1: Valores de microdureza das posições

Microdureza das posições				
LIGA	VALOR MÍNIMO	VALOR MÁXIMO	VALOR MÉDIO	DESVIO PADRÃO
Al-0,8%Nb	38,24	46,05	42,70	2,5
Al-1,2%Nb	35,97	54,32	44,00	1,21

A variação dos valores de taxa de resfriamento e velocidade de solidificação ao longo da dimensão dos lingotes da liga Al-Nb, comprometem a microestrutura dendrítica (EDP- λ_1), influenciando conseqüentemente nos valores de microdureza, representado abaixo pelas Figuras 4.25 e 4.26. A liga Al-1,2%Nb demonstrou diferença nos resultados da Microdureza em relação à liga com proporção menor.

Nb possui densidade maior que o Al, favorecendo maior concentração no início da solidificação e uma microestrutura mais refinada, influenciando em maior resistência mecânica nas posições próximas a base do lingote, seguindo de forma decrescente. A média da microdureza das posições da liga com 1,2% de Nb é de 44,00 HV, com diferença de 3% em relação a liga com 0,8% de Nb que equivale 42,7 HV.

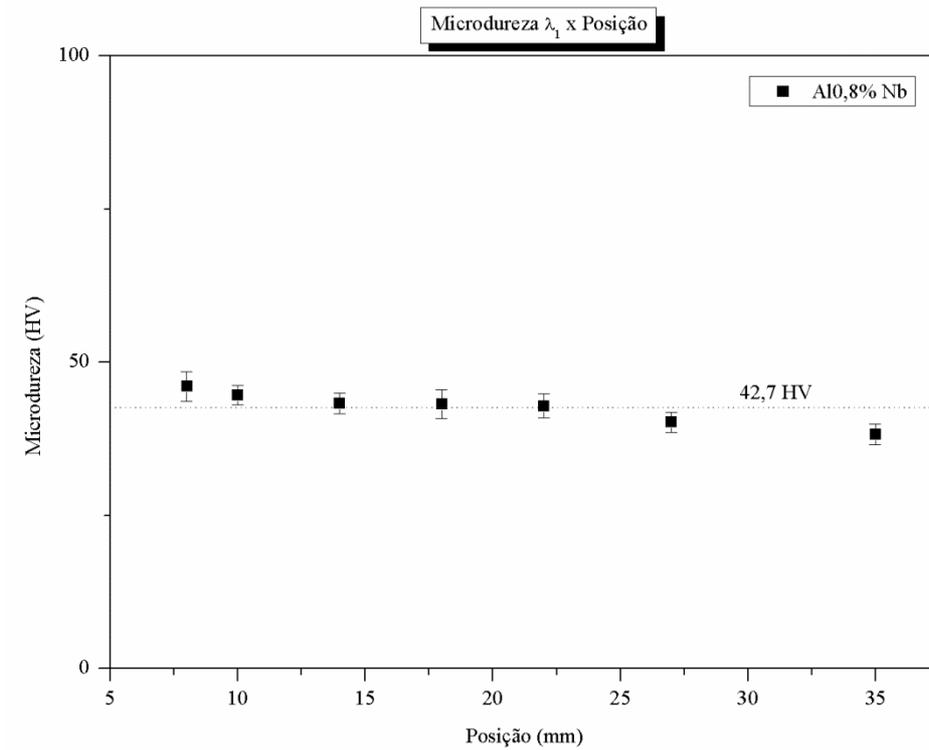


Figura 4.25: Evolução da microdureza Vickers (HV) em função da posição para a liga Al-0,8Nb
 Fonte: Própria (2017).

