

## DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE LIGAS DILUIDAS DE ALUMÍNIO-TUNGSTÊNIO, PRODUZIDAS POR SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL ASCENDENTE EM REGIME TRANSIENTE DE CALOR

DIEGO CARVALHO MARANHÃO

Brasília, 12 de março de 2019

**UNIVERSIDADE DE BRASILIA** FACULDADE DE TECNOLOGIA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECANICA

## UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA FACULDADE DE TECNOLOGIA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

## DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE LIGAS DILUIDAS DE ALUMÍNIO-TUNGSTÊNIO, PRODUZIDAS POR SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL ASCENDENTE EM REGIME TRANSIENTE DE CALOR

DIEGO CARVALHO MARANHÃO

**ORIENTADOR: Dra. PALLOMA VIEIRA MUTERLLE** 

PUBLICAÇÃO: BRASÍLIA/DF: MARÇO – 2019

## UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA FACULDADE DE TECNOLOGIA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL

## CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DE LIGAS DILUIDAS DE ALUMÍNIO-TUNGSTÊNIO, PRODUZIDAS POR SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL ASCENDENTE EM REGIME TRANSIENTE DE CALOR

## DIEGO CARVALHO MARANHÃO

### DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISÍTOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS MECÂNICAS.

### **APROVADA POR:**

Palloma Vieira Muterlle, Dra. (ENM-UnB) (Orientadora)

Prof. Daniel Monteiro Rosa, Dr. (ENM-UnB) (Examinador Externo)

Prof. Emmanuel Pacheco Rocha Lima, Dr. (FGA-UnB) (Examinador Externo)

BRASÍLIA/DF, 12 DE MARÇO DE 2019

### FICHA CATALOGRÁFICA

MARANHÃO, DIEGO CARVALHO	
Caracterização microestrutural e mecânica de ligas diluídas de alumínio tungstênio,	
produzidas por solidificação unidirecional ascendente e, regime transiente de calor.	
103p., 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Mestre, Ciências Mecânicas, 2019).	
Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.	
Departamento de Engenharia Mecânica.	
1.Solidificação unidirecional ascendente	2.Ligas de AlW
3.Microestrutura	4. Espaçamento microestrutural
5.Ligas de alumínio	

### **REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA**

MARANHÃO, D. C. (2019). Caracterização microestrutural e mecânica de ligas diluídas de alumínio tungstênio, produzidas por solidificação unidirecional ascendente e, regime transiente de calor. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM.DM - , Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 103p.

### **CESSÃO DE DIREITOS**

AUTOR: Diego Carvalho Maranhão

TÍTULO: Caracterização microestrutural e mecânica de ligas diluídas de alumínio tungstênio, produzidas por solidificação unidirecional ascendente e, regime transiente de calor,

GRAU: Mestre ANO: 2019

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 dessa dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Diego Carvalho Maranhão EQN 406/407, BL. A, Apto. 103 CEP: 70.847-400 dcarvalhomaranhao@gmail.com

#### Dedicatória

Dedico este trabalho à minha Mãe Antônia Carvalho de Sousa Neta, a minha família e a minha namorada.

#### Agradecimentos

Agradeço ao meu orientador, Professor Daniel Monteiro Rosa, pela orientação prestada ao longo da elaboração deste trabalho, pelo apoio e pela motivação.

Aos professores do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília, em especial a professora Palloma Muterlli, pela ajuda prestada ao longo desses dois anos.

À minha mãe, Antônia Neta, um exemplo, que me apoiou, incentivou, e se esforçou para me dar as condições necessárias para que eu chegasse aonde cheguei e me tornasse o que sou hoje.

À meu pai que me criou, a minha prima irmã que cresce junto comigo e a minha família pela paciência, compreensão, apoio ao longo dos últimos anos em que me dediquei ao curso de Engenharia Mecânica.

A minha vó Maria Carvalho de Souza que sempre foi uma base sólida na família e sem seu apoio e auxilio eu não estaria aqui, bem como tia Alenice Carvalho de Souza que sempre incentivou meus estudos.

À minha namorada, Karine Louise, que esteve ao meu lado todos esses anos, e foi um exemplo de dedicação que me deu forças e me incentivou sempre, durante todo o mestrado.

Aos meus amigos, Felipe, Filipe, Ivan, Leandro, Luis, Luiz, Mauricio, Matheus, Pedro e Wellington que desde o início da graduação estiveram ao meu lado, mostrando o valor da verdadeira amizade, nos momentos de diversão e nos momentos de tensão, ajudando e apoiando as minhas ações.

As novas amizades advindas do mestrado, Maycol, Thiago, Rayssa, Layse, Gustavo, Michaella, Ildon, Emerson, Sarah, Stefania, Bernardo, Natalia, que permaneceram presentes durantes as adversidades desses dois anos.

As amizades da época da ANAC, Lilian, Mariana, Julia, Assumpção, Rodrigo, Chris, Carla, Elaine e todos os outros que de alguma forma participaram dessa etapa.

A todos os técnicos e funcionários do Bloco SG9, em especial Arthur, Xavier, Marcão, Pereira, Tarsis, Adriano, Ivan, Wesley, Reginaldo e Raimunda por todo o apoio e paciência prestados em meus momentos de trabalhos.

A Cordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao Decanato de Pós-Graduação da Universidade de Brasília, pelos recursos financeiros que possibilitaram a realização deste trabalho.

Muito obrigado a todos. Diego Carvalho Maranhao

"Pesquisas exploratórias tem como objetivo principal o levantamento de ideias ou descobertas de intuições" Gil, 2002

#### RESUMO

O alumínio é o metal não-ferroso mais utilizado do mundo, possuindo propriedades como a baixa densidade, em relação aos ferrosos, boa condutibilidade térmica e elétrica, boa tenacidade sendo estas características favoráveis à várias aplicações aeronáuticas, automobilísticas e estruturais. A adição de elementos de liga no alumínio é uma das formas de manipular as propriedades finais dos produtos. Neste contexto, o tungstênio, que possui elevado ponto de fusão, resistência a corrosão e um alto ponto de fusão, vem sendo estudado como um possível ligante, capaz de elevar algumas propriedades de ligas de alumínio. Este estudo propôs elaborar ligas do sistema Aluminio-Tungstênio (Al-0,4%W, Al-0,8%W e Al-1,2%W), solidificadas de forma unidirecional ascendente. Foram realizadas investigações acerca das propriedades microestruturais e mecânicas das ligas, bem como, analisar as variáveis térmicas da solidificação correlacionando-as com os espaçamentos microestruturais e propriedades mecânicas. As variáveis da velocidade e da taxa de resfriamento apresentaram as seguintes leis, em função da posição em relação a chapa molde: Al0,4% W:  $V_L = 2,8185(P_L)^{-0,287}$  e  $\dot{T} = 75,026(P_L)^{-0,76}$ ; Al0,8% W:  $V_L = 2,9349(P_L)^{-0,287}$  e  $\dot{T}$ = 37,01275,026(  $P_L$ )<sup>-0,76</sup>; Al0,4% W:  $V_L$  = 3,032( $P_L$ )<sup>-0,287</sup> e  $\dot{T}$  = 21,158( $P_L$ )<sup>-0,264</sup>. Quando correlacionadas aos espaçamentos microestruturais, quanto maiores os valores dessas variáveis menores os espaçamentos microestruturais, porém, em termos teor de soluto, as ligas apresentaram um comportamento diferente do que já fora observado em outros trabalhos. Foi encontrado a presença do intermetálico Al<sub>5</sub>W nas ligas Al0,8%W e Al1,2%W, além de transições entre microestruturas celulares e dendríticas para as três ligas. Observouse também que o refino da microestrutura proporcionou aumento da dureza, chegando a valores de 62 HV, na região com intermetálico da liga Al1,2% W, enquanto a liga Al0,4% W apresentou uma dureza máxima de 32 HV, gerando quase 100% de aumento da dureza. O limite de escoamento e da resistência a tração das ligas em relação ao espaçamento microestrutural, apresentaram melhora para menores espaçamentos microestruturais e foram descritos pelas seguintes equações: Al0,4%W:  $\sigma_e = 37,96 + 31,622(\lambda^{-1/2})$  e  $\sigma = 55,379 + 31,622(\lambda^{-1/2})$ 167,67( $\lambda^{-1/2}$ ); A10,8%W:  $\sigma_e = 31,513 + 229,9(\lambda^{-1/2}) e \sigma = 50,297 + 408,08(\lambda^{-1/2})$ ; A11,2%W:  $\sigma_e = 43,038 + 92,181(\lambda^{-1/2})$  e  $\sigma = 67,261 + 221,83(\lambda^{-1/2})$ , Foi observado que a distribuição dos intermetálicos Al<sub>5</sub>W possivelmente tem influência nas propriedades mecânicas das ligas.

### ABSTRACT

Aluminum is the most used nonferrous metal in the world, having properties such as low density compared to ferrous metals, good thermal and electrical conductivity, good toughness and these characteristics are favorable for various aeronautical, automotive and structural applications. The addition of alloying elements to aluminum is one way of manipulating the final properties of the products. In this context, tungsten, which has high melting point, corrosion resistance and a high melting point, has been studied as a possible binder, capable of elevating some properties of aluminum alloys. This study proposed the development of aluminum-tungsten (Al0.4%W, Al0.8%W and Al1.2%W) alloys, unidirectionally solidified in ascending order. We investigated the microstructural and mechanical properties of the alloys, as well as to analyze the thermal variables of the solidification, correlating them with the microstructural spacings and mechanical properties. The velocity and cooling rate variables had the following laws, as a function of the position with respect to the plate: Al0,4% W:  $V_L = 2,8185(P_L)^{-0,287}$  e  $\dot{T} = 75,026(P_L)^{-0,76}$ ; Al0,8% W:  $V_L = 2,9349(P_L)^{-0.287}$  e  $\dot{T} = 37,01275,026(P_L)^{-0.76}$ ; Al0,4% W:  $V_L = 3,032(P_L)^{-0.287}$  e  $\dot{T} =$ 21,158(P<sub>L</sub>)<sup>-0,264</sup>. When correlated to microstructural spacings, the higher values of these variables smaller the microstructural spacings, however, in terms of solute content, the alloys presented a behavior different from what had already been observed in other works. The presence of the Al5W intermetallic was found in the alloys Al0.8% W and Al1,2% W, besides transitions between cellular and dendritic microstructures for the three alloys. It was also observed that the refining of the microstructure provided a hardness increase, reaching values of 62 HV, in the region with intermetallic Al1,2% W, while the alloy Al0,4% W presented a maximum hardness of 32 HV, generating almost 100% increase in hardness. The yield strength and the tensile strength of the alloys in relation to the dendritic spacing showed improvement for smaller microstructural spacings and were described by the following equations: Al0,4% W:  $\sigma_e = 37,96 + 31,622(\lambda^{-1/2})$  e  $\sigma = 55,379 + 167,67(\lambda^{-1/2})$ ; Al0.8% W:  $\sigma_e = 31,513 + 229.9(\lambda^{-1/2})$  e  $\sigma = 50,297 + 408,08(\lambda^{-1/2})$ ; Al1,2% W:  $\sigma_e = 43,038 + 1000$ 92,181( $\lambda^{-1/2}$ ) e  $\sigma$  = 67,261 + 221,83( $\lambda^{-1/2}$ ). It was observed that the arrangement of the Al<sub>5</sub>W intermetallics possibly has influence on the mechanical properties of the alloys.

### LISTA DE FIGURAS

Figura 1-1 - Morfologias da interface de crescimento na solidificação do composto orgânico
CBr4: (a) Transição celular/dendrítica e (b) Estrutura tipicamente dendrítica.(Garcia
2007). (Adaptado)2
Figura 2-1 - Reações do W com os elementos.(Lassner and Schubert 1999, adaptado)7
Figura 2-2 - Diagrama de fases Al-W11
Figura 2-3 - A curva tensão-deformação de compósitos Al-W e matriz Al.(Feng et al. 2010,
adaptado)12
Figura 2-4 - Análises DRX do binário Al-W. (a) Padrões DRX de pós de tungstênio e
alumínio misturados, antes e depois de sinterizados (Feng et al. 2010, adaptado); (b)
DRX da composição Al20%W sinterizada mostrando os intermetalicos formados
(Zhang, Feng, and Akhtar 2017a, adaptado); (c) Padrões DRX do binário Al-W
sinterizado a 800 °C (Wang, Liang, and Jiang 2019, adaptado)12
Figura 2-5 - Fabricação de Produtos Metálicos. (Garcia 2007, adaptado)14
Figura 2-6 - Etapas que caracterizam o processo de solidificação.(Campos Filho and Davies
1978)15
Figura 2-7 - Curva de resfriamento para uma liga eutética ou elemento puro.(Gomes 2013,
adaptado)16
Figura 2-8 - Curva de resfriamento de um metal puro desde uma temperatura acima da
temperatura de fusão $(T_f)$ até uma temperatura abaixo dela, apresentando o
superesfriamento ( $\Delta T$ ) necessário para a nucleação.(Santos 2006)17
Figura 2-9 - Curva de resfriamento de uma liga metálica desde uma temperatura acima da
temperatura de início de solidificação $(T_L)$ até uma temperatura abaixo da temperatura
de fim de solidificação (T <sub>s</sub> ). Observe-se o superesfriamento ( $\Delta$ T) necessário para a
nucleação.(Santos 2006)18
Figura 2-10 - Curvas de resfriamento: a) sem superaquecimento; b) com
superaquecimento.(Garcia 2007, adaptado.)20
Figura 2-11 - Casos típicos de curvas de resfriamento: a) elementos com superesfriamento
nítido; b) mesma situação anterior sem retorno ao ponto de fusão; c) sólido
amorfo.(Garcia 2007, adaptado)20
Figura 2-12 - Modelo esquemático de solidificação unidirecional vertical ascendente22
Figura 2-13 - Condução de calor através de uma parede plana. (Çengel & Ghajar, 2012) .23

Figura 2-14 - Transferência de calor de uma superfície quente para o ar por
convecção.(Çengel and Ghajar 2012)23
Figura 2-15 - Radiação emitida por um corpo negro.(Çengel and Ghajar 2012)24
Figura 2-16 - Transferência Newtoniana
Figura 2-17 - Mecanismos de transferência de calor no sistema metal/molde durante o
processo de solidificação.(Santos 2006)25
Figura 2-18 - Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior
da lingoteira durante o processo de solidificação unidirecional.(Dantas 2014, adaptado)
Figura 2-19 - Método de aferição dos tempos de passagem da isoterma líquidus.(Dantas
2014, adaptado)
Figura 2-20 - Posição da isoterma líquidus.(Coutinho 2018)
Figura 2-21 - Velocidade da isoterma líquidus.(Coutinho 2018)30
Figura 2-22 - Esquema representativo da obtenção da taxa de resfriamento.(Dantas 2014,
adaptado)
Figura 2-23 - Taxa de resfriamento.(Dantas 2014, adaptado)32
Figura 2-24 - Gradientes térmicos locais versus Posições.(Dantas, 2014, adaptado)33
Figura 2-25 - Representação esquemática da macroestrutura de solidificação. (Dantas 2014,
adaptado)
Figura 2-26 - Modelo esquemático do crescimento de grãos na região coquilhada35
Figura 2-27 - Modelo esquemático do crescimento de grãos colunares a partir dos grãos
coquilhados com orientação favorável. (Dantas 2014, adaptado)
Figura 2-28 - Variação na morfologia da interface sólido/líquido durante a
solidificação.(Brito, 2016)37
Figura 2-29 - Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação
das estruturas de solidificação. Concentração de soluto (Co); Velocidade da isoterma
líquidus (VL); SRC; Gradiente térmico (GL). (ROSA, 2007)
Figura 2-30 - Esquema representativo das ramificações interdendríticas primárias ( $\lambda$ 1),
secundárias (λ2) e terciarias (λ3). (ROSA, 2007)
Figura 2-31 - Desenvolvimento da microestrutura celular
Figura 2-32 - Estrutura dendrítica com indicação dos espaçamentos interdendríticos
primários e secundários. (SANTOS, 2006)40
Figura 2-33 - Crescimento dendrítico.(Santos 2006)40

Figura 2-34 - Morfologias da interface de crescimento na solidificação de composto orgânico
na transição celular/dendrítica41
Figura 2-35 - Evolução da microdureza em relação ao espaçamento dendrítico primário
elevado a -1/2.(Coutinho 2018,adaptado)43
Figura 2-36 - (A) tensão de escoamento em função do espaçamento microestrutural; (B)
Limite de resistência a tração em função do espaçamento dendrítico44
Figura 2-37 - Tensão de escoamento em função do espaçamento microestrutural.(Coutinho
2018, adaptado)45
Figura 3-1 - Fluxograma do procedimento experimental
Figura 3-2 - Cadinho, revestido por uma fina camada de alumina49
Figura 3-3 - Forno tipo mufla49
Figura 3-4 - Modelo esquemático de aquisição da T <sub>L</sub> 50
Figura 3-5 - Curva característica da obtenção da temperatura líquidus.(Dantas 2014)50
Figura 3-6 - Modelo esquemático da lingoteira.(Coutinho 2018, adaptado)51
Figura 3-7 - Posicionamento dos termopares.(Gomes 2013, adaptado)51
Figura 3-8 - Esquema representativo de obtenção das variáveis térmicas54
Figura 3-9 - Esquema ilustrativo da sequência de fatiamento s necessários para as análises
microestrutural e mecânica55
Figura 3-10 - Representação esquemática dos cortes feitos para a quantificação dos
espaçamentos primários.(Dantas 2014, adaptado)56
Figura 3-11 - Representação esquemática dos cortes feitos para a quantificação dos
espaçamentos secundários.(Dantas 2014, adaptado)56
Figura 3-12 - Esquema representativo da técnica utilizada para quantificar os espaçamentos
interdendríticos: (a) secção transversal de uma estrutura celular para quantificação de
$\lambda$ 1; (b) seção transversal de uma estrutura dendrítica para quantificação de $\lambda$ 1; (c) seção
longitudinal de uma estrutura dendrítica para medição de $\lambda 2.$ (Dantas 2014, adaptado)
Figura 3-13 - Princípio básico de funcionamento do Sonelastic®.(Carvalho 2017)59
Figura 3-14 - Desenhos tridimensional e técnico do corpo de prova para realização do ensaio
Sonelastic
Figura 3-15 - Desenho técnico dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração61
Figura 3-16 - Realização do ensaio de tração, com auxílio de extensômetro61
Figura 4-1 - Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior
da lingoteira na solidificação da liga Al0,4% W64

Figura 4-2 - Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior
da lingoteira na solidificação da liga Al0,8% W65
Figura 4-3 - Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior
da lingoteira na solidificação da liga Al1,2% W65
Figura 4-4 - Posição da isoterma líquidus a partir da chapa-molde em função do tempo, para
as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W66
Figura 4-5 - Evolução da velocidade da isoterma líquidus, em função da posição, para as
ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W67
Figura 4-6 - Taxa de resfriamento experimental em função da posição da isoterma líquidus,
para as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W69
Figura 4-7 - Gradientes térmicos locais versus Posições, para as ligas Al0,4% W, Al0,8% W
e Al1,2%W70
Figura 4-8 - Macroestrutura da liga Al0,4% W71
Figura 4-9 - Macroestrutura da liga Al0,8% W72
Figura 4-10 - Macroestrutura da liga Al1,2% W72
Figura 4-11 - Microestruturas da liga Al0,4% W74
Figura 4-12 - Microestruturas da liga Al0,8% W76
Figura 4-13 - Microestruturas da liga Al1,2% W
Figura 4-14 - Espaçamentos microestruturais em função da posição relativa a chapa molde,
para as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W79
Figura 4-15 - Espaçamentos microestruturais em função da velocidade da isoterma líquidus,
para as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W80
Figura 4-16 - Espaçamentos celulares/dendríticos primários em função da taxa de
resfriamento, para as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W81
Figura 4-17 - Resultado do ensaio de DRX, para as ligas Al0,4%W, Al0,8W e Al1,2%W.
Figura 4-18 - Presença de intermetálico na primeira posição das ligas: A) Al0,8%W; B)
Al1,2%W
Figura 4-19 - Disposição dos intermetálicos na primeira posição das ligas: A) Al0,8%W; B)
Al1,2%W
Figura 4-20 - Resultado da análise EDS no microscópio eletrônico de varredura, no
intermetálico
Figura 4-21 - Evolução dos valores da microdureza em função do espaçamento
celular/dendrítico, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W85

Figura 4-22 - Analise completa de todos os CP's da liga Al1,2%W, no ensaio Sonelastic. 88

Figura 4-23 - Gráfico Tensão x Deformação do CP 52 da liga Al1,2%W. ......89

Figura 4-24 - Evolução dos valores do limite de resistência a tração em função do espaçamento microestrutural, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W. ......90

Figura 4-25 - Evolução dos valores do limite de resistência a tração em função do espaçamento microestrutural, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W. ......92

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1 - Propriedades físicas do tungstênio (Sidambe et al. 2019, adaptado; Lassner and
Schubert 1999, adaptado)6
Tabela 2-2 - Propriedades físicas do alumínio.(ABAL - Associação Brasileira do Alumínio
2007; Coutinho 2018)9
Tabela 2-3 - Propriedades dos Intermetálicos da liga Al-W.(Lassner and Schubert 1999).10
Tabela 3-1 - Composição química do alumínio e tungstênio utilizados para a fabricação das
ligas
Tabela 4-1 - Resultado EDX para a liga Al0,4%W62
Tabela 4-2 - Resultado EDX para a liga Al0,8%W62
Tabela 4-3 - Resultado EDX para a liga Al0,8% W62
Tabela 4-4 - Módulo de elasticidade dinâmico (E) e fator de amortecimento em relação a
posição dos termopares, para a liga Al0,4%W87
Tabela 4-5 - Módulo de elasticidade dinâmico (E) e fator de amortecimento em relação a
posição dos termopares, para a liga Al0,8%W87
Tabela 4-6 - Módulo de elasticidade dinâmico (E) e fator de amortecimento em relação a
posição dos termopares, para a liga Al1,2%W87
Tabela 4-7 - Limite de escoamento em relação a região do CP, para a liga Al0,4% W89
Tabela 4-8 - Limite de escoamento em relação a região do CP, para a liga Al0,8% W89
Tabela 4-9 - Limite de escoamento em relação a região do CP, para a liga Al1,2%W90
Tabela 4-10 - Limite de resistência a tração em relação a região do CP, para a liga Al0,4% W.
Tabela 4-11 - Limite de resistência a tração em relação a região do CP, para a liga Al0,8% W.
Tabela 4-12 - Limite de resistência a tração em relação a região do CP, para a liga Al1,2% W.

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 – Equação da posição em função do tempo	28
Equação 2 – Equação da velocidade	29
Equação 3 – Equação da taxa de resfriamento	30
Equação 4 – Equação da taxa de resfriamento modificada	30
Equação 5 – Equação simplificada da taxa de resfriamento	31
Equação 6 – Equação do gradiente termico	32
Equação 7 – Equação simplificada do gradiente termico	33
Equação 8 – Equação Hall-Petch para microdureza vickers	42
Equação 9 – Equação Hall-Petch para limite de escoamento	45
Equação 10 – Equação Hall-Petch para limite de resistencia a tração	45

#### LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

#### Letras

·]
-]
imensional]
n]
n]
]
/s]
]
]
]
]
]
m/s]
]
n]
n]
n]
/(m²*K^4)]
Pa]
Pa]
F

#### Abreviações

СР	Corpo de prova
CP's	Corpos de prova
DRX	Difração de raios X
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva
EDX	Espectrômetro de Fluorescência de Raios X por Energia Dispersiva
HV	Dureza Vickers

## Siglas

ENM/UNB Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO1
1.1 OBJETIVO
1.1.1 Objetivo geral4
1.1.1 Objetivo específico
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA
2.1 LIGAS DE ALUMÍNIO-TUNGSTÊNIO6
2.2 SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS METÁLICAS13
2.2.1 Solidificação de metais com alto grau de pureza16
2.2.2 Solidificação de ligas fora do eutético17
2.3 NUCLEAÇÃO19
2.3.1 Superaquecimento e superesfriamento
2.4 SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL TRANSITÓRIA21
2.4.1 Solidificação unidirecional ascendente21
2.5 TRANSFERÊNCIA DE CALOR NA SOLIDIFICAÇÃO22
2.5.1 Condução22
2.5.2 Convecção23
2.5.3 Radiação24
2.5.4 Transferência de calor Newtoniana
2.6 VARIÁVEIS TÉRMICAS26
2.6.1 Curva resfriamento
2.6.2 Tempo de passagem da isoterma líquidus e Posição isoterma líquidus27
2.6.3 Velocidade da isoterma líquidus
2.6.4 Taxa de resfriamento
2.6.5 Gradiente
2.7 MACROESTRUTURA

2.7	.1 Zona Coquilhada
2.7	.2 Zona Colunar
2.7	.3 Zona Equiaxial
2.8	MICROESTRUTURA
2.8	.1 Estrutura celular
2.8	.2 Estrutura dendríticas
2.8	.3 Transição celular-dendrítica dendrítica-celular41
2.9	PROPRIEDADES MECÂNICAS41
2.9	.1 Relação entre microestrutura com fator de amortecimento e módulo
elástico	
2.9	.2 Microestrutura e microdureza
2.9	.3 Relação entre microestrutura e limite de escoamento e limite de
resistência	a tração43
3. M	IATERIAIS E MÉTODOS46
3.1	CALCULO ESTEQUIOMÉTRICO E PESAGEM DOS METAIS47
3.2	FUSÃO DA LIGA48
3.3	OBTENÇAO DA TL49
3.4	LINGOTEIRA
3.5	SOLIDIFICAÇÃO
3.6	VARIÁVEIS TÉRMICAS
3.7	ANALISE MACRO E MICROESTRUTURAL
3.8	EDX e DRX
3.9	ENSAIO DE MICRODUREZA
3.10	ENSAIO SONELASTIC
3.11	ENSAIO DE TRAÇÃO60
4. R	ESULTADOS E DISCUSSÃO62
4.1	ANALISE DA COMPOSIÇÃO DAS LIGAS - EDX
4.2	DETERMINAÇÃO DAS VARIÁVEIS TÉRMICAS

4.2.1 Curvas de resfriamento	63
4.2.2 Tempo de passagem da isoterma líquidus e função posição	66
4.2.3 Velocidade da isoterma <i>liquidus</i>	67
4.2.4 Taxa de resfriamento	68
4.2.5 Gradiente térmico	70
4.3 MACROESTRUTURA	71
4.4 MICROESTRUTURAS	72
4.5 ENSAIO DRX	82
4.6 OCORRÊNCIA DE INTERMETALICOS E ANÁLISE MEV	82
4.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS	84
4.7.1 Microdureza	84
4.7.2 Sonelastic	86
4.7.3 Tração	88
5. CONCLUSÃO	94
5.1 Sugestões para trabalhos futuros	95
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	96

## 1. INTRODUÇÃO

A história mostra que o homem desde seus primórdios, utiliza a inteligência visando criar mecanismos que reduzam o esforço e aumentem o conforto. Ao longo de milhares de anos essas necessidades foram aumentando, forçando o homem a inventar novos meios para satisfazer seus gozos, ao longo dessa história, um fato foi marcante, o domínio da utilização de metais, através da fundição e solidificação de ligas. As primeiras evidencias da utilização da solidificação datam de período compreendido entre 5000 e 3000 a.C, período que antecede a idade do Bronze, a partir daí a utilização dessa técnica passou a ser cada vez mais presente na história da humanidade. (Garcia 2007)

Em uma análise geral de como são fabricados peças e componentes metálicos, temos que, com a exceção dos artigos produzidos por meio de metalurgia do pó, quase todos os demais, passam ao menos uma vez por algum processo de solidificação, mostrando assim a grande importância que esse processo apresenta, na sociedade atual. As peças geradas a partir da solidificação têm como característica a dependência das propriedades mecânicas em relação à microestrutura formada durante a solidificação, seja essa planar, celular ou dendrítica. (Garcia 2007; Rosa 2007)

A microestrutura formada durante a solidificação, por sua vez, vai ser dependente das diversas variáveis envolvidas no processo, bem como, de como se dará a modificação da frente de solidificação. Durante o processo de solidificação há a segregação de soluto ou do solvente que acaba por provocar o aumento das suas concentrações no metal líquido, à frente da interface de solidificação, favorecendo então a instabilização da frente de planar de solidificação. (Rosa 2007)

O processo de solidificação é regido por algumas variáveis térmicas que são determinantes para o resultado final do processo, dentre essas variáveis temos a velocidade da isoterma *liquidus* (V<sub>L</sub>), a taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e o gradiente de temperatura (G<sub>L</sub>), variáveis essas que juntamente com a concentração, já citada, levarão a formação da microestrutura final da liga solidificada. (Rosa 2007; Coutinho 2018)

É importante situar que o processo de solidificação normalmente acontece em um regime transiente de calor, onde temos a temperatura variando no espaço e no tempo, o que faz com que a velocidade da isoterma *liquidus* e o gradiente se tornem interdependentes, variantes ao longo do processo e não controláveis, atrapalhando a apreciação da evolução das modificações microestruturais, visto que nesse contexto podem surgir transições na microestrutura (Rosa 2007). Dentro desse contexto, existem estudos que analisam as transições celular dendrítica (TCD) como Rosa, (Rosa 2007) ou dendrítica celular (TDC) realizado por Fu e Geng (Fu and Geng 2001). (Brito 2016)

Em termos de estruturas celulares e dendríticas, tem-se parâmetros estruturais designados espaçamentos intercelulares, interdendríticos primários, interdendríticos secundários e terciários, que juntamente com a segregação que ocorre durante a solidificação, contornos de grãos formados e defeitos eventuais caracterizam o arranjo estrutural que será responsável pelas propriedades mecânicas. (Rosa 2007) A medição dos espaçamentos, sejam eles dendríticos ou celulares, possibilitam a caraterização quantitativa das microestruturas. A Figura 1-1 representa como se dá o crescimento microestrutural de uma transição dendrítica/celular (a) e o crescimento estritamente dendrítico em (b).



Figura 1-1 - Morfologias da interface de crescimento na solidificação do composto orgânico CBr4: (a) Transição celular/dendrítica e (b) Estrutura tipicamente dendrítica.(Garcia 2007). (Adaptado)

Dessa forma fica evidente a necessidade da compreensão da teoria de solidificação, que é de grande importância para entendermos os fatores que influenciam a microestrutura e, consequentemente as propriedades mecânicas do produto.(Garcia 2007) Dentre os diversos metais que são utilizados na indústria em processos de solidificação, tem-se o destaque do alumínio, que por seu baixo peso específico, alta resistência a corrosão, elevada condutividade elétrica e térmica e vasta gama de aplicações. (ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, 2007) Ao unir-se a busca por maior qualidade, durabilidade, junto às demandas ecológicas atuais, tais como redução do consumo e proteção do meio ambiente, o alumínio e suas ligas surgem proeminentemente como principais opções do mercado para suprir as necessidades atuais, pois permitem principalmente o melhoramento da eficiência em relação a sistemas móveis, devido a diminuição do peso, bem como, possuem elevado potencial de reciclagem.(Dantas 2014)

O alumínio, porém, apresenta algumas limitações, principalmente relativas às suas propriedades mecânicas, ocasionada por seu módulo de elasticidade baixo, quando comparado a outros materiais como o aço. Para contornar essas deficiências, normalmente desenvolvem-se ligas de alumínio com outros materiais, que irão gerar ligas com propriedades mecânicas melhores do que as propriedades do alumínio puro.

Nessa busca por diversificação de ligas, vários elementos se mostram eficientes no melhoramento de propriedades mecânicas, tais como Titânio, Nióbio, Níquel, Tungstênio, Cobalto, dentre inúmeros outros.(Cisse, Kerr, and Bolling 1974; Coutinho 2018; Liu et al. 2015; Araujo et al. 2011; Ding et al. 2014). Daí surge a necessidade da realização de estudos que averiguem a fundo essas ligas de alumínio, no intuito de se chegar a caracterização microestrutural e mecânica, de forma que a utilização dessas ligas se torne mais disseminada e precisa, além disso para que seja verificada a influência de cada um dos ligantes junto ao alumínio.

Dentro desse contexto, nos últimos anos o Grupo de Pesquisa em Solidificação Unidirecional da ENM/UnB, vem, ao longo dos últimos anos, desenvolvendo trabalhos que se propõem a estabelecer correlações entre as microestruturas de solidificação unidirecional de ligas à base de Al e propriedades mecânicas. Foram desenvolvidos estudos de caracterização térmica e mecânica de ligas hipoeutéticas de Al-Ni (Gomes 2013) e hipereutéticas de Al-Ni (Dantas 2014). Ampliou-se os estudos para a liga ternaria Al-Ni-Cu (Carvalho 2017). Mais recentemente foram feitos estudos em ligas de Al-Nb (Silva 2017; Coutinho 2018), bem como, estudos que visaram ver as propriedades mecânicas das ligas

Al-Nb em relação à usinagem, tanto por fresamento, tanto por torneamento. E estão em andamento pesquisas relacionadas às ligas de Al-Ti, Al-Cu-Zn e Al-Cu-Nb.

Seguindo a linha de melhoramento das propriedades de uma liga de alumínio, temos o tungstênio, já mencionado, que quando junto ao alumínio, mesmo em pequenas concentrações tem a capacidade de aumentar a dureza e a tenacidade da liga resultante, bem como, tem o efeito de refinador de grãos sobre a liga, resultados relatados por alguns estudos como os de Higashino (2017) e Hohlich (2018) que envolvem alumínio e tungstênio associados pelo processo de eletrodeposição (Higashino et al. 2017; Höhlich et al. 2018), trabalhos com ligas ternárias Co-Al-W (Moskal 2017) e quaternárias de Co-Al-W-T (Ding et al. 2014; Xu et al. 2012).

Porém, mesmo com esses benefícios já encontrados, a liga Aluminio-Tungstenio como uma liga binaria, não possui grande literatura, gerando assim uma demanda de estudos que averiguem de forma detalhada a influência do tungstênio, em diferentes concentrações, em uma liga com o alumínio, e ao mesmo tempo identifiquem a correlação existente entre os parâmetros microestruturais com as propriedades mecânicas da liga. Além disso a China como maior produtora de tungstênio do mundo, busca cada vez mais por formas de empregar esse material nas mais diversas atividades industrias, criando assim uma demanda por maiores informações do tungstênio em ligas.

#### **1.1 OBJETIVO**

#### **1.1.1 Objetivo geral**

O presente trabalho tem como objetivo geral desenvolver uma análise experimental de ligas binarias de Al-W, considerando três composições, Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W, no intuito de avaliar a influência das variáveis térmicas na formação da microestrutura, a quantificação dos parâmetros microestruturais, a caracterização microestrutural e mecânica e a correlação desses fatores, variáveis térmicas, microestruturas e propriedades mecânicas.

#### 1.1.2 Objetivo específico

Em resumo, para concluir esse objetivo geral será desenvolvida uma análise experimental com os seguintes objetivos específicos:

1 – Solidificação unidirecional vertical ascendente das ligas binarias Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W;

2 – Determinação dos parâmetros térmicos de solidificação transiente: (V<sub>L</sub>, G<sub>L</sub>,) velocidade da isoterma *liquidus*, gradiente térmico e taxa de resfriamento;

3 - Quantificar os espaçamentos microestruturais das ligas;

4 – Observar e identificar a presença de intermetálicos nas ligas binarias solidificadas unidirecionalmente;

5 – Determinação das propriedades mecânicas das ligas através de ensaios: Microdureza, Sonelastic e Tração;

6 – Correlacionar os espaçamentos interdendríticos e ou celulares com os parâmetros térmicos e com as propriedades mecânicas.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 LIGAS DE ALUMÍNIO-TUNGSTÊNIO

O tungstênio é um metal refratário, ou seja, que se comporta bem em altas temperaturas (acima de 2000 °C) possuindo alto ponto de fusão e densidade elevada, o que faz com que seja um elemento com características únicas, sendo o elemento com maior ponto de fusão da tabela periódica, 3422 °C e um dos mais densos 19,2 g/cm<sup>3</sup>. Além disso o tungstênio possui alto módulo elástico, elevado módulo de Young's, alta condutividade térmica e excelentes propriedades mecânicas em elevadas temperaturas, a Tabela 2-1 apresenta propriedades físicas do tungstênio.(Palacios, Monge, and Pastor 2016; Ren et al. 2018; Sidambe et al. 2019; Bose et al. 2018; Nikolić et al. 2017; Scapin 2015)

Tabela 2-1 - Propriedades físicas do tungstênio (Sidambe et al. 2019, adaptado; Lassner and Schubert 1999, adaptado)

Propriedades Físicas Tungstênio			
Densidade a 25 °C (g/cm <sup>3</sup> )	19,2		
Densidade líquida (g/cm <sup>3</sup> )	17,6		
Ponto de fusão (°C)	3422		
Condutividade térmica (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	174		
Viscosidade de fusão (mPa.s)	8		
Temperatura de transição dúctil- frágil (°C)	250 - 400		
Força de tensão superficial (N/m)	2.361		
Módulo de Young's (GPa)	390 - 410		
Coeficiente de Poisson's	0,28-0,30		

O tungstênio normalmente é encontrado na forma de minerais, e é encontrado em todos os continentes com exceção da Antártica. Já consumo está muito relacionado às suas aplicações, que variam de acordo com a localidade, por exemplo os EUA utilizam, em maior parte, para a fabricação de metais duros e de produtos militares, já o oeste europeu e o Japão tem o uso mais voltado para metais duros e aço rápido. (Lassner and Schubert 1999; Schubert 1992)

O tungstênio é utilizado em diversas ligas metálicas por possuir propriedades mecânicas interessantes, além de que, o tungstênio possui boa interação com os mais diversos elementos da tabela periódica, como mostrado na Figura 2-1. Nesse contexto, nos

últimos anos vários estudos vêm sendo desenvolvidos acerca do tungstênio, seja ele juntamente com outros elementos formando ligas, seja ele sozinho para desenvolvimento de produtos que atendam necessidades especificas.