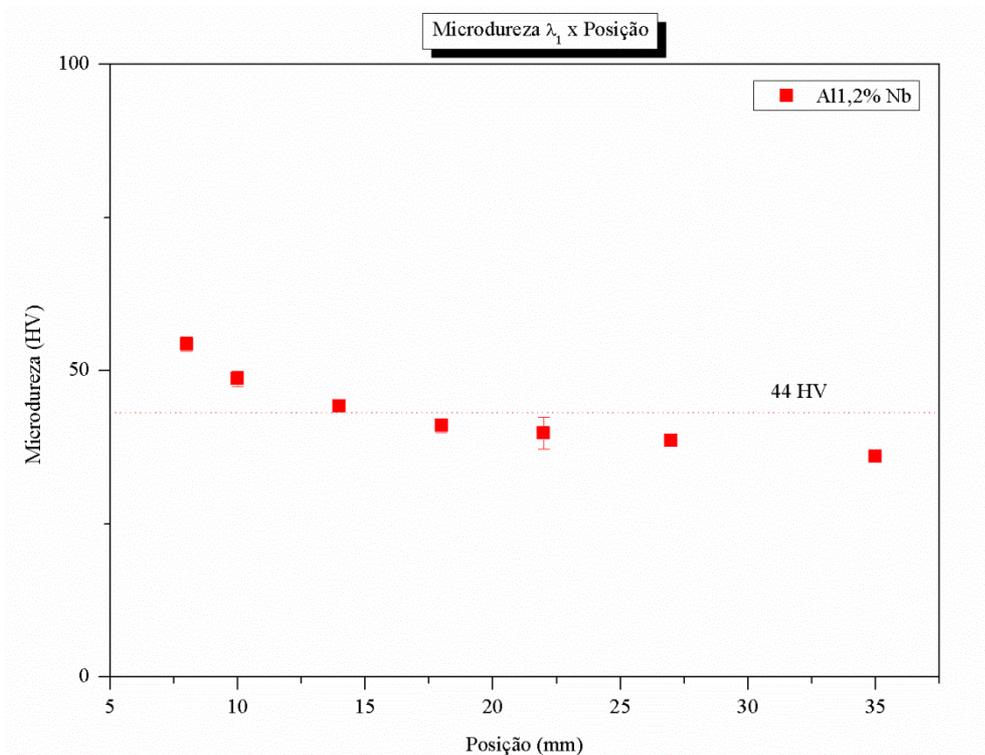


Figura 4.26: Evolução da microdureza Vickers (HV) em função da posição para a liga Al-1,2Nb
 Fonte: Própria (2017).

Na correlação da dureza com espaçamento dendrítico primário, mostrada nas Figuras 4.27 e 4.28, pode-se observar que a dureza da liga aumenta com a redução do espaçamento dendrítico, ou seja, ao se distanciar da chapa/molde na região avaliada, observa-se que o espaçamento dendrítico cresce e se torna mais bem definido, no entanto a dureza diminui. A expressão dada por $\lambda_1=69,64(HV)^{-0,13}$ para a liga Al-0,8%Nb e $\lambda_1=136,60(HV)^{-0,32}$ para a liga Al-0,8%Nb representa a evolução da dureza Vickers.

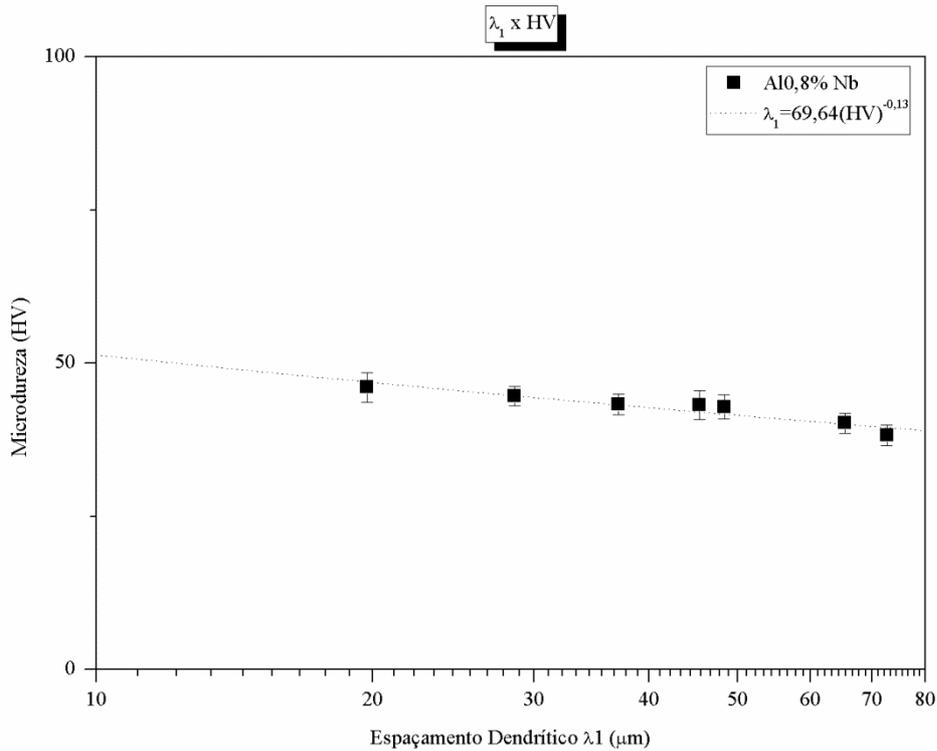


Figura 4.27: Evolução da microdureza Vickers (HV) em função de λ_1 para a liga Al-0,8Nb

Fonte: Própria (2017).

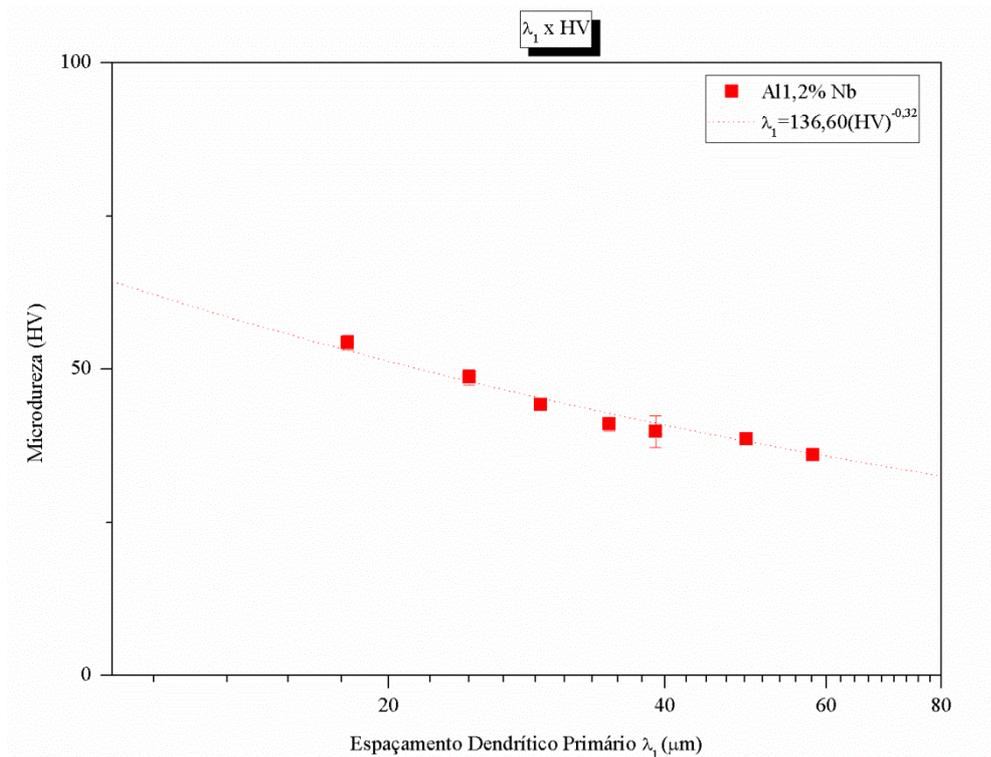


Figura 4.28: Evolução da microdureza Vickers (HV) em função de λ_1 para a liga Al-1,2Nb
 Fonte: Própria (2017).

4.8. Ensaio Excitação por Impulso

Através do ensaio de excitação por impulso obteve-se os valores de módulo de elasticidade e fator de amortecimento, sendo apresentado nas Figuras 4.29 e 4.30.