Figura 2-1 - Reações do W com os elementos.(Lassner and Schubert 1999, adaptado)

Estudos conduzidos sobre a liga ternaria de W-Ni-Fe estão sendo elaborados e mostrando que a liga apresenta excelentes propriedades físico-químicas, incluindo alta densidade, alto módulo de Young, baixa expansão térmica, boa ductilidade, resistência a corrosão e a radiação. Com essas características essa liga se faz atrativa em muitas aplicações práticas, como blindagem contra radiação, balanço de massa para a indústria aeroespacial e penetradores de energia cinética. Os estudos apontam para características importantes quando essa liga é submetida a clivagem transgranular durante o ensaio Charpy, relacionando principalmente a microestrutura formada e composição da liga com as propriedades obtidas.(Kiran et al. 2013; Jiao et al. 2019)

Outros estudos são conduzidos a respeito da liga de tungstênio-vanádio reforçada com partículas de óxido de ítrio, liga qual é sintetizada, e apresenta um refino na microestrutura principalmente com a adição do óxido de ítrio, que diminui os grãos significativamente, além de diminuir as porosidades da liga. Essa liga vem ao encontro de suprir a necessidade de materiais que resistam ao trabalho em reatores de potência de fusão, que trabalham em altas temperaturas e liberam muita radiação, pois o tungstênio puro, por mais que apresente características desejáveis, como alto ponto de fusão, tem um transição frágil-dúctil em baixas temperaturas, sendo assim é necessário melhorar essa característica através da sinterização de novas ligas.(Palacios, Monge, and Pastor 2016)

Existem pesquisas também que estudam a liga binaria Manganês-Tungstênio e seu diagrama de fase, chegando a conclusões da máxima solubilidade do manganês no tungstênio que é de 12 at% após sinterização a 1350 °C por 90 minutos. Já a solubilidade do tungstênio no manganês observada foi de 10%, que é maior que a solubilidade na fase sólida (7,6 at%) e na fase líquida (4,6 at%) na temperatura peritética. Esse estudo vem de encontro à necessidade de atender a indústria de reatores de potência, que busca alternativa ás ligas de W-Ni-Fe ou W-Ni-Cu. (Elsebaie and Jaansalu 2018)

São encontrados estudos também que avaliam só o tungstênio puro, principalmente analisando a influência de uma alta deformação plástica no intuito de se conseguir grãos ultrafinos, e de melhorar as propriedades mecânicas do tungstênio puro, ao longo dessa investigação foram alcançados alguns paradoxos em que a dureza se apresentou maior em temperatura ambiente, bem como uma diminuição da temperatura de transição frágil-dúctil e aumento da ductilidade em temperatura ambiente, o que acarretou num aumento de pesquisas que tentem entender esse fenômeno. (Bonk et al. 2018)

A maioria dos estudos mencionados acima tratam da utilização do tungstênio por meio da metalurgia do pó, porém, existem também estudos que utilizam a eletrodeposição como meio de unir o tungstênio a outros elementos, como o Al. Estudos assinalam que as ligas resultantes da eletrodeposição de tungstênio em soluções iônicas contendo alumínio chegaram a apresentar até 20%, em peso de tungstênio, bem como apontaram um aumento da resistência à corrosão, alta dureza e baixo módulo de Young.(Höhlich et al. 2018; Higashino et al. 2017) Já o alumínio é o metal não ferroso mais consumido do mundo, isso pois, possui excelentes propriedades físico-químicas como baixo peso específico, elevada condutibilidade térmica, resistência à corrosão, alta usinabilidade além de poder ser reciclado infinitas vezes. O alumínio é normalmente encontrado em forma de oxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e suas reservas são quase que ilimitadas. O minério de maior destaque para a produção de alumínio é a bauxita e o Brasil detêm a 3ª maior jazida de bauxita do mundo. (ABAL - Associação Brasileira do Alumínio 2007)

O alumínio possui um ponto de fusão em 660 °C quando em um grau de 99,8% de pureza. Em termos de resistência a tração o alumínio tem sua principal desvantagem, pois apresenta apenas 90 MPa, o que torna um limitante. Diante a isso a indústria, através de diversos estudos e pesquisas, prevê que em situações onde é necessário aumentar essa resistência à tração do alumínio se adicione elementos de liga no intuito de melhora dessa propriedade, como o cobre, zinco, cromo, ferro, ou se propõem a realização de trabalho a frio, que tem o mesmo intuito de elevar a resistência a tração. Na Tabela 2-2 temos algumas propriedades do alumínio como o seu módulo de elasticidade, sua condutibilidade elétrica e térmica.(ABAL - Associação Brasileira do Alumínio 2007)

Tabela 2-2 - Propriedades físicas do alumínio.(ABAL - Associação Brasileira do Alumínio 2007)

Propriedades Físicas Alumínio				
Densidade a 25 °C (g/cm <sup>3</sup> )	2,7			
Ponto de fusão (°C)	660			
Condutividade térmica (Cal.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	0,53			
Temperatura de transição dúctil-frágil (°C)	-			
Limite de Resistencia a Tração (MPa)	48			
Módulo de Young's (GPa)	69 - 70			
Coeficiente de Poisson's	0,33			

O fato que torna as ligas de alumínio tão atraentes para a indústria e consequentemente foco de pesquisas e estudas é a característica do alumínio de combinarse com a maioria dos metais, formando ligas dotadas das mais diversas características possíveis, possibilitando atender às necessidades especificas do produto final. (ABAL - Associação Brasileira do Alumínio 2007) Nesse contexto vários estudos são conduzidos no intuito de se investigar essas ligas de alumínio, objetivando caracterizar e designar para a indústria quais requisitos aquela liga pode atender. Pesquisas que se destacam nesse meio são sobre a liga alumínio nióbio, uma delas, desenvolvida por Coutinho (2018), que caracteriza a microestrutura dessa liga mostrando as propriedades agregadas pela adição de uma pequena quantidade de nióbio ao alumínio. (Coutinho 2018). Outra liga que vem sendo estudada é Al-Mg e Al-Mg-Si, buscando correlacionar-se a microestrutura dessas ligas com a resistência mecânica e à corrosão, gerando estudos que culminaram na observação de uma transição celular/dendrítica reversa, bem como, no equacionamento das leis experimentais de crescimento de microestrutura para que essas fossem associadas aos parâmetros térmicos. (Brito 2016). O cobre é outro elemento bastante utilizado para ligas com alumínio, pois proporciona maiores durezas e resistência, isso devido, em partes, aos precipitados formados.(Staab et al. 2018; ABAL - Associação Brasileira do Alumínio 2007)

A literatura afirma que a solubilidade do tungstênio em ligas de alumínio é de aproximadamente 0,15% em peso, a 650 °C. Quando se prepara a fusão de uma liga tem se a característica de aumentar a solubilidade, ao se elevar a temperatura, fazendo com que, nesse caso, se tenha mais tungstênio solubilizado no alumínio. No caso da liga alumínio tungstênio, quando rica em Al, pode-se ter a formação de três intermetálicos, Al<sub>4</sub>W, Al<sub>5</sub>W e Al<sub>12</sub>W, a Tabela 2-3 apresenta as características desses intermetálicos. (Tonejc 1972)

Intermetálicos Al-W					
	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	HR (at%W)	CR		
Al <sub>4</sub> W	6,60	19,0-21,5 at%W	Monoclinic ε-phase	a = 5,272 Å b = 17,771 Å c = 5,218 Å $\beta$ = 100,20°	
Al <sub>5</sub> W	5,50	16,7-18,0 at%W	Hexagonal δ-phase	a = 4,902 Å c = 8,857 Å	
Al <sub>12</sub> W	3,88	7,5-8,0 at%W	Cubic phase	$a=7.580~\text{\AA}$	

Tabela 2-3 - Propriedades dos Intermetálicos da liga Al-W.(Lassner and Schubert 1999)

O diagrama de fases da liga binária Al-W é mostrado na Figura 2-2, onde percebe-se a presenças dos intermetálicos já mencionados. O intermetálico  $Al_{12}W$  é o que é mais facilmente formado, pois é formado em uma temperatura mais baixa a partir de 660 °C. Vale ressaltar que se trabalhando em porcentagens baixas de tungstênio, juntamente com o intermetálico há a presença de uma fase líquida.



Figura 2-2 - Diagramas de fases Al-W.

Vários trabalhos encontrados na literatura estudam liga binária Al-W, porém grande maioria desses fazem estudos através da metalurgia do pó como os estudos conduzidos por Ding (2011) e Feng (2012) que além de destrincharem esse composto binário estudam os intermetálicos formados, relatando o aumento da dureza em até 50% com a presença do intermetálicos Al<sub>12</sub>W em meio a matriz de alumínio, bem como, há relatos que partículas de Al<sub>12</sub>W proporcionaram uma tensão de ruptura maior à liga, quando comparada ao alumínio puro. Consequentemente quanto maior a porcentagem de tungstênio na liga mais esse efeito é evidenciado, como pode ser observado na Figura 2-3. Nesse contexto é fácil se deparar com análises DRX desses compostos buscando encontrar a sua presença, bem como diferenciá-los do restante da matriz, na Figura 2-4 temos alguns resultados de análises DRX que reportaram a presença de intermetálicos nas ligas estudadas. (Feng et al. 2010; Zhang, Feng, and Akhtar 2017a; D. Chen et al. 2008; Wang, Liang, and Jiang 2019)



Figura 2-3 - A curva tensão-deformação de compósitos Al-W e matriz Al.(Feng et al. 2010, adaptado)



Figura 2-4 - Análises DRX do binário Al-W. (a) Padrões DRX de pós de tungstênio e alumínio misturados, antes e depois de sinterizados (Feng et al. 2010, adaptado); (b) DRX da composição Al20% W sinterizada mostrando os intermetálicos formados (Zhang, Feng, and Akhtar 2017a, adaptado); (c) Padrões DRX do binário Al-W sinterizado a 800 °C (Wang, Liang, and Jiang 2019, adaptado).

Outros trabalhos utilizam a eletrodeposição para a formação da liga utilizando compostos iônicos ligantes e avaliam principalmente quanto a resistência a corrosão. Estudos apontam que os filmes de Al-W gerados por eletrodeposição assinalaram ser mais resistentes a corrosão quando comparados com filmes de Al-puro, outra propriedade constatada foi o aumento da dureza que no filme de Al-12,4 at% W, apresentou-se quase três vezes maior do que no filme de alumínio puro, porém, o módulo de elasticidade teve uma queda de quase 10% na mesma comparação, caindo de 97 GPa para 89 GPa. (Higashino et al. 2017; Höhlich et al. 2018; Feng et al. 2010; Zhang, Feng, and Akhtar 2017a; Takeyama, Ichikawa, and Noya 1996)

#### 2.2 SOLIDIFICAÇÃO DE LIGAS METÁLICAS

Tem-se que o processo de solidificação de metais e ligas metálicas caracteriza-se pela existência de uma transformação de fase com mudança de estado, em que a fase líquida se transforma em uma fase sólida, isso só é possível em condições termodinâmicas, que permitam o estado sólido apresentar uma menor energia livre, consequentemente uma maior estabilidade. Olhando o processo de forma micro, o processo de solidificação se inicia com a nucleação e o crescimento de partículas sólidas na fase líquida. Imprescindivelmente sempre que houver solidificação estará ocorrendo o processo de nucleação, seja ele heterogêneo ou homogêneo, e posterior crescimento desses núcleos.(Santos 2006; Coutinho 2018; Dantas 2014)

O maior campo de aplicação da solidificação encontra-se na fundição de metais. O objetivo do processo é o de dar forma, que se tem interesse, ao metal, vertendo em estado líquido dentro da cavidade de um molde. O molde, por sua vez, além de dar forma ao metal, retira calor do mesmo, porém a forma que isso acontece varia de acordo com o tipo de solidificação escolhida. Entretanto, apesar da solidificação ser um processo que quase todos os produtos metálicos, em algum momento da sua fabricação passam, este método divide espaço com a metalurgia do pó que é uma técnica bastante relevante e é objeto de inúmeras pesquisas, a Figura 2-5 tem o escopo da fabricação de produtos metálicos, detalhando o processo de solidificação e o processo de metalurgia do pó.(Garcia 2007)



Figura 2-5 - Fabricação de produtos metálicos. (Garcia 2007, adaptado)

Mesmo a solidificação apresentando uma simplicidade aparente, o processo apresenta inúmeras variáveis que, caso não forem controladas, podem comprometer a performance do produto final. Além disso o processo de solidificação apresenta várias nuances no seu decorrer que se ignoradas ou não controladas podem gerar heterogeneidades físicas, advindas da variação do volume do metal (rechupe, porosidades, etc.), bem como, pode-se ter no processo heterogeneidades químicas (segregação de impurezas ou de elementos de liga), e ou heterogeneidades estruturais, relativas ao tamanho, distribuição e tipo dos grãos cristalinos. (Santos 2006; Garcia 2007; Campos Filho and Davies 1978)

Heterogeneidades químicas e estruturadas, muita das vezes, são desejáveis no processo e para isso alguns parâmetros do processo de solidificação são manipulados para se alcançar propriedades especificas após o processo de solidificação. O relacionamento entre esses parâmetros da solidificação, tais como a velocidade de solidificação, composição química da liga e gradientes térmicos, com o resultado final da solidificação fica evidenciado

na Figura 2-6, que apresenta a iteração entre os parâmetros técnicos até se chegar em uma estrutura sólida. (Garcia 2007; Campos Filho and Davies 1978)



Figura 2-6 - Etapas que caracterizam o processo de solidificação.(Campos Filho and Davies 1978)

Ao abordamos o processo de solidificação de uma forma mais profunda, tem-se que normalmente a nucleação ocorre de forma heterogênea, devido ao contato com a parede do molde e/ou devido às impurezas, compostos metálicos e até mesmo a agentes nucleantes, adicionados propositalmente na liga a fim de se intensificar a nucleação e melhorar o refino da estrutura final.(Santos 2006)

Vale ressaltar que o processo de solidificação do metal puro é diferente do processo de solidificação de ligas, pois o primeiro caracteriza-se por apresentar um sólido de estrutura monofásica, formada unicamente por grãos de uma única fase, já a solidificação de ligas caracteriza-se por apresentar um sólido em que diferentes fases podem coexistir no estado sólido, originando estruturas polifásicas.(Santos 2006)

#### 2.2.1 Solidificação de metais com alto grau de pureza

Substâncias puras, ou ligas que estejam em mistura eutética, ou seja, aquelas que estejam em combinação que apresente o menor ponto de fusão possível, podem apresentar uma condição de equilíbrio entre a fase líquida e a fase sólida, como representado na Figura 2-7.(Garcia 2007)



Figura 2-7 - Curva de resfriamento para uma liga eutética ou elemento puro.(Gomes 2013, adaptado)

Na Figura 2-7, temos em destaque um ponto específico, denominado ponto de fusão, onde coexiste a fase líquida e a fase sólida do material em equilíbrio. O ponto de fusão caracteriza-se pelo fato de ser o local onde há o acumulo de energia de latência, ou seja, a energia absorvida apenas para a mudança de fase, energia essa que não acarreta mudanças de temperatura, consequentemente, acima deste ponto temos fase líquida e abaixo fase sólida. A Figura 2-8 apresenta mais detalhadamente o processo de solidificação de um metal puro, onde tem-se no início da solidificação a queda da temperatura até um temperatura T,
devido ao superesfriamento, fenômeno necessário para a nucleação, logo após, a temperatura volta a se elevar até o patamar da temperatura de fusão  $T_{f}$ , onde o processo mantem-se constante, até atingir-se a nucleação total e consequentemente o fim da solidificação. (Santos 2006)



Figura 2-8 - Curva de resfriamento de um metal puro desde uma temperatura acima da temperatura de fusão ( $T_f$ ) até uma temperatura abaixo dela, apresentando o superesfriamento ( $\Delta T$ ) necessário para a nucleação.(Santos 2006)

Um metal puro, composto de átomos de um único componente, em sua solidificação, apresenta um líquido monofásico, que possui um arranjo atômico em que não há ordenação de longo alcance, que é transformado em um sólido monofásico, que possui estrutura cristalina, de arranjo atômico com ordenação de longo alcance, baseada em células cristalinas características. (Santos 2006)

Porém, para que o processo de solidificação ocorra, são necessárias duas etapas:

•Nucleação homogênea ou heterogênea;

•Propagação destes núcleos, acarretando no crescimento da região solidificada. (Santos 2006)

## 2.2.2 Solidificação de ligas fora do eutético

O processo de solidificação envolvendo ligas metálicas é bem mais complexo quando comparado à solidificação de metais puros. As ligas contêm dois ou mais elementos de liga,

onde um será o metal base, funcionando como solvente e os outros serão os solutos da "mistura". Além disso, a solidificação de ligas não ocorre há uma temperatura constante, o processo se dá em uma faixa de temperatura, que varia de liga para liga, dependendo das características dos elementos envolvidos. A Figura 2-9 mostra uma curva de variação de temperatura em um processo de solidificação de uma liga.



Figura 2-9 - Curva de resfriamento de uma liga metálica desde uma temperatura acima da temperatura de início de solidificação ( $T_L$ ) até uma temperatura abaixo da temperatura de fim de solidificação ( $T_S$ ). Observe-se o superesfriamento ( $\Delta T$ ) necessário para a nucleação.(Santos 2006)

Na Figura 2-9 temos que a curva que caracteriza o processo de solidificação é delimitada por duas temperaturas especificas, a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ), que indica o início da solidificação, e a temperatura *solidus* ( $T_S$ ) que indica o final da solidificação. (Santos 2006)

A temperatura *liquidus* é a máxima temperatura na qual cristais podem coexistir com o material em fusão em equilíbrio termodinâmico, ao caimento dessa temperatura temos o início da formação dos primeiros núcleos da fase sólida, no interior do líquido. Ao atingirse a temperatura *solidus* temos que toda a fase líquida foi substituída pela fase sólida, devido a nucleação. Como consequência da queda de temperatura, entre  $T_L$  e  $T_S$ , temos o crescimento e avanço de protuberâncias sólidas em direção perpendicular às células, que em algumas condições específicas, dão origem a uma estrutura mais ramificada, nomeada de estrutura dendrítica.(Santos 2006)

# 2.3 NUCLEAÇÃO

Durante o processo de solidificação, tem-se a passagem da fase inicial, líquida, para a fase sólida, durante esse processo é necessária uma intensa movimentação de átomos no sistema material para que a mudança de fase ocorra. Portanto, a mudança de fase, em geral, não ocorre instantaneamente em todo o volume do material. (Santos 2006)

O processo de transformação de fase tem seu início com o surgimento de pequenas partículas estáveis da nova fase, no caso da solidificação, o surgimento de partículas sólidas em meio às partículas líquidas. O processo completa-se com o crescimento dessas partículas sólidas, até que todas as partículas líquidas desapareçam. Esse procedimento é alcunhado de nucleação e crescimento. Em termos de nucleação, tem-se dois modelos, nucleação homogênea e nucleação heterogênea, que se caracterizam pela nucleação acontecer totalmente de forma aleatória, homogênea, ou acontecendo de forma a favorecer locais específicos, em que agentes nucleantes (impurezas, paredes, precipitados) tornam a nucleação mais rápida, heterogênea.(Garcia 2007; Santos 2006)

#### 2.3.1 Superaquecimento e superesfriamento

Durante a solidificação, para garantir que após o vazamento o metal liquido preencha completamente o contorno do molde, deve-se vazar o metal acima de sua temperatura de transformação líquido/sólido, assim será garantido que o líquido irá preencher todo o contorno do molde, sem que haja uma solidificação precipitada. Essa diferença de temperatura, entre a temperatura de fusão (Tf) a temperatura acima da transformação (Tv), é conhecida como superaquecimento. Na Figura 2-10 podemos ver a diferença de uma solidificação sem superaquecimento (a) e com superaquecimento (b).(Garcia 2007)

Entende-se que o líquido começa a sua transformação de fase para sólido assim que o material atinge a sua temperatura de fusão, porém, na maioria dos casos temos que esse início do nucleamento das partículas solidas se dá em uma temperatura ( $T_r$ ) menor que a temperatura de fusão, essa diferença entre essas temperaturas,  $T_f e T_r$ , é conhecida como superesfriamento. (Garcia 2007)



Figura 2-10 - Curvas de resfriamento: a) sem superaquecimento; b) com superaquecimento.(Garcia 2007, adaptado.)

Na figura 2.11 temos três modelos, o modelo (a) mostra a queda de temperatura até  $T_R$ , e após um tempo, a temperatura volta a subir até o patamar da temperatura de fusão, gerando uma recalescência no gráfico, isso porque existe liberação de calor latente, elevando a temperatura. Já no modelo (b) tem-se o caso em que não há essa recalescência, um dos possíveis motivos é a insuficiência de calor latente para elevar a temperatura até a temperatura de fusão. Já o modelo (c) apresenta um caso particular de materiais que se solidificam na forma de um sólido amorfo, isto é, não apresentam uma estrutura cristalina em sua solidificação, similar a líquidos superesfriados, sendo assim não há liberação de calor latente, fazendo com que o decréscimo da temperatura seja continuo. (Garcia 2007)



Figura 2-11 - Casos típicos de curvas de resfriamento: a) elementos com superesfriamento nítido; b) mesma situação anterior sem retorno ao ponto de fusão; c) sólido amorfo.(Garcia 2007, adaptado)

# 2.4 SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL TRANSITÓRIA

A técnica de solidificação unidirecional tem sido bastante utilizada nos estudos de caracterização de aspectos da macroestrutura, microestrutura e de análise da segregação de soluto.(Rosa 2007; Marcelino, Filho, and Kikuchi 2015; Silva 2017)

Em condições transitórias, tem-se que os gradientes de temperaturas, de velocidade de deslocamento de interface sólido-líquido ou velocidade de frente de solidificação variam livremente com o tempo e a posição dentro do metal, situação semelhante ao que acontece nas atividades industriais, porém são variáveis que dificultam a modelagem teórica, daí a necessidade de estudos técnico-experimentais para averiguação da influência das variáveis térmicas diante os parâmetros da macroestrutura e microestrutura para sistemas metálicos.(Garcia 2007)

Em termos de solidificação unidirecional, temos três técnicas que se destacam, solidificação unidirecional horizontal, unidirecional descendente e unidirecional ascendente.(Marcelino, Filho, and Kikuchi 2015)

#### 2.4.1 Solidificação unidirecional ascendente

A solidificação unidirecional ascendente, que será utilizada nesse trabalho, utiliza-se de um dispositivo que irá receber o metal líquido e permitirá a solidificação, de forma que a extração de calor aconteça exclusivamente na base do lingote, fazendo com que a solidificação aconteça no sentido base-topo, sentido contrário da ação da gravidade, o que favorece o contato térmico do material com a base refrigerada. (Rosa 2007)

Nesse tipo de processo unidirecional o soluto é rejeitado na frente de solidificação, podendo vir a formar um líquido interdendrítico denso o bastante que faça com que haja estabilidade na movimentação de líquidos, consequentemente deixando o processo mais estável, porém está característica está relacionada ao par soluto/solvente.(Dantas 2014)

Diferentemente da solidificação descendente, não ocorrem correntes convectivas devido ao fato do perfil de temperaturas no líquido ser crescente em direção ao topo do lingote, e o líquido mais denso localiza-se junto à fronteira de transformação sólido/líquido.

A Figura 2-12, mostra, de forma esquemática, um equipamento de solidificação unidirecional vertical ascendente.(Coutinho 2018)



Figura 2-12 - Modelo esquemático de solidificação unidirecional vertical ascendente.

# 2.5 TRANSFERÊNCIA DE CALOR NA SOLIDIFICAÇÃO

Durante o processo de solidificação, teremos a presença dos três processos de transferência de calor, condução, convecção e radiação. Eles atuam em conjunto e separadamente, de forma a ter grande importância no processo de solidificação.(Coutinho 2018)

#### 2.5.1 Condução

A condução térmica é um mecanismo de transferência de energia no qual as partículas mais energéticas de uma substância transferem energia para as partículas menos energéticas que estão adjacentes, como consequência da interação entre elas. Na Figura 2-13 tem-se o modelo esquemático da ocorrência da condução. (Çengel & Ghajar, 2012).



Figura 2-13 - Condução de calor através de uma parede plana. (Çengel & Ghajar, 2012)

A condução, durante o processo de solidificação, ocorre:

- No metal líquido, enquanto subsistir o superaquecimento;
- Na camada de metal solidificado;
- No contato entre o metal e o molde;
- Através das paredes do molde.

#### 2.5.2 Convecção

A convecção é um modo de transferência de energia que acontece entre uma superfície sólida e um fluido em movimento, combinando-se o efeito de condução e de movimento de um fluido. A intensidade da condução de calor está atrelada à velocidade do fluido, assim quanto maior a velocidade do fluido maior será a transferência de calor, como é mostrado esquematicamente na Figura 2-14. (Çengel and Ghajar 2012)



Figura 2-14 - Transferência de calor de uma superfície quente para o ar por convecção.(Çengel and Ghajar 2012)

O processo de convecção ocorre no processo de solidificação nos seguintes pontos:

- No metal líquido, enquanto subsistir o superaquecimento;
- No contato entre o metal e o molde;
- Na superfície externa do molde para o meio;
- Entre a água que circula no interior da lingoteira e a chapa molde.

#### 2.5.3 Radiação

A radiação é definida como a energia emitida pela matéria na forma de ondas eletromagnéticas (fótons) devido as mudanças nas configurações eletrônicas de átomos e moléculas. Um fato que difere bem a radiação das outras formas de transferência de calor é de que não é necessário de um meio interveniente para que ocorra a transferência, a Figura 2-15 apresenta um exemplo de radiação. (Çengel and Ghajar 2012)



Figura 2-15 - Radiação emitida por um corpo negro.(Çengel and Ghajar 2012)

Durante o processo de solidificação, a radiação ocorre em dois pontos específicos:

- No contato entre o metal e o molde (no GAP entre eles);
- Na superfície externa do molde para o meio.

#### 2.5.4 Transferência de calor Newtoniana

A transferência de calor newtoniana ocorre na interface metal líquido/molde, pois no vazamento do metal ocorre uma conformação de acordo com a geometria do molde, porém tem-se regiões de contato imperfeito, formando "gaps" (espaçamentos), entre o metal e o molde, como mostrado na Figura 2-16. Nas regiões em que há contato metal/molde a transferência de calor ocorre por condução, já nas regiões em que há o gap, as trocas de calor ocorrem por convecção e radiação.



Figura 2-16 - Transferência Newtoniana.

Em uma visão geral temos regiões de contato total e regiões sem contato, onde, na teoria de Newton são exemplificadas por um sistema de placas com um gás preenchendo esse espaço vazio (gap) entre as mesmas, sendo assim em uma mesma região temos os três processos de transferência de calor, condução, convecção e radiação, como mostra na Figura 2-17.(Santos 2006)



Figura 2-17 - Mecanismos de transferência de calor no sistema metal/molde durante o processo de solidificação.(Santos 2006)

# 2.6 VARIÁVEIS TÉRMICAS

O processo de solidificação apresenta variáveis térmicas que devem ser determinadas, pois são determinantes para o produto gerado ao final da solidificação, pois é a variação dessas variáveis que irá determinar a macro e microestrutura resultante e consequentemente as propriedades do sólido formado, uma vez que as propriedades estão entrelaçadas com a microestrutura formada. (Garcia 2007)

Tem-se quatro variáveis térmicas que devem ser estudadas durante a solidificação, a posição da isoterma *liquidus* (tempo de passagem t<sub>L</sub> e função da posição P(t)), velocidade da isoterma *liquidus* (V<sub>L</sub>), a taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e o gradiente térmico (G<sub>L</sub>).(Garcia 2007)

É importante deixar claro que em processos com regime transitório de calor, caso deste trabalho, as variáveis da velocidade da isoterma *liquidus* e o gradiente térmico são interdependentes, não podem ser controlados, e variam continuamente ao longo do processo.(Carvalho 2017; Dantas 2014)

No âmbito experimental, para que haja a determinação de todas as variáveis citadas, deve se partir de um dado base, que são as curvas de resfriamento, que são coletadas durante o processo de solidificação, caracterizando o decaimento da temperatura durante o processo.

#### 2.6.1 Curva resfriamento

As curvas de resfriamento são a caracterização do comportamento, relativo à temperatura, de áreas determinadas do lingote no processo de solidificação. Elas representam o desempenho da temperatura ao longo do tempo, desde o superaquecimento até o final da formação do sólido, a Figura 2-18 representa o comportamento das curvas de resfriamento durante a solidificação de uma liga.



Figura 2-18 - Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior da lingoteira durante o processo de solidificação unidirecional.(Dantas 2014, adaptado)

No gráfico de representação das curvas de resfriamento sempre se tem uma reta paralela ao eixo tempo em um patamar específico, que representa a temperatura *liquidus*, e que será importante para definir as variáveis térmicas.

#### 2.6.2 Tempo de passagem da isoterma liquidus e Posição isoterma liquidus

Pode-se definir como tempo de passagem da isoterma *liquidus* o tempo necessário para que certo ponto do lingote atinja a temperatura *liquidus*, ou seja passe por esse patamar. Esse tempo (t<sub>L</sub>) é adquirido a partir da intersecção das curvas de resfriamento com a reta da temperatura *liquidus*, gerando assim um tempo de passagem para cada termopar, ou seja, um tempo para cada altura do lingote, isso fica claro na Figura 2-19. (Garcia 2007)



Figura 2-19 - Método de aferição dos tempos de passagem da isoterma *liquidus*.(Dantas 2014, adaptado)

A partir dos tempos de passagem da isoterma *liquidus* pode-se montar, para cada posição de termopar, um binário posição-tempo, e com esses binários é possível montar um gráfico posição por tempo, mostrado na Figura 2-20, podendo-se traçar uma curva característica a partir do método dos mínimos quadrados, gerando uma função da posição em termos da variável tempo, equação 1, que representa o deslocamento da isoterma em todo o lingote.

$$P(t) = a * t^b$$
<sup>[1]</sup>



Figura 2-20 - Posição da isoterma *liquidus*.(Coutinho 2018)

#### 2.6.3 Velocidade da isoterma liquidus

Conceitualmente tem-se que a velocidade da isoterma *liquidus* representa o deslocamento da interface sólido/líquido em relação ao tempo decorrido do processo de solidificação. Ao longo do processo, para as posições mais distantes da chapa molde, a  $V_L$  tende a ser reduzida por decorrência do aumento da resistência térmica, uma vez que, a camada solidificada aumenta, reduzindo a transmissão de energia no material.(Coutinho 2018; Dantas 2014; Carvalho 2017; Gomes 2013)

Matematicamente a velocidade da isoterma *liquidus* é definida pela derivada da função da posição P (t) em relação ao tempo, uma vez que, velocidade é a razão entre a medida deslocada da frente de solidificação pelo tempo transcorrido. A equação [2] define a obtenção da  $V_L$ .(Coutinho 2018; Gomes 2013; Dantas 2014)

$$V_L = \frac{dP(t)}{dt} \left[\frac{mm}{s}\right]$$
[2]

Partindo de que para cada posição temos um tempo característico, consequentemente teremos uma velocidade específica, sendo possível montar um gráfico velocidade por posição. A Figura 2-21, mostra o passo a passo, para se chegar no gráfico da velocidade da isoterma *liquidus* por posição(Coutinho 2018)



Figura 2-21 - Velocidade da isoterma liquidus.(Coutinho 2018)

#### 2.6.4 Taxa de resfriamento

A taxa de resfriamento é um importante parâmetro no processo de solidificação, pois indica a diminuição de temperatura em função do tempo. Em termos gerais, é o quanto de calor é retirado da peça em um determinado instante do processo de solidificação. Matematicamente uma das formas de se representar a taxa de resfriamento é: (Garcia 2007):

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt} \left[ \frac{{}^{\circ}C}{s} \right]$$
[3]

Outra forma de se representar a taxa de resfriamento é pelo produto da velocidade de solidificação ( $V_L$ ) com o gradiente térmico ( $G_L$ ): (Garcia 2007):

$$\dot{T} = V_L * G_L \left[\frac{{}^{\circ}C}{s}\right]$$
[4]

Experimentalmente, podemos definir a taxa de resfriamento, utilizando como referência a temperatura *liquidus* e as curvas de resfriamento, onde a taxa é razão da diferença das temperaturas imediatamente antes e imediatamente depois da passagem, da

curva de resfriamento, pela isoterma líquidos, ou seja, a diferença leitura direta da última temperatura aferida antes da isoterma *liquidus*, e da primeira temperatura aferida após a passagem da isoterma, dividia pelo tempo transcorrido entre as aferições. Matematicamente podemos equacionar a taxa de resfriamento como(Coutinho 2018):

$$\dot{T} = \frac{T_2 - T_1}{t_2 - t_1} = \frac{\Delta T}{\Delta t} \left[\frac{{}^\circ C}{s}\right]$$
[5]

A Figura 2-22 mostra o método de obtenção da taxa de resfriamento:



Figura 2-22 - Esquema representativo da obtenção da taxa de resfriamento.(Dantas 2014, adaptado)

Com a obtenção da taxa de resfriamento para cada ponto, pode-se traçar um gráfico da taxa por posição, como mostrado na Figura 2-23, mostrando assim a tendência da taxa ao longo do processo de solidificação da liga.



Figura 2-23 - Taxa de resfriamento.(Dantas 2014, adaptado)

#### 2.6.5 Gradiente térmico

Conceitualmente tem-se que o gradiente térmico é forma com que a temperatura está distribuída por unidade de comprimento, no caso da solidificação, é a diferença de temperatura que há na frente de solidificação, ou seja, a diferença de temperatura entre a parte já solidificada e a parte que ainda se apresenta em estado líquido.(Garcia 2007)

O gradiente térmico é uma variável a qual não se pode controlar, pois é dependente da taxa de resfriamento do material e demais fatores intrínsecos à solidificação. Sabe-se que que um maior gradiente acarreta o favorecimento do surgimento de grãos, outra característica importante do gradiente é que, assim como a velocidade da isoterma *liquidus*, tende a decair com o decorrer da solidificação pois há a tendência do equilíbrio de temperatura. (Garcia 2007)

Matematicamente o gradiente pode ser definido por:

$$G_L = \frac{dT}{dx} \left[ \frac{{}^{\circ}C}{mm} \right]$$
[6]

Mais a sua obtenção geralmente ocorre com a utilização da equação [4], reestruturada para:

$$G_L = \frac{\dot{T}}{V_L} \left[ \frac{{}^{\circ}C}{mm} \right]$$
<sup>[7]</sup>

A partir da obtenção do gradiente térmico para cada posição, pode se construir um gráfico de gradiente por posição, como mostrado na Figura 2-24, onde teremos a tendência do gradiente para a solidificação da liga em questão. (Garcia 2007)



Figura 2-24 - Gradientes térmicos locais versus posições.(Dantas, 2014, adaptado)

# 2.7 MACROESTRUTURA

A formação da macroestrutura de uma peça é desenvolvida a partir de uma sequência de etapas, que se iniciam a partir da formação dos núcleos sólidos no material líquido, posteriormente o crescimento destes grãos por sítios favoráveis ou o crescimento livre, que irão formar a macroestrutura da peça. Macroestrutura pode ser definida como sendo a distribuição, dimensão e forma dos grãos cristalinos.(Gomes 2013; Carvalho 2017)

Nas peças fabricadas por solidificação, normalmente, a macroestrutura pode apresentar três zonas distintas, a zona coquilhada que se forma próximo às paredes do molde, zona colunar composta por grãos alongados no sentido preferencial da retirada de calor e a zona equiaxial central em que os grãos são desordenados e crescem em todas as direções, como mostrado na Figura 2-25.