Há uma tendência de queda do módulo de elasticidade em ambas as ligas com o aumento da distância em relação à chapa/molde, observa-se também o fator de amortecimento, demonstra em ambas as ligas procedem de forma uniforme.

A concentração de soluto influencia nas propriedades mecânicas, o módulo de elasticidade está associado com as propriedades mecânicas de tensão de escoamento (σ_e), limite de resistência à tração (σ_u) e tensão de ruptura (σ_R). A liga com maior concentração de soluto possui módulo de elasticidade e amortecimento maiores que a liga de menor concentração.

Relacionando as posições próximas a chapa/molde e a mais distante numa mesma liga, não há indicações de alterações nos módulos elásticos. Contudo há a indicação de que o aumento no teor de soluto aumenta o módulo elástico em relação a liga de menor soluto.

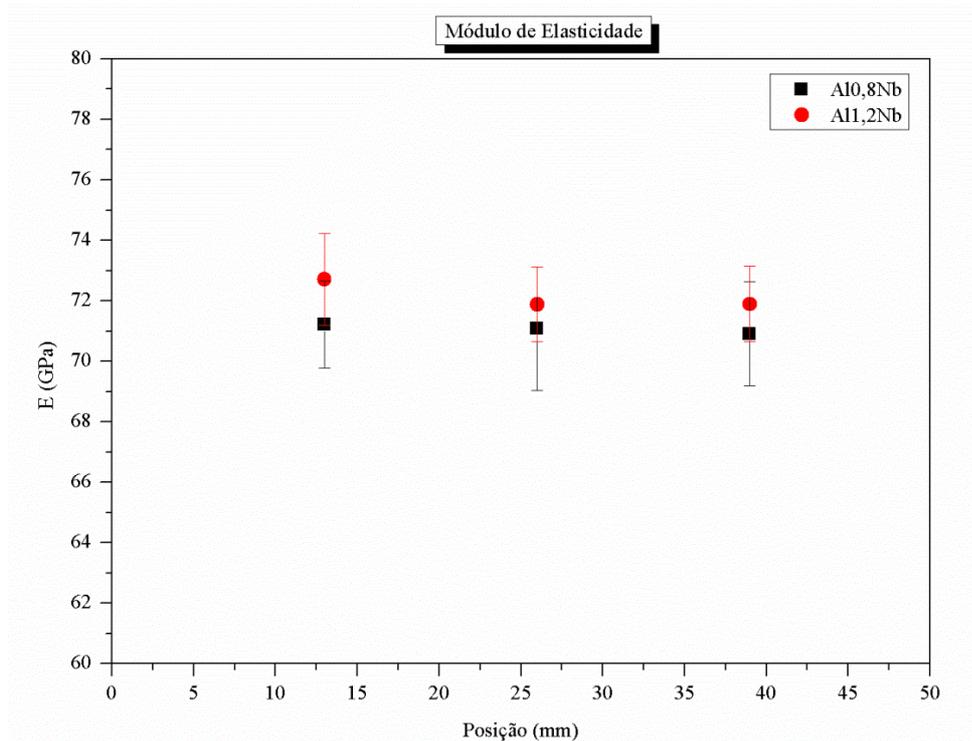


Figura 4.29: Módulo de elasticidade em função da posição para as ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb solidificadas unidirecionalmente.

Fonte: Própria (2017).