É possível encontrar na macroestrutura de uma peça fundida, uma região de transição, colunar equiaquixial, conhecida como TCE. O aparecimento dessa região é influenciado pela composição da liga, material e temperatura do molde, fluxo convectivo, superaquecimento e o coeficiente de transferência de calor interfacial. (Gomes 2013; Carvalho 2017; Coutinho 2018; Silva 2017; Garcia 2007)



Figura 2-25 - Representação esquemática da macroestrutura de solidificação. (Dantas 2014, adaptado)

#### 2.7.1 Zona Coquilhada

A zona coquilhada é composta por uma camada de grãos cristalinos orientados aleatoriamente, que apresentam pequenas dimensões, e aprecem junto as paredes do molde, o que é resultado do primeiro contato do metal liquido com o molde, durante o vazamento, como mostra a Figura 2-26. (Rosa 2007; Gomes 2013; Carvalho 2017; Dantas 2014)



Figura 2-26 - Modelo esquemático do crescimento de grãos na região coquilhada

O contato inicial junto as paredes do molde, infere uma alta taxa de resfriamento, provocando uma queda, rápida, da temperatura local, favorecendo a nucleação intensa dos grãos. Essa queda "abrupta" da temperatura, ocasiona um SRC, desenvolvendo os primeiros grãos cristalinos, que apresentam pequenos tamanhos e formas, pois não há tempo para o seu desenvolvimento, constituindo uma fina camada de grãos, que quase sempre se apresentam uniformes, com direção cristalográfica aleatória.(Rosa 2007; Dantas 2014; Carvalho 2017)

#### 2.7.2 Zona Colunar

A zona colunar é formada por grãos alongados e alinhados paralelamente à direção do fluxo de calor, que em solidificação unidirecional ascendente, estão normais às paredes do molde. A zona colunar surge a partir da zona coquilhada, dos núcleos que apresentam direção favorável ao crescimento na direção do calor, como mostra a Figura 2-27. O crescimento desses grãos mencionados acontece de forma mais rápida do que o crescimento dos outros grãos, sendo assim há um bloqueio do crescimento dos demais grãos coquilhados.(Garcia 2007)



Figura 2-27 – Modelo esquemático do crescimento de grãos colunares a partir dos grãos coquilhados com orientação favorável. (Dantas 2014, adaptado)

Em termos de solidificação de ligas, a zona colunar é caracterizada por um crescimento de dendritas orientadas e em equilíbrio térmico com o líquido que as envolvem, que tem o seu crescimento tão rápido quanto ao calor latente que flui para as paredes do molde.(Dantas 2014; Carvalho 2017)

A zona colunar tem seu crescimento interrompido pela zona equiaxial somente quando o líquido torna-se super-resfriado por efeito térmico e por efeito constitucional, assim os núcleos sólidos surgem de forma a crescerem aleatoriamente.(Dantas 2014)

#### 2.7.3 Zona Equiaxial

A terceira zona macroestrutural é a zona equiaxial, formada por grãos de orientação cristalográfica aleatória, e com tamanhos superiores, quando comparados aos tamanhos de grãos da zona coquilhada. (Carvalho 2017; Dantas 2014)

A formação dos grãos equiaxiais pode acontecer de diversas maneiras, como em nucleações isoladas, bem como, na nucleação de cristais na superfície livre, porém, essa

formação só acontece se e somente se o líwquido atingir uma temperatura abaixo da temperatura *liquidus*. (Garcia 2007; Gomes 2013; Dantas 2014)

#### 2.8 MICROESTRUTURA

As ligas, quando em solidificação apresentam uma dinâmica ente solvente e soluto, que de acordo com ponto do diagrama de fases que está sendo trabalhado, teremos a segregação de um ou outro. A segregação que acontece durante a solidificação é uma das responsáveis por causar perturbações na frente de solidificação, pois causa uma distribuição não uniforme no líquido, perturbações essas que serão responsáveis, em parte, para determinar a microestrutura resultante da solidificação.(Rosa 2007; Garcia 2007)

A microestrutura é resultante dos arranjos dos átomos que compõem o material, e tem como principal influenciador de sua morfologia o Super Resfriamento Constitucional (SRC), fenômeno gerado pela segregação de soluto ou solvente na interface sólido/líquido, o que provoca uma distribuição não uniforme no líquido a frente da interface, gerando um gradiente térmico à frente da interface de solidificação inferior ao gradiente térmico do perfil de temperaturas *liquidus*, causando instabilidade.(Dantas 2014; Garcia 2007)

A variação do valor do super resfriamento constitucional, gera uma instabilidade na frente de solidificação da liga, seguindo um aumento crescente dos valores de SRC tem se origem de diferentes morfologias, iniciando a partir da morfologia planar, passando para uma morfologia celular e culminando em uma morfologia dendrítica, como é mostrado na Figura 2-28.(Garcia 2007; Rosa 2007; Carvalho 2017)



Frente planar

Células superficiais

Células regulares

Dendrítas regulares

Figura 2-28 - Variação na morfologia da interface sólido/líquido durante a solidificação.(Brito, 2016)

Porém não é só o super resfriamento constitucional responsável por efetuar modificações na interface sólido/líquido, as variáveis térmicas também influenciam no processo, tais como a velocidade da isoterma *liquidus*, o gradiente térmico, a taxa de resfriamento bem como o fator de concentração de soluto/solvente. A Figura 2-29 apresenta um esquema que exibe a influência de diversos fatores na formação da microestrutura.(Rosa 2007; Dantas 2014)



Figura 2-29 - Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação das estruturas de solidificação. Concentração de soluto (Co); Velocidade da isoterma *liquidus* (V<sub>L</sub>); SRC; Gradiente térmico (G<sub>L</sub>). (ROSA, 2007)

Após a microestrutura formada, o seu principal caracterizante são os espaçamentos entre os centros de células e de ramificações ou braços dendríticos, figura 2-30, definidos como espaçamentos intercelulares ou interdendríticos, respectivamente, e são utilizados na determinação dos efeitos das condições de solidificação sobre a microestrutura formada.(Rosa 2007)



Figura 2-30 - Esquema representativo das ramificações interdendríticas primárias ( $\lambda$ 1), secundárias ( $\lambda$ 2) e terciarias ( $\lambda$ 3). (ROSA, 2007)

## 2.8.1 Estrutura celular

Como já mencionado anteriormente, quando temos um SRC elevado capaz de instabilizar a interface sólido/líquido, tem-se a formação de uma protuberância que se projeta no liquido super-resfriado a partir da interface. O crescimento dessa protuberância faz com que haja rejeição de soluto tanto lateralmente quanto longitudinalmente à frente da interface, aumentando a concentração de soluto nessas regiões, fazendo que o crescimento da protuberância se torne estável. Esse desenvolvimento se estende por toda a interface sólido líquido, ou seja, várias protuberâncias crescendo ao mesmo tempo, dando origem a estrutura celular, que após o fim da solidificação, pode ser observada em uma vista longitudinal, como várias estruturas de tamanhos idênticos, se assemelhando a hexágonos regulares, ou formas levemente arredondadas. A Figura 2-31 mostra esse passo a passo do crescimento celular, desde a formação da protuberância, a composição do crescimento celular, e a estrutura celular solidificada. (Garcia 2007)





Figura 2-31 - Desenvolvimento da microestrutura celular.

#### 2.8.2 Estrutura dendríticas

Como já mencionado, com o aumento do grau de super resfriamento constitucional, acontecem instabilidades de maior ordem e a estrutura, antes circular, passa para a forma dendrítica, que se assemelha a forma de uma cruz de malta, onde a estrutura primaria possui direções próximas ao do fluxo de calor, e a estrutura secundaria, como vista na Figura 2-32, devido à rejeição do soluto, apresenta direções perpendiculares às seções primárias. Sabe-se que o refinamento dessa estrutura dendrítica tem influência direta nas propriedades mecânicas e na resistência a corrosão. (Dantas 2014; Coutinho 2018)



Figura 2-32 - Estrutura dendrítica com indicação dos espaçamentos interdendríticos primários e secundários. (SANTOS, 2006)

Tem-se que a estrutura dendrítica é característica, em geral, das solidificações de ligas metálicas, porém podem aparecer também em metais considerados puros comercialmente, pois a presença de impurezas já é suficiente para provocar a desestabilização da interface solido líquido por SRC. (SANTOS, 2006). A Figura 2-33, mostra por partes, o crescimento dendrítico.



Figura 2-33 - Crescimento dendrítico.(Santos 2006)

#### 2.8.3 Transição celular-dendrítica dendrítica-celular

Entre as microestruturas celular e dendríticas tem-se a ocorrência, dependendo das condições da solidificação, uma região de transição, ou seja, pode haver o crescimento de uma estrutura celular e que, devido algumas condições da solidificação, esta estrutura passa por uma transição para se tornar dendrítica, ou vice-versa, podemos ter uma estrutura dendrítica e essa passa a ser celular. A maioria dos estudos apresentam a transição celular/dendrítica, que é mais comum e ocorre em ligas diluídas e em baixas velocidades de crescimento, porem como apresentado na Figura 2-34, mais fatores interferem na formação da microestrutura, portanto se tivermos uma situação em que fatores tais como o gradiente térmico crescente e a concentração diminuindo, podemos obter uma transição dendrítica/celular. A Figura 2-34 mostra a morfologia presente na transição celular dendrítica.(Garcia 2007; Brito 2016; Rosa 2007)



Figura 2-34 - Morfologias da interface de crescimento na solidificação de composto orgânico na transição celular/dendrítica

# 2.9 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Já é bem difundido na literatura que a escala da morfologia microestrutural, isto é, os espaçamentos celulares, dendríticos primários e secundários, são determinantes nas propriedades mecânicas de uma peça solidificada. Estudos datados da década de 50 já tentavam criar essa relação entre microestrutura e propriedades mecânicas, foi nessa época que surgiu a relação proposta por Hall e Petch, dai em seguinte surgiram várias relações que conectavam a microestrutura com o limite de resistência a tração, limite de escoamento, e

mais recentemente, estudos que relacionam os espaçamentos microestruturais com a dureza Vickers resultante. (Brito 2016; Carvalho 2017) (Osório et al., 2012C) (Kaya et al., 2004; Canté et al., 2013).

#### 2.9.1 Relação entre microestrutura com fator de amortecimento e módulo elástico

Tem-se que o fator de amortecimento está relacionado a vários fatores, incluindo tamanho de grão e a presença de precipitados. Coutinho (2018) relatou que a presença de mais fases do intermetálico Al<sub>3</sub>Nb na liga Al0,4%Nb gerou um incremento no fator de amortecimento. Já Silva (2017) relata a tendência de queda no modulo elástico quanto menos refinada a microestrutura. (Coutinho 2018; Silva 2017; Cai, Lu, and Zhao 2005; Humbeeck 2003)

#### 2.9.2 Microestrutura e microdureza

Estudos relatam que a microestrutura tem influência direta na microdureza, uma vez que, o maior refino da microestrutura proporciona maiores valores de microdureza. Coutinho (2018) afirma que o aumento do espaçamento dendrítico primário da liga Al0,4% Nb fez com que o perfil de microdureza diminuísse, como pode ser visto na Figura 2-35. Matematicamente podemos relacionar a microdureza Vickers (HV) com o espaçamento microestrutural a partir da equação de Hall-Petch, onde temos a microdureza relacionada com o inverso da raiz quadrada do espaçamento, como mostra a equação [8].

$$HV = H_0 + k * \lambda_1^{-1/2}$$
[8]



Figura 2-35 - Evolução da microdureza em relação ao espaçamento dendrítico primário elevado a -1/2.(Coutinho 2018,adaptado)

Quando se tem em mãos os valores de HV e  $\lambda_1$  é possível, através de regressão linear, obter os coeficientes H<sub>0</sub> e k, assim podendo expressar uma equação característica para a liga em estudo.

# 2.9.3 Relação entre microestrutura e limite de escoamento e limite de resistência a tração.

Na literatura já é bem difundido que o espaçamento microestrutural, seja ele intercelular ou interdendrítico, tem influência direta nas propriedades mecânicas do material, essa relação inclui o limite de resistência a tração e a tensão de escoamento. Trabalhos como os de Canté (2010) e Cruz (2010) evidenciam essa relação direta entre um menor espaçamento dendrítico com valores mais elevados do limite de resistência a tração e da tensão de escoamento, como mostra a Figura 2-36. (Cruz et al. 2010; Canté et al. 2010)



Figura 2-36 - (A) tensão de escoamento em função do espaçamento microestrutural; (B) Limite de resistência a tração em função do espaçamento dendrítico

Porém nem sempre essa relação é bem clara, podendo ser influenciada por outros fatores, como a presença de intermetálicos na estrutura. Coutinho (2018) relata que para as análises do limite de resistência a tração, os resultados seguiram as relações demonstrada por Cante (2010), mostrando que um menor espaçamento dendrítico aponta para uma maior resistência a tração, porém, o comportamento do limite de escoamento foi diferente do encontrado por Cante (2010) e Cruz (2010) pois, em uma de suas análises ele encontrou que para valores maiores de espaçamento dendrítico maiores eram os valores da tensão de escoamento, como mostrado na Figura 2-37.(Coutinho 2018; Canté et al. 2010; Cruz et al. 2010)



Figura 2-37 - Tensão de escoamento em função do espaçamento microestrutural.(Coutinho 2018, adaptado)

Matematicamente, como foi mostrado para a microdureza, tem-se que, com a equação de Hall Petch, é possível equacionar a relação entre espaçamento microestrutural e o limite de escoamento, bem como, a relação entre espaçamento e a resistência a tração do material, onde essas propriedades são proporcionais ao inverso da raiz quadrada do espaçamento, como mostra a equação 14 e 15, respectivamente para limite de escoamento e para resistência a tração.

$$\sigma_e = \sigma_{e0} + k * \lambda_1^{-1/2} \tag{9}$$

$$\sigma_u = \sigma_{u0} + k * \lambda_1^{-1/2}$$
 [10]

# 3. MATERIAIS E MÉTODOS

As ligas de alumínio tungstênio, objeto de estudo deste trabalho, foram desenvolvidas e analisadas seguindo um extenso processo metodológico, englobando desde a cálculo estequiométrico para a composição da liga, até a analise final das propriedades de cada liga. Foram desenvolvidas três ligas, sendo elas, Alumínio com 0,4%, em peso, de tungstênio, Alumínio com 0,8%, em peso, de tungstênio e Alumínio com 1,2%, em peso, de tungstênio.

Para confecção das ligas foram utilizados Alumínio com 99,9% de pureza, cedido pela empresa Alcoa, e tungstênio adquirido junto a empresa Carbografite, com 99,5% de pureza. Os procedimentos experimentais foram realizados no SG09, na Universidade de Brasília, a exceto às análises químicas de EDX e DRX, que foram feitas no instituto de química, também na Universidade de Brasília.

A metodologia experimental para as análises das ligas que foram utilizadas neste trabalho consiste em uma divisão de etapas:

- I. Preparo das ligas;
- II. Obtenção dos Perfis Térmicos dos Lingotes;
- III. Determinação dos parâmetros térmicos;
- IV. Caracterização Macro e Microestrutural
- V. Caracterização Mecânica.

O fluxograma que mostra as etapas completas do projeto é apresentado na Figura 3-1. Vale ressaltar que cada etapa mencionada, apresenta sub-etapas, o que torna o procedimento experimental denso.



Figura 3-1 - Fluxograma do procedimento experimental.

# 3.1 CÁLCULO ESTEQUIOMÉTRICO E PESAGEM DOS METAIS

Os dois metais, alumínio e tungstênio, utilizados na confecção das ligas, antes de serem utilizados foram submetidos a uma análise semi-quantitativa através de espectrofotometria de fluorescência de raios X por energia dispersiva (EDX), no equipamento EDX-XFD 720 de marca Shimadzu. Os resultados encontrados apresentaram valores próximos aos disponibilizados pelos distribuidores dos metais, gerando os resultados apresentados na Tabela 3-1, após correções das possíveis contaminações geradas pelo manuseio e armazenamento das amostras analisadas.

Metais	Composição								
	Al	W	Fe	Si	S	Р	Ca	Мо	Outros
Alumínio	99,62	-	0,16	-	0,12	0,07	0,03	-	-
Tungstênio	-	99,42	-	-	0,405	-	-	0,094	0,081

Tabela 3-1 - Composição química do alumínio e tungstênio utilizados para a fabricação das ligas.

Para a confecção da liga, foram realizados os cálculos estequiométricos, utilizando o volume da lingoteira como base para os cálculos, bem como, as densidades do alumínio e do tungstênio, chegando aos valores em gramas da massa necessária de cada metal, para que fossem confeccionadas as três ligas.

Após a análise de fluorescência, e os cálculos, os metais foram cortados utilizando uma serra fita de marca Starrett, modelo ST-3720, com refrigeração. A pesagem do alumínio foi feita em uma balança eletrônica Balmak, linha Brasil, com capacidade máxima de 5Kg e mínima de 20g, com precisão de 1g, já o tungstênio foi pesado em uma balança Shimadzu, modelo AUY220, com capacidade máxima de 220g e mínima de 0,1mg, com precisão de 0,1mg.

# 3.2 FUSÃO DA LIGA

Nessa fase experimental, um cadinho do tipo AGF 8, da marca Salamader, foi preparado para ser o recipiente de fusão dos metais, como mostra a Figura 3-2. Esse cadinho foi revestido por uma fina de camada de alumina do tipo QF-180, da Unifrax, no intuito de se evitar a contaminação da liga, bem como, facilitar a limpeza após os experimentos e aumentar a durabilidade do cadinho

Primeiramente o alumínio foi colocado no cadinho e levado ao forno tipo mufla, Figura 3-3, da Elektro Therm, modelo Linn, com temperatura de trabalho de 1200 °C. O interior do forno é revestido por placas refratárias. Após a fundição do alumínio o cadinho foi retirado do forno, e foi acrescentado ao alumínio líquido o tungstênio, que estava em formato de bastão de diâmetro de 1,6 mm, então, o cadinho foi novamente inserido no forno. A cada 24 horas, o cadinho era retirado, e o líquido fundido era "misturado" com auxílio de um bastão de aço inox, revestido com alumina, garantindo assim a homogeneização da liga. Esse processo aconteceu por uma semana, no intuito de garantir o processo difusivo.



Figura 3-2 - Cadinho, revestido por uma fina camada de alumina.



Figura 3-3 - Forno tipo mufla.

## 3.3 OBTENÇAO DA TL

Após a fusão e homogeneização dos metais o cadinho foi retirado do forno, colocado em uma caixa de areia e coberto por uma manta térmica de lã de rocha para que se obtenha a temperatura *liquidus* da liga. Para a aquisição desse dado foi utilizado um termopar tipo K (alumel-chromel) com isolamento mineral de diâmetro 1,5mm, de marca Ecil, que foi inserido no interior do metal líquido, e por meio de um aquisitor de dados, de marca National Instruments, modelo NI USB-9162, os dados do termopar foram interpretados pelo software, e teve-se como resultado um gráfico, onde foi possível obter a temperatura *liquidus* das ligas, a Figura 3-4 apresenta o esquema montada para aferição da T<sub>L</sub>, já a Figura 3-5 apresenta uma curva típica de resfriamento evidenciando a formação do patamar da temperatura *liquidus*.



Figura 3-4 - Modelo esquemático de aquisição da T<sub>L</sub>



Figura 3-5 - Curva característica da obtenção da temperatura liquidus.(Dantas 2014)

Após aferida a temperatura *liquidus*, o cadinho foi novamente colocado no forno tipo mufla para refusão, para que subsequentemente fosse vazado na lingoteira.

# 3.4 LINGOTEIRA

Nessa etapa, a primeira parte se dá com a preparo da lingoteira, que é composta por dois compartimentos, como mostra a Figura 3-6, o mais inferior que atua como câmera refrigeradora, pois é onde a água recircula no objetivo de resfriar a liga. A parte superior, molde, tem a incumbência de receber o metal líquido, e o dar forma. A parte superior da lingoteira, ou seja, as paredes laterais, foram revestidas por alumina, para evitar possíveis contaminações, bem como, qualquer possível perda de calor lateralmente.



Figura 3-6 - Modelo esquemático da lingoteira: 1 – Entrada de agua; 2 – Saída de agua; 3 – Câmara de refrigeração; 4 – Chapa molde; 5 – Moldes (paredes) laterais.(Coutinho 2018, adaptado)

Na parte lateral da lingoteira são inseridos 7 termopares tipo K, com isolamento mineral e diâmetro de 1,5mm, de marca Ecil, previamente calibrados, que foram posicionados em sete posições diferentes (posição sempre em relação a chapa molde), como mostrado no modelo esquemático da Figura 3-7, para que durante a solidificação, a diminuição da temperatura seja aferida, e se obtenha a curva de resfriamento de cada posição do lingote. A aquisição dos dados foi realizada por um aquisitor, de marca National Instruments, modelo NI USB-9162, e o software de interpretação dos dados foi o LabView SignalExpress.

Com a lingoteira pronta, a mesma foi inserida dentro do forno de solidificação, após isso as conexões de entrada e saída de água foram acopladas e o sistema de refrigeração foi testado, no intuito de se garantir que não houvesse vazamentos no sistema



Figura 3-7 - Posicionamento dos termopares.(Gomes 2013, adaptado)

A liga então foi retirada do forno, tipo mufla, e colocada na caixa de área, nesse momento injetou-se, a uma vazão de 4 L/min, gás argônio no interior da liga fundida, visando retirar gases indesejáveis da liga, evitando a formação de poros na solidificação. Após esse procedimento retirou-se o óxido formado, da parte superior da liga fundida, com auxílio de uma espátula de aço inox, revestida por alumina. Então, a liga foi vertida, de forma a preencher todo o volume disponível na lingoteira, que já estava no interior do forno de solidificação. A liga fundida que sobrou no cadinho foi utilizada para criar amostras, que posteriormente foram levadas para a realização de EDX. O forno utilizado neste trabalho é o mesmo descrito em Gomes (2013) e utilizado por Coutinho (2018) e Souza (2017).

#### 3.5 SOLIDIFICAÇÃO

O forno de solidificação, teve sua temperatura elevada até 10% acima da temperatura *liquidus* aferida, ao atingir a temperatura, deixou-se estável por uma hora para garantir a refusão da liga, bem como, a homogeneização térmica de todo o volume útil do forno. Após esse período, desligou-se o forno, e monitorou-se a queda gradual da temperatura, através dos termopares inseridos na lingoteira.

Aguardou-se até que a liga atingisse o patamar de temperatura 5% acima da temperatura *liquidus*, e deu-se início ao experimento, acionando a refrigeração forçada, conduzida por uma bomba d'água, de marca Schneider, de vazão constante de 7,1 m<sup>3</sup>/h, que faz a água circular dentro da câmara de refrigeração da lingoteira, garantindo a retirada de calor do sistema. O sistema de refrigeração só foi desligado após o lingote atingir temperaturas inferiores a 100 °C, garantindo que não haja possibilidade de refusão.
### 3.6 VARIÁVEIS TÉRMICAS

Para se determinar experimentalmente as variáveis térmicas, foram utilizadas as curvas de resfriamento, obtidas através dos registros de temperaturas dos termopares durante o processo de solidificação. Cada parâmetro térmico foi determinado seguindo os procedimentos destacados nos próximos parágrafos.

A partir das curvas de resfriamento e a isoterma *liquidus* foi possível traçar um gráfico a partir do binário posição do termopar e tempo de passagem da isoterma *liquidus*  $(t_L)$ . Com esse gráfico foi possível determinar, por mínimos quadrados, a equação [1], onde temos a posição em função do tempo. Sabendo que a velocidade da isoterma *liquidus*  $(V_L)$  é a derivada da função, como mostra a equação [2], pode-se determinar para cada posição, a velocidade da isoterma *liquidus*.

As taxas de resfriamento (T), para cada posição de termopar, foram obtidas a partir da equação [5], onde tem-se a razão entre a diferença entre a leitura de temperatura direta exatamente antes da passagem pela isoterma líquidos e a leitura exatamente depois de se passar a isoterma *liquidus*, pelo tempo decorrido entre as duas leituras.

O gradiente térmico ( $G_L$ ) foi obtido para cada posição a partir da equação [4], onde foi feita a razão entre a taxa de resfriamento do ponto especifico e a velocidade da isoterma *liquidus* desse mesmo ponto em questão.

A Figura 3-8 apresenta um resumo, bem como, um esquema de como todas as obtenções das variáveis térmicas.



Figura 3-8 - Esquema representativo de obtenção das variáveis térmicas.

### 3.7 ANÁLISE MACRO E MICROESTRUTURAL

Com o fim do processo de solidificação, os lingotes foram divididos em várias amostras e utilizadas, posteriormente, para a caracterização microestrutural e mecânica da liga. A Figura 3-9, traz o esquema dos cortes realizados nos lingotes e indica para quais fases das análises, cada corpo de prova produzido, foi utilizado.



Figura 3-9 - Esquema ilustrativo da sequência de fatiamentos necessários para as análises microestrutural e mecânica.

Os cortes foram realizados em uma cut-off de precisão, de marca Struers, modelo Secotom 15, com resfriamento no corte, e disco de corte de 0,8 mm de espessura. A partir dos cortes longitudinais do lingote, o centro do lingote foi separado, fez-se então o lixamento manual do mesmo, com a utilização de lixas d'água, com a seguinte sequência granulométrica: 220, 400, 600, 800, 1200 e 2500 µmesh.

Após o lixamento, foi realizado o ataque químico, indicado pelo ASM Metals Hanbook, com reagente químico Flick, que foi espalhado uniformemente na superfície lixado, e deixado atuar por 30 segundos, e depois a peça foi lavada em água corrente. Com a metalografia da macroestrutura feita, foi realizado o corte de três amostras do centro do lingote, onde uma delas foi destinada as análises químicas, outra à análise do espaçamento dendrítico primário e/ou celular e a terceira parte foi destinada a análise do espaçamento dendrítico secundário.

Para a análise microestrutural as amostras foram cortadas como mostrado nas figuras 3-10 e 3-11, nas alturas dos termopares para a análise do espaçamento primário, e em duas partes para a análise da microestrutura secundaria. Após cortadas as amostras foram embutidas em resina epóxi para facilitar o manuseio durante o lixamento e polimento.



Figura 3-10 - Representação esquemática dos cortes feitos para a quantificação dos espaçamentos primários.(Dantas 2014, adaptado)



Figura 3-11 - Representação esquemática dos cortes feitos para a quantificação dos espaçamentos secundários.(Dantas 2014, adaptado)

O lixamento foi realizado em uma politriz, utilizando lixas d'águas, com a seguinte sequencia granulométrica: 220, 400, 600, 800, 1200 e 2500 µmesh. Após o lixamento, foi feito polimento utilizando pano de polimento e alumina de 0,3 microns.

Após o polimento foi realizado o ataque químico para revelar a microestrutura, indicado pelo ASM Metals Hanbook, com o reagente Murakami's. As peças foram imersas por 1 minuto no reagente e após isso foram lavadas com água corrente. Após o ataque químico, foram realizadas análises microestruturais, para averiguação do refino da estrutura a partir dos espaçamentos dendríticos/celulares e análise da composição das amostras.

As análises dos espaçamentos dendríticos foram feitas utilizando um microscópico ótico, onde foram medidos as distâncias de  $\lambda_c$ ,  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ , no intuito de avaliar-se a influência da concentração de tungstênio sobre a microestrutura, e posteriormente esses dados foram avaliados em conjunto com os resultados das análises mecânicas. O método utilizado para as medições dos espaçamentos primários foi o modelo proposto por GÜNDÜZ; ÇADIRLI (2002), em que aplica-se o critério da vizinhança, onde o valor do espaçamento é dado pela média da distância entre os centro de três dendritas/células vizinhas, como mostrado na Figura 3-12a e 3-12b. Os espaçamento secundários foram medidos pelo método da interceptação, em que mediu-se o espaçamento entre os centros dos braços subsequentes, como mostrado na Figura 3-12c . Para cada posição analisada o resultado relatado foi a média de 50 aferições realizadas, juntamente ao desvio padrão encontrado.



Figura 3-12 - Esquema representativo da técnica utilizada para quantificar os espaçamentos interdendríticos: (a) secção transversal de uma estrutura celular para quantificação de  $\lambda$ 1; (b) seção transversal de uma estrutura dendrítica para quantificação de  $\lambda$ 1; (c) seção longitudinal de uma estrutura dendrítica para medição de  $\lambda$ 2.(Dantas 2014, adaptado)

As análises de topografia foram realizadas através de um microscópio eletrônico de varredura (MEV), bem como o teste de EDS, que avaliou qualitativamente a composição química das amostras e a presença de intermetálicos.

### 3.8 EDX E DRX

Da mesma forma mostrada na Figura 3-10 as amostras foram seccionadas e antes de serem enviadas para a análise química passaram por um banho de ultrassom. A primeira análise feita foi o Espectrômetro de Fluorescência de Raios X por Energia Dispersiva, EDX, utilizando um equipamento de marca Shimadzu, modelo EDX 720HS. Após os resultados obtidos, as amostras passaram novamente pelo banho de ultrassom e posteriormente enviadas para a realização do DRX que fora realizado pelo equipamento de marca Bruker, modelo Smart Apex II, onde adotou-se como parâmetros uma gama de ângulos de difração que variaram de 20° a 120°, com passo angular de 0,05° e com tempo de contagem por ponto igual a 2,4s.(Coutinho 2018)

Ambas análises foram realizadas pela central analítica do instituto de química da Universidade de Brasília (CAIQ), supervisionadas e laudadas pelo técnico responsável do laboratório.

### 3.9 ENSAIO DE MICRODUREZA

O ensaio de microdureza consiste em uma microendentação feita na peça, que após dimensionada, permite a obtenção do valor da microdureza. O ensaio de microdureza Vickers foi realizado com o equipamento de marca Emco Test, modelo DuraScan 20. As amostras embutidas, após terem sua superfície limpas através do banho de ultrassom, foram levadas para o ensaio de microdureza, onde foram feitas 20 endentações em cada amostra, amostras essas que são referentes às alturas dos termopares no lingote.

No ensaio adotou-se a norma ASTM E384, e foram utilizadas cargas de 50gf e 500gf, com tempo de aplicação total de 15 segundos.

#### 3.10 ENSAIO SONELASTIC

O ensaio não destrutivo Sonelastic é uma técnica de excitação por impulso, não destrutivo, que tem o intuito de caracterizar os módulos de elasticidades dinâmicos, bem como, e o fator de amortecimento dos materiais através da análise das frequências naturais de vibração. Tem-se que o fator de amortecimento é o mecanismo responsável por reduzir as amplitudes das oscilações de um sistema, em que há conversão da energia cinética em energia sonora e energia térmica.

Neste ensaio o material a ser estudado sofre uma excitação mecânica, em sua região central, consequentemente um som é emitido pelo corpo de prova e é captado por um microfone e analisado por um software especifico, que faz a analise desta resposta acústica, que é composta pelas frequências naturais vibratórias do material, que são proporcionais ao modulo elástico do material, e o decaimento dessa resposta acústica está relacionada ao amortecimento do material. A Figura 3-13 mostra como a resposta acústica é captada e analisada pelo software de análise.(Coutinho 2018; Carvalho 2017; Gomes 2013)



Figura 3-13 - Princípio básico de funcionamento do Sonelastic®.(Carvalho 2017)

Os corpos de prova foram usinados para que todos ficassem em formato cilíndrico, como mostra o desenho técnico da figura 3-14, todos foram lixados com lixas d'água, passando pelas lixas de 220, 400, 600, 800 e 1200 µmesh.



Figura 3-14 - Desenhos tridimensional e técnico do corpo de prova para realização do ensaio Sonelastic.

O próximo passo foi realizar a pesagem dos corpos de prova, bem como, fazer a medição dos comprimentos e diâmetros dos mesmos. Cada corpo de prova foi pesado e medido dez vezes, obtendo o resultado a partir da média dos valores aferidos, além de indicar o desvio padrão para cada medida.

O equipamento utilizado para a realização do ensaio Sonelastic, foi o da marca ATCP Engenharia Física, e foram seguidas as recomendações da norma ASTM E1876-09. O equipamento foi utilizado no modo de aquisição automático e na análise "Single Flexural", em que os dados de entrada se resumem ao coeficiente de Poisson do material, em que foi adotado 0,33 por ser o valor do alumínio puro, o peso do corpo de prova, o comprimento e o diâmetro, todos esses valores com seus respectivos desvios padrões. Para cada corpo de prova realizou-se dez ensaios.

### 3.11 ENSAIO DE TRAÇÃO

Após os corpos de provas serem submetidos ao ensaio Sonelastic, foram novamente usinados para chegarem a forma correta para serem submetidos ao ensaio de tração, a Figura 3-15, mostra o desenho e as medidas do corpo de prova.



Figura 3-15 - Desenho técnico dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.

Os ensaios foram realizados de forma monotônica, utilizando um extensômetro, de marca MTS, para controle da deformação, como mostrado na Figura 3-16. Todos os corpos de prova foram ensaiados até a ruptura total. Foram adotadas as normas ASTM E8/E8M, para as realizações do ensaio. A máquina utilizada no ensaio foi da marca MTS, com célula de carga de 5 KN.



Figura 3-16 - Realização do ensaio de tração, com auxílio de extensômetro.

# 4. **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Nesse capítulo serão apresentados todos os resultados obtidos nos ensaios aos quais as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W foram submetidas.

## 4.1 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO DAS LIGAS - EDX

As amostras seccionadas nas alturas dos termopares foram submetidas ao ensaio de EDX e obteve-se os resultados apresentados nas tabelas 4.1, 4.2 e 4.3.

Tabela 4-1 - Resultado EDX para a liga Al0,4%W.

Liga Al0,4%W								
Posição (mm)								
Elemento	5,00	9,00	12,30	16,00	21,00	26,30	34,00	
Al (%)	99,875	99,831	99,825	99,875	99,881	99,843	99,866	
W (%)	0,125	0,169	0,175	0,125	0,119	0,157	0,134	

Tabela 4-2 - Resultado EDX para a liga Al0,8% W.

_	Liga Al0,8%W								
	Posição (mm)								
	Elemento	3,60	7,00	11,00	13,90	17,30	24,80	32,10	
	Al (%)	98,356	99,820	99,813	99,814	99,735	99,781	99,841	
	W (%)	1,644	0,180	0,187	0,186	0,265	0,219	0,159	

Tabela 4-3 - Resultado EDX para a liga Al0,8%W.

Liga Al1,2% W								
Posição (mm)								
Elemento	2,24	6,00	12,61	15,73	19,00	25,70	33,50	
Al (%)	96,135	99,740	99,707	99,727	99,754	99,731	99,773	
W (%)	3,865	0,260	0,293	0,273	0,246	0,269	0,227	

Percebe-se que para a liga Al0,8% W e Al1,2% W as concentrações de tungstênio são bem elevadas, na primeira posição, chegando em 1,6% e 3,8% respectivamente. Porém para as demais posições a concentração de tungstênio, para as três ligas, é bem similar, com variação média de 0,1%, alcançando um patamar máximo de 0,3%.

Levando em conta que a literatura afirma que a solubilidade do tungstênio é de 0,15% em 650 °C, e que a todo momento antes do início da solidificação a temperatura estava minimamente 5% maior que 650 °C, possivelmente a solubilidade deve ter aumentado, explicando os valores encontrados para as posições dos lingotes, exceto a primeira.

Em relação à diferença entre os valores encontrados nas análises EDX e os valores nominais de tungstênio da liga, pode se supor que a retirada da camada de óxido formada no cadinho, antes da liga ser vertida na lingoteira, pode ter mudado as concentrações da liga, pois não há nenhum dado que permita saber as proporções de alumínio e tungstênio que estavam atreladas à camada de óxido retirada.

As concentrações encontradas nas ligas Al0,8% W e Al1,2% W, na primeira posição, possivelmente podem ser relativas a formação de intermetálico Al<sub>5</sub>W, pois a temperatura que estavam antes da solidificação, por volta de 680°C a 690°C, a concentração de tungstênio das ligas 0,8% e 1,2%, e observando o diagrama de fases da Figura 2-2, tem se a presença de fase líquida mais uma fase sólida de Al<sub>5</sub>W, e isso pode vir a ser o motivo que fez a concentração de tungstênio fosse tão maior na primeira posição do que nas outras posições.

Outra suposição que deve ser levantada é que a concentração de tungstênio nas regiões mais próximas à chapa molde, se devem, a elevada diferença de densidades entre o alumínio e o tungstênio, sendo o tungstênio quase 9 vezes mais denso que o alumínio.

### 4.2 DETERMINAÇÃO DAS VARIÁVEIS TÉRMICAS

Foram solidificadas três ligas, e para cada uma obteve-se as curvas de resfriamento, contando com sete termopares para a aquisição de dados. Mediante as curvas de resfriamento foi possível determinar as variáveis térmicas, bem como, a função da posição da isoterma *liquidus*.

#### 4.2.1 Curvas de resfriamento

Com os dados aferidos pelos termopares, que foram posicionados em posições especificas a partir da chapa molde, foi possível traçar as curvas de resfriamentos das três

ligas. As figuras 4.2, 4.3 e 4.4 mostram as curvas de resfriamento experimentais das ligas, Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W, respectivamente.



Figura 4-1 - Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior da lingoteira na solidificação da liga Al0,4% W.



Figura 4-2 - Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior da lingoteira na solidificação da liga Al0,8% W.



Figura 4-3 - Curva de resfriamento correspondente aos termopares posicionados no interior da lingoteira na solidificação da liga Al1,2% W.

É notável que as três curvas de resfriamento evidenciam um comportamento comum, que quanto mais distante da chapa molde, maior será o tempo registrado para que ocorra a passagem pela isoterma *liquidus*.

### 4.2.2 Tempo de passagem da isoterma *liquidus* e função posição

A partir das curvas de resfriamento pode se obter, para cada liga, pares ordenados posição x tempo, tempo esse referente a interceptação da curva de resfriamento com a isoterma da temperatura *liquidus*, como mostra a Figura 4-4.



Figura 4-4 - Posição da isoterma *liquidus* a partir da chapa-molde em função do tempo, para as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W.

Nota-se em todas as três curvas a tendência de que quanto mais afastado a posição em relação a chapa molde, maior é o tempo necessário para a passagem da isoterma *liquidus*, como relatado por Coutinho 2018, Gomes 2013 e Dantas 2014.

Outra constatação importante é a de que as adições de tungstênio nas ligas Al-W estudadas adiantam a passagem da isoterma *liquidus*, o efeito contrário foi previsto por Canté 2009 e gomes 2013 para ligas Al-Ni. Um possível motivo desse efeito inverso pode ser a

elevada densidade do tungstênio, que como foi mostrado no EDX, a uma grande concentração de tungstênio junto à chapa molde, quando comparada as posições superiores, e esse tungstênio acumulado pode ter exercido um papel de agente nucleante durante o processo de solidificação, fazendo com que a solidificação se desse de maneira mais rápida.

Com os pontos das curvas pode-se definir equações de comportamentos da Posição da isoterma *liquidus* em função do tempo de passagem para cada liga, como mostrado no canto inferior direito da Figura 4-4, uma função do tipo  $P_L(t_L) = a^*t_L^b$ , gerando assim três equações, fundamentais para determinação da velocidade (V<sub>L</sub>).

#### 4.2.3 Velocidade da isoterma liquidus

Com as equações da posição definidas, foi possível obter a função representativa para a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* de cada liga, como mostra a Figura 4-5, e apontar os pontos Velocidade X Posição, através das derivadas das funções posição.



Figura 4-5 - Evolução da velocidade da isoterma *liquidus*, em função da posição, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W.

É possível notar que os gráficos se comportam como previsto na literatura, na parte em que, quanto mais distante da chapa molde, menor será a velocidade de solidificação.

Porém quanto ao teor de soluto, Cante 2009 e Dantas 2014 observaram que o aumento do teor de soluto gera uma menor velocidade de solidificação, fenômeno oposto ao apresentado na Figura 4-5, isto pode ser devido a presença de partículas, mesmo que em pequena quantidade, de Al<sub>5</sub>W sólido, antes mesmo da solidificação se iniciar, como pode-se observar na Figura 2-2, em que na faixa de 680 °C – 700 °C, já há presença de intermetálico junto a fase líquida. Portanto, quanto maior teor de tungstênio, maior a presença do intermetálico de acordo com o diagrama de fases, e isso possivelmente provocou uma maior velocidade de solidificação.

As leis experimentais para a velocidade, para as três ligas, em função da posição relativa a chapa molde foram:

- Al0,4% W:  $V_L = 2,8185(P^{-0,287});$
- Al0,8% W:  $V_L = 2,9349(P^{-0,287});$
- Al1,2% W:  $V_L = 3,032(P^{-0,287})$ .