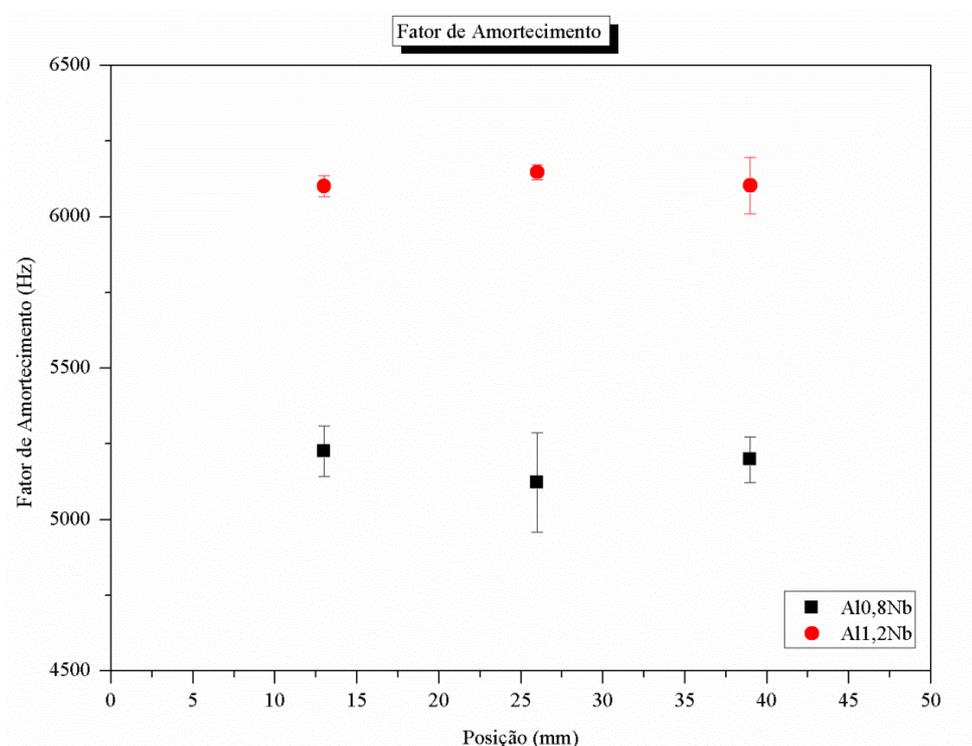


Figura 4.30: Fator de amortecimento em função da posição para as ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb solidificadas unidirecionalmente.

Fonte: Própria (2017).

5. CONCLUSÕES

Conforme os resultados das verificações teóricas e experimentais conduzidas na trajetória desse trabalho e nas comparações efetuadas, tendo como referência a revisão bibliográfica, possibilitou extrair as seguintes conclusões:

Observou-se que quanto maior o teor de soluto no interior da liga, menor será a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*.

Para a solidificação transitória unidirecional da liga binária Al-0,8%Nb e Al-1,2%Nb, foram estabelecidas as seguintes equações experimentais de crescimento em função de parâmetros térmicos da solidificação:

- Correlação entre espaçamento dendrítico primário (EDP) e a taxa de resfriamento (\dot{T}), onde λ_1 (μm), \dot{T} ($^{\circ}\text{C/s}$):

$$\lambda_1 = 600(\dot{T})^{-1,85} \quad \text{liga Al-0,8\%Nb}$$

$$\lambda_1 = 133,5(\dot{T})^{-1,85} \quad \text{liga Al-1,2\%Nb}$$

- Correlação entre espaçamento dendrítico secundário (EDS) e a velocidade (V_L), onde λ_2 (μm), V_L (mm/s):

$$\lambda_2 = 186,07(V_L)^{-3,62} \quad \text{liga Al-0,8\%Nb}$$

$$\lambda_2 = 55,61(V_L)^{-3,62} \quad \text{liga Al-1,2\%Nb}$$

Espaçamentos primários mais refinados produzem maiores durezas. A média da microdureza das posições da liga com 1,2% de Nb é de 44,00 HV, com diferença de 3% em relação a liga com 0,8% de Nb que equivale 42,7 HV.

Observou-se que quanto menores os valores de espaçamentos dendríticos primários, maiores os valores de HV0,5. A adição de Nb ao sistema Al-Nb, mostra influência nos valores resultante de dureza.

Quanto mais refinada a microestrutura, apresentam menores espaçamentos dendríticos primários e secundários.

Nas posições analisadas em uma mesma liga, o módulo elástico possui valor maior próximo a chapa/molde. Correlacionando as duas ligas o módulo elástico se manteve basicamente igual para as duas ligas com valor médio 71,07GPa e 72,16GPa respectivamente.