### 4.2.4 Taxa de resfriamento

A taxa de resfriamento das três ligas está representada na Figura 4-6, onde tem-se as três funções características para a Taxa em função da posição relativa a chapa molde.



Figura 4-6 - Taxa de resfriamento experimental em função da posição da isoterma *liquidus*, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W.

Como previsto pela literatura, pode-se observar que as taxas tendem a diminuir para posições mais afastadas da chapa molde, comportamento encontrado nas curvas experimentais das três ligas. (Dantas 2014; Coutinho 2018; Silva 2017)

Na Figura 4-6, é perceptível que para posições mais próximas a chapa molde a liga A11,2% W possui uma menor taxa que a Liga A10,8% W que é menor que a taxa da liga A10,4% W, para posições mais distantes há uma estabilização das taxas, mais o comportamento se inverte, porém, a diferença é bem pequena. Isso pode ser devido ao fato de que nas amostras de posições mais próximas à chapa molde, testadas no EDX, é bem evidente a diferença da presença de tungstênio entre as ligas, e possivelmente há a presença de intermetálico nas ligas A10,8% W e A11,2% W, o que pode influenciar na taxa, já para posições superiores, que provavelmente não apresentam intermetálico, as diferenças de concentração são relativamente pequenas, como pode ser observado nas tabelas Tabela 4-1, Tabela 4-2 e Tabela 4-3.

As leis experimentais para a taxa de resfriamento, para as três ligas, em função da posição relativa a chapa molde foram:

- A10,4%W:  $\dot{T} = 75,026(P^{-0,76});$
- Al0,8%W:  $\dot{T} = 37,012(P^{-0,76});$
- Al1,2%W:  $\dot{T} = 21,158(P^{-0,264})$ .

#### 4.2.5 Gradiente térmico

Os gradientes térmicos locais foram obtidos através da equação 7, por causa da impossibilidade de se obter essa variável experimentalmente. A Figura 4-7 apresenta o comportamento dos gradientes térmicos de cada liga, bem como, as funções características desses gradientes para cada liga.



Figura 4-7 - Gradientes térmicos locais versus Posições, para as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W.

Claramente pode-se observar a tendência da diminuição do gradiente térmicos em função do distanciamento da chapa molde (maiores valores da posição). Em outras palavras, tem-se que ao longo da solidificação, com o deslocamento da interface sólido/líquido, existe

uma queda da temperatura entre a fase sólida recém-formada e o material que ainda está líquido.

As leis experimentais para o gradiente térmico, par aas três ligas, em função da posição relativa a chapa molde foram:

- Al0,4% W:  $G_L = 50,677(P^{-0,601});$
- Al0,8% W:  $G_L = 20,037(P^{-0,733});$
- Al1,2% W:  $G_L = 21,657(P^{-0,454})$ .

### 4.3 MACROESTRUTURA

As Figura 4-8, 4-9 e 4-10 apresentam respectivamente as macroestruturas das ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W. As macroestruturas apresentadas estão livres de macroporosidades, o que se deve à utilização do argônio na desgaseificação do metal líquido antes da solidificação, pois como relatado por Dantas 2014, ligas de alumínio solidificadas unidirecionalmente que não passam por esse processo de desgaseificação apresentam uma alta incidência de poros.



Figura 4-8 - Macroestrutura da liga Al0,4% W.



Figura 4-9 - Macroestrutura da liga Al0,8% W.



Figura 4-10 - Macroestrutura da liga Al1,2% W.

Todas as macroestruturas apresentadas apresentam predominância da região colunar, é possível inferir também uma região coquilhada mais evidente na liga Al1,2% W do que nas outras duas ligas, que pode ter sido ocasionada devido à uma concentração maior de tungstênio na parte inferior do lingote do que nas outras ligas.

### 4.4 MICROESTRUTURAS

As figuras 4-11, 4-12 e 4-13 apresentam as microestruturas encontradas após a metalografia, na imagem tem-se a microestrutura longitudinal, e transversal associadas aos seus respectivos parâmetros térmicos, e espaçamentos. As imagens foram capturadas com um aumento de 200x.

Transversal ao fluxo		Longitudinal ao fluxo
HCC FLAIM	$\begin{array}{c} & \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ $	net Circum
ARCINE	$\begin{array}{c c} & Dendritica \\ Posição & 9,00 mm \\ V_L & 1,59 mm/s \\ T_L & 7,06 °C/s \\ G_L & 4,43 \\ C_{o  (W)} & 0,16 \% \\ \lambda_1 & 78,83 \ \mu m \end{array}$	пающин
Drugei ghar	$\begin{array}{c c} & Dendritica \\ Posição & 12,30 mm \\ V_L & 1,38 mm/s \\ T_L & 13,67 \ ^\circ C/s \\ G_L & 9,9 \\ C_{o \ (W)} & 0,17 \ \% \\ \lambda_1 & 11,06 \ \mu m \end{array}$	l (Köjim)
ARINTZUI	Dendrítica   Posição 16,00 mm   VL 1,28 mm/s   TL 10,21 °C/s   GL 7,92   C <sub>o (W)</sub> 0,12 %   λ1 126,3 μm	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1

Microestrutura Al0,4%W



Figura 4-11 - Microestruturas da liga Al0,4% W.

Transversal ao fluxo		Longitudinal ao fluxo
14 taun	$\begin{array}{c c} & Dendrítica \\ Posição & 3,60 mm \\ V_L & 2,03 mm/s \\ T_L & 15,31 \ ^{\circ}C/s \\ G_L & 7,54 \\ C_{o \ (W)} & 1,64\% \ \% \\ \lambda_c & 12,57 \ \mu m \end{array}$	idBggs
Lifophp	$\begin{array}{c c} & Dendritica \\ Posição & 7,00 mm \\ V_L & 1,65 mm/s \\ T_L & 15,05 \ ^\circ C/s \\ G_L & 9,08 \\ C_{o \ (W)} & 0,17 \ \% \\ \lambda_1 & 64,74 \ \mu m \end{array}$	s - 1900 m
	$\begin{array}{c c} & Dendrítica \\ Posição & 11,00 mm \\ V_L & 1,43 mm/s \\ T_L & 3,44 \ ^{\circ}C/s \\ G_L & 2,39 \\ C_{o \ (W)} & 0,18 \ ^{\circ} \\ \lambda_1 & 135,07 \ \mu m \end{array}$	Teolum
iWojun	$\begin{array}{c c} & Dendrítica \\ Posição & 13,90 mm \\ V_L & 1,34 mm/s \\ T_L & 4,16 \ ^\circ C/s \\ G_L & 3,09 \\ C_{o \ (W)} & 0,18 \ \% \\ \lambda_1 & 138,33 \ \mu m \end{array}$	HOUP

#### Microestrutura Al0,8%W

a TUDIN	$\begin{array}{c} & \mbox{Celular} \\ \mbox{Posição} & 17,30 \mbox{ mm} \\ \mbox{V}_L & 1,25 \mbox{ mm/s} \\ \mbox{T}_L & 8,54 \ ^{\circ}C/s \\ \mbox{G}_L & 6,79 \\ \mbox{C}_o \ (W) & 0,26 \ \% \\  \lambda_c & 170,31 \ \mu m \end{array}$	TODUM
	$\begin{array}{c} & \mbox{Celular} \\ \mbox{Posição} & 24,80 \mbox{ mm} \\ \mbox{V}_L & 1,15 \mbox{ mm/s} \\ \mbox{T}_L & 3,11 \ ^{\circ}\mbox{C/s} \\ \mbox{G}_L & 2,69 \\ \mbox{C}_{o \ (W)} & 0,21 \ \% \\ \mbox{$\lambda_c$} & 185,83 \ \mu\mbox{m} \end{array}$	LikQues
	$\begin{array}{c} & Celular \\ Posição & 32,10 \mm \\ V_L & 1,07 \mm/s \\ T_L & 1,03 \ ^{\circ}C/s \\ G_L & 0,96 \\ C_{o \ (W)} & 0,15 \ \% \\ \lambda_c & 198,16 \ \mu m \end{array}$	100µm

Figura 4-12 - Microestruturas da liga Al0,8% W.

Transversal ao fluxo	[	Longitudinal ao fluxo
LOCUL MAL	$\begin{array}{c c} & Dendrítica \\ \hline Posição & 2,24 mm \\ V_L & 2,09 mm/s \\ T_L & 16,75 \ ^\circ C/s \\ G_L & 7,98 \\ \hline C_{o \ (W)} & 3,86\% \ \% \\ \hline \lambda_1 & 7,16 \ \mu m \end{array}$	
	$\begin{tabular}{ c c c c } \hline Celular \\ Posição & 6,00 mm \\ V_L & 1,71 mm/s \\ T_L & 19,25 \ ^\circ C/s \\ G_L & 11,24 \\ C_{o \ (W)} & 0,25 \ \% \\ \lambda_c & 102,21 \ \mu m \end{tabular}$	All and a second se
	$\begin{array}{c c} & Dendrítica \\ Posição & 11,00 mm \\ V_L & 1,43 mm/s \\ T_L & 3,44 \ ^{\circ}C/s \\ G_L & 2,39 \\ C_{o \ (W)} & 0,18 \ \% \\ \lambda_1 & 135,07 \ \mu m \end{array}$	TLATEIguma
<b>BRRANN</b>	$\begin{tabular}{ c c c c } \hline Celular \\ \hline Posição & 15,73 mm \\ \hline V_L & 1,38 mm/s \\ \hline T_L & 14,07 \ ^{\circ}C/s \\ \hline G_L & 10,14 \\ \hline C_{o\ (W)} & 0,27 \ \% \\ \hline \lambda_c & 226,7 \ \mu m \end{tabular}$	

Microestrutura Al1,2%W



Figura 4-13 - Microestruturas da liga Al1,2% W.

Percebe-se a variação microestrutural entre as estruturas dendríticas e celulares, isso ocorre devido as variações de concentração, velocidade, gradiente térmico, condizendo com a literatura, como mostrado na Figura 2-29.

Com a medição dos espaçamentos intercelulares e interdendríticos foi possível estabelecer correlações entre espaçamento e variáveis térmicas. A Figura 4-14 mostra a relação entre o espaçamento e a posição em relação a chapa molde.



Figura 4-14 - Espaçamentos em função da posição relativa a chapa molde, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W.

É possível perceber que os espaçamentos microestruturais se tornam maiores quanto mais distantes da chapa/molde, ou seja, quanto maior a posição, menor o refino da microestrutura. Outra característica importante pôde ser inferida, que é que quanto o maior teor de tungstênio na liga menores são os espaçamentos, para as mesmas posições, porém vale ressaltar que esse comportamento tem menor notabilidade para posições mais afastadas da chapa molde, pelo fato das concentrações de tungstênios para as posições mais afastadas serem próximas, como visto nas tabelas 4-1, 4-2 e 4-3.

As leis experimentais para o espaçamento microestrutural em função da posição foram:

- Al0,4% W:  $\lambda = 13,909(P^{0,8043});$
- Al0,8% W:  $\lambda = 25,58(P^{0,6553});$

• Al1,2% W:  $\lambda = 32,617(P^{0,6311});$ 

A Figura 4-15 mostra a relação entre os espaçamentos microestruturais e a velocidade da solidificação, para as três ligas, Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W onde o comportamento das três se mostrou bem similar. As curvas características encontradas para as ligas, em termos de funções potenciais, apresentaram uma correlação acima de 0,8 (R<sup>2</sup> >0,8) para os pontos experimentais



Figura 4-15 - Espaçamentos microestruturais em função da velocidade da isoterma *liquidus*, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W.

Nota-se claramente que altas velocidades de solidificação proporcionam uma estrutura mais refinada, ou seja, espaçamentos microestruturais menores, a medida que a velocidade cai tem-se uma estrutura menos refinada, ou seja, espaçamentos maiores. Notouse também que o maior teor de tungstênio na liga, observando as curvas características, apresenta uma maior velocidade de solidificação, para um mesmo espaçamento microestrutural, o que pode estar ligado à presença de intermetálico ou não. As leis experimentais para o espaçamento microestrutural em função da velocidade foram:

- Al0,4% W:  $\lambda = \lambda = 253,41(V_L^{-2,529});$
- Al0,8% W:  $\lambda = 258,48(V_L^{-2,358});$
- Al1,2% W:  $\lambda = 385,74(V_L^{-2,373})$ .

A Figura 4-16 apresenta a correlação entre os espaçamentos microestruturais e as taxas de resfriamento para as três ligas. As curvas características encontras, a partir das funções potenciais, corroboram que quanto maiores as taxas de resfriamento menores são os espaçamentos microestruturais.



Figura 4-16 - Espaçamentos microestruturais em função da taxa de resfriamento, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W.

As leis experimentais para o espaçamento microestrutural em função da taxa de resfriamento foram:

- Al0,4% W:  $\lambda = 1143(\dot{T}^{-1,042});$
- Al0,8% W:  $\lambda = 225,56(\dot{T}^{-0,438});$
- Al1,2% W:  $\lambda = 2651,4(\dot{T}^{-1,183}).$

#### 4.5 ENSAIO DRX

A Figura 4-17 apresenta os resultados dos ensaios DRX analisados no intuito de caracterizar as fases cristalinas presentes na microestrutura das ligas. De acordo com as análises feitas e as comparações com trabalhos como o de Chen 2013 e Dercz 2010, foram identificadas nos resultados a presença de Al<sub>5</sub>W na microestrutura formada.(Zhang, Feng, and Akhtar 2017b; P. Chen, Luo, and Zhang 2013; Dercz and Piątkowski 2010)



Figura 4-17 - Resultado do ensaio de DRX, para as ligas Al0,4% W, Al0,8W e Al1,2% W.

Vale ressaltar que os dados cristalográficos do alumínio, do tungstênio e das fases formadas por esses materiais, apresentam muita semelhança, criando assim, na análise, pontos que podem corresponder a mais de um elemento, gerando uma imprecisão na determinação dos picos.

### 4.6 OCORRÊNCIA DE INTERMETÁLICOS E ANÁLISE MEV

Com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura foram analisadas amostras das três ligas, Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W e encontrou-se presentes intermetálicos nas ligas Al0,8%W e Al1,2%W, como apresentado na Figura 4-18.



Figura 4-18 - Presença de intermetálico na primeira posição das ligas: A) Al0,8%W; B) Al1,2%W.

Os intermetálicos se apresentam na forma de bastonetes, na liga AL0,8% W eles estão mais dispersos e em menor quantidade quando comparado com a liga Al1,2% W que apresenta bastonetes menores, porém, em maior quantidade e aglomerados em vários pontos, como pode-se ver na Figura 4-19, que estão na mesma escala, e são referentes a alturas similares.





Figura 4-19 - Distribuição dos intermetálicos na primeira posição das ligas: A) Al0,8%W; B) Al1,2%W.

Vale ressaltar que esses intermetálicos só foram encontrados nas posições mais próximas a chapa molde, menores que 5 mm. A Figura 4-20 apresenta a análise do MEV de um desses intermetálicos.



Figura 4-20 - Resultado da análise EDS no microscópio eletrônico de varredura, no intermetálico.

Os valores indicados de porcentagem mássica desse intermetálico foram de 16,55% de tungstênio, bem próximos a faixa apontada por Lassner (1999) para o intermetálico  $Al_5W$  que contempla uma faixa de porcentagem mássica de tungstênio entre 16,7% e 18,0%, podese então inferir que o intermetálico encontrado é o  $Al_5W$ .(Lassner and Schubert 1999)

### 4.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS

### 4.7.1 Microdureza

Após a realização do ensaio de dureza foi possível estabelecer relações entre as durezas aferidas com os espaçamentos referentes aos locais de medição, sendo assim, como fora discutido na revisão, através do equacionamento tipo Hall Petch foi possível estabelecer a dependência entre a microdureza e os espaçamentos microestruturais.

Vale ressaltar que relação estabelecida é linear e correlaciona a microdureza e o espaçamento microestrutural elevado a menos 0,5 ( $\lambda^{-1/2}$ ), com isso, foi possível determinar os coeficientes H<sub>o</sub> e K, através de regressão linear. As funções obtidas, bem como, o gráfico que compara o comportamento das três ligas é apresentado na Figura 4-21.



Figura 4-21 - Evolução dos valores da microdureza em função do espaçamento microestrutural, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W.

Notou-se que para as três ligas, quanto menor é o espaçamento microestrutural maior é a microdureza, o que vai de encontro com a literatura, que preconiza o aumento da dureza em função do refino da microestrutura. (Coutinho 2018; Carvalho 2017). Vale ressaltar que para espaçamentos maiores, quando levado em conta os desvios padrões, tem-se quase uma igualdade entre as medidas, sempre ressaltando que as concentrações de tungstênio encontradas nas amostras de posições mais distantes do lingote.

Pode-se notar também uma influência no teor de tungstênio na microdureza, porém tem-se que levar em conta a presença do intermetálico. A liga Al0,4% W, que não apresentou intermetálico, apresentou a microdureza mais baixa em comparação as outras ligas.

Já a liga Al0,8%W apresentou um perfil de microdureza mais elevado que a liga Al1,2%W, porém nas medições feitas, ao se realizar o ensaio de microdureza da Liga Al0,8%W, a endentação muitas vezes ocorreu em lugares com a presença de intermetálicos (Presente somente em posições inferiores a 6 mm) pois esses eram dispersos, portanto influenciando diretamente nas medidas. Já na liga Al1,2%W foi possível realizar medidas da dureza separadamente do intermetálico, pois estes estavam aglomerados em vários pontos, e somente da matriz, onde foi observado que o intermetálico Al5W possui uma dureza muito superior à da matriz, como é possível ver na Figura 4-21. Portanto se fosse levado em conta os valores da microdureza do intermetálico da liga Al1,2%W a sua curva característica de microdureza seria maior que da liga Al0,8%W.

Vale lembrar que para espaçamentos maiores, quando levado em conta os desvios padrões, tem-se quase uma igualdade entre as medidas de microdureza, sempre ressaltando que as concentrações de tungstênio encontradas nas amostras de posições mais distantes da chapa molde, que apresentaram maiores espaçamentos, são muito similares, como demonstrado pela análise EDX.

As leis experimentais que correlacionam o espaçamento e a microdureza, por meio da equação de Hall Petch foram:

- Al0,4%W: HV =  $25,577 + 20,117(\lambda^{-1/2});$
- Al0,8%W: HV =  $25,201 + 96,377(\lambda^{-1/2})$ ;
- Al1,2%W: HV =  $23,393 + 79,810(\lambda^{-1/2})$ .

#### 4.7.2 Sonelastic

Para a realização do ensaio Sonelastic, como explicado no cápitulo de materiais e métodos, foram confeccionados corpos de prova, que por possuírem um diâmetro de 8 mm, correspondem não apenas a uma posição, relativa à chapa molde, e sim a uma região. Temos então no ensaio as regiões 2,0mm – 10,0mm, 14,0mm – 22,0mm, 26,0mm – 34,0mm e 38,0mm – 46,0mm. Os resultados encontrados para o módulo de elasticidade e a frequência de amortecimento são apresentados nas Tabela 4-4, Tabela 4-5 e Tabela 4-6.