5.1. Sugestões para Próximos Trabalhos

Com base nos resultados desse trabalho, são sugeridas as seguintes abordagens de pesquisa para a realização de trabalhos futuros:

- Estender a análise desenvolvida nesse trabalho para outras porcentagens de ligas do sistema Al-Nb;
- Analisar para o mesmo sistema utilizado de solidificação unidirecional o estudo da troca da chapa/molde, para ver a influência do mesmo;
- Realizar os ensaios mecânicos de tração e fadiga para uma melhor caracterização do material e realizar tratamentos térmicos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRITO, C. C. de. **Parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação transitória de ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e correlação com resistências mecânica e à corrosão**. 2016. 205f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.

MUSOLINO, B. C.; MACIEL, C. D.; ENDO, W.; PEREIRA, A. H. A.; RODRIGUES, J. A.. **Algoritmo para determinação do coeficiente de amortecimento de materiais pela técnica da excitação por impulso**. 2011. Laboratório de Instrumentação e Microeletrônica, Depto. de Engenharia Elétrica, EESC-USP. São Carlos – SP.

CAMPOS JR, A. A. de. **Parâmetros térmicos de solidificação, microestrutura e propriedades em tração de liga ternária Al-Sn-Cu**. 2017. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.

CHALMERS, B. **Principles of Solidification**. New York: McGraw-Hill, 1964.

COSTA T. A. P. S. **Influência dos parâmetros térmicos na formação da microestrutura de ligas ternárias Al-Cu-Si solidificadas direcionalmente**. 2013. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará.

DANTAS, P. P. **Caracterização de Ligas Hipereutéticas de Al-Ni Solidificadas Unidirecionalmente**. 2014. 103p. Dissertação (Mestrado em Integridade de Materiais da Integridade da Engenharia) - Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, Gama – DF.

DIAS FILHO, J. M. da S. **Análise térmica e micro estrutural na solidificação de ligas monofásica e peritéticas do sistema Zn-Ag**. 2013. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP.

DIAS, M.; COSTA, T.; ROCHA, O.; SPINELLI, J.E.; CHEUNG, N.; GARCIA A. Interconnection of thermal parameters, microstructure and mechanical properties in directionally solidified Sn-Sb lead free solder alloys. **Mater Character.**v.106, p.52-61, 2015.

DING, G. L.; TEWARI, S. N. Dendritic morphologies of directionally solidified single crystal along different crystallographic. **Journal of Crystal Growth.** v. 236, p.420-428, 2002.

FILHO, J. M. D.; KIKUCHI, R. H.; COSTA, T. A. P. S.; MOREIRA, A. L. S.; ROCHA, O. F. L. Influência das variáveis térmicas sobre os espaçamentos dendríticos terciários durante a solidificação direcional horizontal da liga Al-6%Cu. **Revista Matéria.** São Paulo, v.20, n. 01, p.47-63, 2015.

FLEMINGS, M. C. **Solidification Processing**, New York: McGraw-Hill, 1974.

GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações.** 2ª Ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2007.

GARCIA, L R. **Análise da evolução micro estrutural e de propriedades mecânicas de ligas Sn-Ag e Sn-Bi para soldagem e recobrimento de superfícies.** 2012. 167f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.

GARCIA, L. R.; OSÓRIO, W.R.; PEIXOTO, L.C.; GARCIA A. Correlação entre propriedades mecânicas e arranjo dendrítico de ligas Sn-Sn utilizadas em solda sem presença de chumbo. **Matéria.** Rio Janeiro, v.14, n.02, p.1-11, 2009.

GOMES, L. G. **Microestrutura Dendrítica, Macrossegregação e Microporosidade na Solidificação de Ligas Ternárias Al-Si-Cu.** 2012. 178f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP.

GOMES, R.C.F. **Caracterização térmica e mecânica de ligas hipoeutéticas de alumínio-níquel (Al-Ni)**. 2013. 89f. Dissertação (Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia) - Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, Gama – DF.

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

GÜNDÜZ, M.; ÇARDILI, E.; Directional solidification of aluminium–copper alloys. **Materials Science and Engineering A**. v. 327, p. 167–185, 2002.

KURZ, W.; FISHER, D. J. Fundamentals of Solidification. Switzerland. **Trans Tech Publications**. 1984/86/89/92.

KAYA, M. Physical metallurgy of magnesium. In **Fundamentals of magnesium alloy metallurgy**. Publishing Limited, 2013.

LAXMANAN, V. Cellular and Primary Dendritic Spacing in Directionally Solidified Alloys. **Scripta Materialia**. v. 38, n.8, p. 1289-1297, 1998.

MARIANO, C. **Obtenção de revestimentos de nióbio depositados por aspersão térmica para proteção à corrosão marinha**. 2008. 78f. Dissertação mestrado – Universidade Federal do Pará, Curitiba – PA.

MATSUMOTO, L. M. **Estudo do efeito do modificador Al-Sr no tratamento de modificação do eutético da liga AA356**. 2012. 42f. Trabalho de Graduação- Faculdade de Engenharia do Campus Guaratinguetá, UNESP, Guaratinguetá – SP.

MISRA, D.; JANSTO, S. G. **Niobium in Heavy and Medium Sections for High – Rise Structures**. Proceedings of the Value-Added Niobium Microalloyed Construction Steels Symposium CBMM and TMS, 2015.

MOTA, M. A. **Obtenção e caracterização de materiais compósitos in situ no sistema Fe-Al-Nb**. 1998. 80f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.

MOUTINHO, D.J.da C. **Análise da evolução micro estrutural e da formação de macrossegregação e microporosidade na solidificação unidirecional transitória de ligas ternárias Al-Cu-Si**. 2012. 172f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.

NASCIMENTO, M. S.; FRAJUCA C.; NAKAMOTO, F. Y.; SANTOS, G. A.;COUTO, A. A. Correlação entre variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e resistência mecânica da liga Al-10%Si-2%Cu. **Revista Matéria**. São Paulo, v.22, n. 1, p.1-16, 2017.

OSÓRIO, W. R. R. **Correlação entre parâmetros da solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas Zn-Al**. 2000. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP.

POLMEAR, I. J. Recent developments in light lloys.**Materials Transactions**, v. 37, n 1, p. 12-31, 1996.

REED HILL, R. E. **Princípios de Metalurgia Física**. 2a ed.Rio de Janeiro: Guanabara 2, 1983.

ROCHA, O. L.; et al. The columnar to equiaxed transition in the directional solidification of aluminum based multicomponent alloys. **Rem: Rev. Esc. Minas**. Ouro Preto , v. 68, n. 1, p. 85-90, 2015 .

ROCHA, O. F. L.da. **Análise teórico-experimental da transição celular/dendrítica e da evolução da morfologia dendrítica na solidificação unidirecional em condições de fluxo de calor transitório**. 2003. 167f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.

ROCHA, O. F. L.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA, A.; Cellular/dendritic transition during unsteady-state unidirectional solidification of Sn-Pb alloys, **Materials Science and Engineering**. v. 347, p. 59-69, 2003.

ROSA, D. M. **Estruturas celulares, transição celular/dendrítica e estruturas dendríticas na solidificação unidirecional transitória**. 2007. 171f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.

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

SIQUEIRA, C. A. **Influência de parâmetros térmicos de solidificação na transição colunar/equiaxial**. 2002. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.

STEFANESCU, D. M. **Science and Engineering of Casting Solidification**. 2^a Ed. New York: Springer Science + Business Media, LLC, 2009.

SUKER, D. K. Aluminium alloys: a survey of data in the Literature. **International Journal of Materials Engineering and Technology**. v. 9,n. 1, p. 1-18, 2013.

TEODORO, A. **Caracterização dos módulos elásticos e do amortecimento de materiais pela Técnica de Excitação por Impulso**. 2014. ATCP do Brasil, Engenharia Física, Ribeirão Preto – SP.

VERISSIMO, N. C. **Solidificação unidirecional de ligas Mg-Zn para aplicações biomédicas: Evolução micro estrutural, macrossegregação, dureza e resistência a corrosão**. 2017. 247f. Tese (Doutorado) -Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - DF.

VOORT, G. F. V. Metallography and Microstructures. **ASM Handbook, ASM International**.v.9, 2004.