Al0,4%W							
Altura	E flex (GPa)	Desv. Pad.	Fator Amortecimento	Desv. Pad.			
2,0-10,0 mm	69,16	2,23	0,000071	0,000014			
14,0-22,0 mm	69,84	3,72	0,000093	0,000007			
26,0-34,0 mm	71,24	1,51	0,000117	0,000014			
38,0-46,0 mm	71,32	1,04	0,000123	0,000047			

Tabela 4-4 - Módulo de elasticidade dinâmico (E) e frequência de amortecimento em relação a posição dos termopares, para a liga Al0,4%W.

Tabela 4-5 - Módulo de elasticidade dinâmico (E) e frequência de amortecimento em relação a posição dos termopares, para a liga Al0,8% W.

Al0,8%W								
Altura	E flex (GPa)	Desv. Pad.	Fator Amortecimento	Desv. Pad.				
2,0-10,0 mm	69,83	0,79	0,000392	0,000055				
14,0-22,0 mm	65,22	2,23	0,000349	0,000110				
26,0-34,0 mm	71,40	6,30	0,000414	0,000034				
38,0-46,0 mm	67,98	3,93	0,000335	0,000054				

Tabela 4-6 - Módulo de elasticidade dinâmico (E) e frequência de amortecimento em relação a posição dos termopares, para a liga Al1,2%W.

Al1,2%W						
Altura	E flex (GPa)	Desv. Pad.	Fator Amortecimento	Desv. Pad.		
2,0-10,0 mm	69,77	1,08	0,000513	0,000131		
14,0-22,0 mm	66,70	0,99	0,000423	0,000218		
26,0-34,0 mm	69,03	0,77	0,000347	0,000154		
38,0-46,0 mm	69,85	3,29	0,000334	0,000121		

Para o módulo de elasticidade dinâmico não foi possível encontrar nenhuma correlação quanto a altura ou a concentração de tungstênio na liga, uma vez que o comportamento dos resultados se mostrou aleatório e com erros que não permitem fazer inferências sobre as diferenças encontradas.

Já para o fator de amortecimento notou-se que há uma leve tendência que quanto mais afastado da chapa molde, ou seja, maior espaçamento microestrutural, tem-se um menor fator de amortecimento, mas novamente, devido aos altos desvios padrões, não é possível fazer inferências mais claras. Notou-se também, mais claramente, que quanto o maior teor de tungstênio da liga, maiores foram os fatores de amortecimento, ou seja, a liga Al1,2%W apresentou fatores de amortecimento maiores que da liga Al0,8%W, que por sua vez, apresentou fatores de amortecimento maiores que da liga Al0,4%W.

Uma das possíveis explicações dos altos desvios padrões encontrados pode ser o fato dos corpos de provas comparados em uma mesma posição, em termos de altura, são de posições horizontais diferentes, quando cada CP é analisado separadamente, menores desvios foram constatados. A Figura 4-22 apresenta a análise esquemática dos CP's da liga Al1,2%W, mostrando os valores de módulo elástico dinâmico e a frequência utilizada no cálculo do amortecimento para cada CP.

	A .	(	CP 21	C	P 22	CP 23	C	P 24	C	P 25
	Λ	73,03	± 0,44 GPa	71,24	± 0,10 GPa		69,79	±0,02 GPa	65,33	± 0,25 GPa
	Π	4792,10	± 14,33 Hz	4418,20	± 3,07 Hz		4393,10	±0,49 Hz	3317,40	± 6,29 Hz
ãõ		(	CP 31	C	P 32	CP 33	C	P 34	C	P 35
osi i	1	68,35	± 0,45 GPa	69,28	± 0,08 GPa		68,49	±0,05 GPa	70,00	± 0,08 GPa
ap	_ בק	5414,50	± 17,92 Hz	5014,60	± 3,03 Hz		3843,10	± 1,45 Hz	5357,60	± 3,25 Hz
to d		(	CP 41	C	P 42	CP 43	С	P 44	C	P 45
len		67,84	± 0,49 GPa	66,20	± 0,14 Gpa		66,07	±0,02 GPa		
Aun		5273,80	± 18,92 Hz	4607,40	± 5,06 Hz		4349,10	±0,71 Hz		
4		(	CP 51	CP 52		CP 53	С	P 54	C	P 55
		68,75	± 0,03 GPa	68,92	± 0,13 GPa		70,74	± 0,56 GPa	70,66	±0,01 GPa
Cha	ma mold	5389,60	± 1,03 Hz	5275,70	± 5,25 Hz		3398,30	± 13,49 Hz	5197,30	± 0,46 Hz
Juc	ipa moia	<u> </u>								

CP's não ensaiados

Figura 4-22 - Análise completa de todos os CP's da liga Al1,2% W, no ensaio Sonelastic.

#### 4.7.3 Tração

Da mesma forma que acontece no ensaio de Sonelastic, tem se que o corpo de prova ensaiado na máquina de tração, não faz referência a uma posição especifica e sim a uma região. Como fora mencionado os ensaio de tração contaram com a utilização de um extensômetro, que acompanhou o experimento até uma deformação de 15%, após essa deformação o extensômetro era retirado para evitar a sua quebra, e daí seguiu-se o experimento apenas com o acompanhamento do deslocamento. Na figura 4-23 temos um gráfico de tensão deformação de um dos CP's analisados. Vale ressaltar que todos os CP's tiveram deformações superiores a 15%.


Figura 4-23 - Gráfico Tensão x Deformação do CP 52 da liga Al1,2%W.

As tabelas 4-7, 4-8 e 4-9 apresentam os valores encontrados para o limite de escoamento para cada liga.

Tabela 4-7 - Limite de escoamento em relação a região do CP, para a liga Al0,4% W.

	Al0,4%W	
Região	Limite Escoamento (MPa)	Desv. Pad.
3,5-8,5 mm	42,02	0,25
15,5-20,5 mm	40,74	0,72
27,5-32,5 mm	40,30	0,16
39,5-44,5 mm	39,60	0,18

Tabela 4-8 - Limite de escoamento em relação a região do CP, para a liga Al0,8% W.

	Al0,8%W	
Região	Limite Escoamento (MPa)	Desv. Pad.
3,5-8,5 mm	58,06	2,88
15,5-20,5 mm	50,80	0,18
27,5-32,5 mm	48,64	1,80
39,5-44,5 mm	44,31	0,72

	Al1,2%W	
Região	Limite Escoamento (MPa)	Desv. Pad.
3,5-8,5 mm	52,12	2,51
15,5-20,5 mm	50,52	1,23
27,5-32,5 mm	46,50	8,13
39,5-44,5 mm	49,15	1,08

Tabela 4-9 - Limite de escoamento em relação a região do CP, para a liga Al1,2% W.

Estabelecendo que o centro de cada região é a posição relativa a propriedade encontrada e Utilizando a equação característica do espaçamento em função da posição, encontradas na Figura 4-14, podemos estabelecer a relação entre o espaçamento e o limite de escoamento, gerando o gráfico apresentado na Figura 4-244, permitindo que se utilize Hall Petch para estabelecer a relação característica de cada liga, entre o espaçamento e o limite de escoamento.



Figura 4-24 - Evolução dos valores do limite de escoamento em função do espaçamento microestrutural, para as ligas Al0,4% W, Al0,8% W e Al1,2% W.

Nota-se um comportamento de que quanto menor o espaçamento microestrutural maior será o limite de escoamento. Pode-se inferir também, sobre o gráfico que a maior concentração de tungstênio nas ligas fez com que se aumentasse o limite de escoamento, porém, entre a liga 0,8% e 1,2% esse comportamento se altera após certo ponto, esse fenômeno pode ter a ver com a distribuição dos intermetálicos, na liga 0,8% eles se encontram dispersos enquanto na liga 1,2% eles se concentram em determinadas regiões, sempre ressaltando que os intermetálicos só estão presentes em posições menores que 6 mm.As leis experimentais que correlacionam o espaçamento e o limite de escoamento, por meio da equação de Hall Petch foram:

- Al0,4%W:  $\sigma_e = 37,96 + 31,622(\lambda^{-1/2});$
- Al0,8%W:  $\sigma_e = 31,513 + 229,9(\lambda^{-1/2});$
- Al1,2%W:  $\sigma_e = 43,038 + 92,181(\lambda^{-1/2})$ .

O mesmo procedimento realizado para obtenção da relação entre o espaçamento e o modulo elástico pode ser adotado para o limite de resistência a tração, sendo assim as tabelas 4-10, 4-11 e 4-12 apresentam os valores do limite de resistência a tração para cada região.

Tabela 4-10 - Limite de resistência a tração em relação a região do CP, para a liga Al0,4% W.

	Al0,4%W	
Região	Limite Resistencia a Tração (MPa)	Desv. Pad.
3,5-8,5 mm	77,97	1,22
15,5-20,5 mm	67,02	4,45
27,5-32,5 mm	67,70	2,34
39,5-44,5 mm	66,21	1,24

Tabela 4-11 - Limite de resistência a tração em relação a região do CP, para a liga Al0,8% W.

	Al0,8%W	
Região	Limite Resistencia a Tração (MPa)	Desv. Pad.
3,5-8,5 mm	96,14	0,84
15,5-20,5 mm	86,64	3,68
27,5-32,5 mm	84,67	0,26
39,5-44,5 mm	68,20	1,90

	Al1,2%W	
Região	Limite Resistencia a Tração (MPa)	Desv. Pad.
3,5-8,5 mm	88,21	1,84
15,5-20,5 mm	87,32	3,91
27,5-32,5 mm	76,80	8,69
39,5-44,5 mm	79,61	2,06

Tabela 4-12 - Limite de resistência a tração em relação a região do CP, para a liga Al1,2% W.

Estabelecendo o mesmo método adotado para o limite de escoamento para a formulação do gráfico, e obtenção das equações, tem-se a Figura 4-255.



Figura 4-25 - Evolução dos valores do limite de resistência a tração em função do espaçamento celular/dendrítico, para as ligas Al0,4%W, Al0,8%W e Al1,2%W.

Foi possível observar, para os menores espaçamentos, que o limite de resistência a tração aumentou 23% da liga Al0,4% W para a liga Al0,8% W e de 13% para a liga Al1,2% W. Entre a liga Al0,8% W para a liga Al1,2W houve um decréscimo do limite de resistência a tração de aproximadamente 9%.

É possível inferir que quanto menor o espaçamento microestrutural maior será o limite de resistência a tração da liga, condizente com a literatura que afirma que o refinamento da microestrutura eleva o limite de resistência a tração. Quando observamos os resultados em busca da correlação com o teor de tungstênio das ligas, temos que o limite de resistência a tração aumenta com o aumento de tungstênio, porém a partir de um certo ponto, temos um comportamento diferente para as ligas Al0,8%W e Al1,2%W, pois o limite de resistência a tração passa a ser maior para a liga 0,8% em relação a liga 1,2%, isso, possivelmente se deve, a distribuição dos intermetálicos formados nas posições menores de 6 mm, pois na liga Al0,8%W os intermetálicos estão dispersos enquanto na liga 1,2% os intermetálicos estão aglomerados em alguns pontos.

As leis experimentais que correlacionam o espaçamento e o limite de resistência a tração, por meio da equação de Hall Petch foram:

- Al0,4%W:  $\sigma = 55,379 + 167,67(\lambda^{-1/2});$
- Al0,8%W:  $\sigma = 50,297 + 408,08(\lambda^{-1/2});$
- Al1,2%W:  $\sigma = 67,261 + 221,83(\lambda^{-1/2})$ .

## 5. CONCLUSÃO

Com a análise de todos resultados experimentais obtidos nesse trabalho, bem como, comparações e correlações realizadas, podem-se sugerir a respeito da liga estudada que:

- O Aumento de teor de soluto na liga, proporciona um aumento de tungstênio em posições próximas à chapa molde, menores a 6 mm, depois desta posição as ligas apresentam uma estabilidade de concentração na faixa de 0,3% de concentração de tungstênio;
- O aumento do teor de soluto proporcionou velocidades maiores na solidificação, provavelmente correlacionado com o aparecimento de intermetálicos junto a fase líquida antes da solidificação;
- Para todas as ligas, o afastamento da chapa molde faz com que ocorra a diminuição dos parâmetros térmicos, velocidade, taxa de resfriamento e gradiente térmico;
- A ocorrência de estruturas celulares e dendríticas fez se presente nas três ligas, destacando o fato que uma elevada concentração de tungstênio levou o aparecimento de estruturas dendríticas nas posições inferiores a 5 mm, nas ligas Al0,8%W e Al1,2%w quando comparadas a liga Al0,4%W.
- O aumento do teor de soluto é acompanhado de uma maior ocorrência do intermetálico Al<sub>5</sub>W, e influência na distribuição do intermetálico na liga, que passa de uma distribuição dispersa, para uma distribuição aglomerada, mais concentrada.
- Quanto mais refinada a microestrutura, ou seja, menores os espaçamentos dendríticos, maiores são os valores de microdureza, chegando a valores de 62 HV, na região com intermetálico da liga Al1,2% W, enquanto a liga Al0,4% W apresentou uma dureza máxima de 32 HV, gerando quase 100% de aumento da dureza.

- O refino da microestrutura proporciona maiores valores para o limite de escoamento, tendo em uma mesma liga um aumento de até 31% entre a região menos refinada para mais refinada. Entre as ligas houve uma variação de até 38% entre os maiores valores de limite de escoamento encontrados.
- O refino da microestrutura proporciona maiores valores para o limite de resistência a tração, tendo em uma mesma liga um aumento de até 40% entre a região menos refinada para mais refinada. Entre as ligas houve uma variação de até 23% entre os maiores valores de limite de escoamento encontrados.
- O aumento da concentração de soluto proporciona maiores valores do limite de escoamento e do limite de resistência a tração
- A distribuição dos intermetálicos quando dispersa proporciona melhores propriedades do limite de escoamento e do limite de resistência tração quando comparadas com uma distribuição mais aglomerada em pontos específicos.

## 5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Diante as análises desenvolvidas e nos resultados deste trabalho são sugeridas as seguintes abordagens:

- Analisar os comportamentos das ligas quanto a corrosão, verificando a influência do teor de soluto e dos espaçamentos dendríticos na corrosão;
- Estudos que analisem a formação e o comportamento do intermetálico, com o aumento de teor de soluto;
- Analisar mais composições de ligas que permitam estabelecer um padrão para um binário AlW, rico em alumínio;
- 4. Analisar a macrosegregação das ligas apresentadas.

## 6. **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- ABAL Associação Brasileira do Alumínio. 2007. *Fundamentos e Aplicações Do Aluminio*. São Paulo.
- Araujo, Igor Jefferson Cabral, Bismarck Luiz da Silva, José Eduardo Spinelli, and Amauri Garcia. 2011. "Evolution of Eutectic Spacing during Unidirectional Solidification of Al-Ni Alloys." *Materials Research* 14 (2): 268–73. https://doi.org/10.1590/S1516-14392011005000034.
- Bonk, Simon, Jan Hoffmann, Andreas Hoffmann, and Jens Reiser. 2018. "Cold Rolled Tungsten (W) Plates and Foils: Evolution of the Tensile Properties and Their Indication towards Deformation Mechanisms." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 70: 124–33. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.09.007.
- Bose, Animesh, Christopher A. Schuh, Jay C. Tobia, Nihan Tuncer, Nicholas M. Mykulowycz, Aaron Preston, Alexander C. Barbati, et al. 2018. "Traditional and Additive Manufacturing of a New Tungsten Heavy Alloy Alternative." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 73 (October 2017): 22–28. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.01.019.
- Brito, Crystopher. 2016. "ParâMetros Térmicos e Microestruturais Na Solidificação Transitória de Ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e Correlação Com Resistências MecâNica e à Corrosão." UNICAMP. https://www.researchgate.net/profile/Crystopher\_Brito/publication/301633016\_Param etros\_Termicos\_e\_Microestruturais\_na\_Solidificacao\_Transitoria\_de\_Ligas\_Al-Mg\_e\_Al-Mg-Si\_e\_Correlacao\_com\_Resist%5Cnhttps://drive.google.com/open?id=0B0fTxDBXtH ZMLTRVNzRMLXJG.
- Canté, Manuel V, José E Spinelli, Noé Cheung, and Amauri Garcia. 2010. "The Correlation Between Dendritic Microstructure and Mechanical Properties of Directionally Solidified Hypoeutectic Al-Ni Alloys" 16 (1): 39–49. https://doi.org/10.1007/s12540-010-0039-2.

- Carvalho, Rosimeire Silva. 2017. "A INFLUÊNCIA DO COBRE NAS MICROESTRUTURAS E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UMA LIGA AI 2 % Ni."
- Chen, Ding, Zhang Chen, Jianguo Cai, and Zhenhua Chen. 2008. "Preparation of W-Al Intermetallic Compound Powders by a Mechanochemical Approach." *Journal of Alloys and Compounds* 461 (1–2): 2007–9. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.07.058.
- Chen, Pingan, Guoqiang Luo, and L Zhang. 2013. "Fabrication of Al-W Functionally Graded Impact Material via Vacuum Hot- Pressing Sintering Method Fabrication of Al-W Functionally Graded Impact Material via Vacuum Hot-Pressing Sintering Method," no. March. https://doi.org/10.1088/1742-6596/419/1/012010.
- Cisse, J., H. W. Kerr, and G. F. Bolling. 1974. "NUCLEATION AND SOLIDIFICATION OF Al-Ti ALLOYS." *Metall Trans* 5 (3): 633–41. https://doi.org/10.1007/BF02644659.
- Coutinho, Maycol Moreira. 2018. "Correlação Entre as Propriedades MecâNicas e Microestruturais Da Liga Al0,4%Nb Em Diferentes Condições de Solidificação." Brasília, DF: Universidade de Brasília.
- Cruz, Kleber S, Elisangela S Meza, Frederico A P Fernandes, M V Quaresma, Luiz C Casteletti, and Amauri Garcia. 2010. "Dendritic Arm Spacing Affecting Mechanical Properties and Wear Behavior of Al-Sn and Al-Si Alloys Directionally Solidified under Unsteady-State Conditions." https://doi.org/10.1007/s11661-009-0161-2.
- Dantas, Patrícia Pereira. 2014. "Caracterização de Ligas Hipereutéticas de Al-Ni Solidificadas Unidirecionalmente." Universidade de Brasília.
- Dercz, G, and J Piątkowski. 2010. "Rietveld Quantitative and Structural Analysis of the Al-W Master Alloy for Silumina Modification" 163: 161–64. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.163.161.
- Ding, X. F., T. Mi, F. Xue, H. J. Zhou, and M. L. Wang. 2014. "Microstructure Formation in γ-Γ' Co-Al-W-Ti Alloys during Directional Solidification." *Journal of Alloys and Compounds* 599: 159–63. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.02.068.

- Elsebaie, Ossama, and Kevin M. Jaansalu. 2018. "A Study of the Manganese-tungsten Binary Phase Diagram." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 72 (June 2017): 332–40. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.01.006.
- Feng, Y. C., L. Geng, A. B. Li, and Z. Z. Zheng. 2010. "Fabrication and Characteristics of in Situ All2W Particles Reinforced Aluminum Matrix Composites by Reaction Sintering." *Materials and Design* 31 (2): 965–67. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.08.021.
- Fu, Hengzhi, and Xingguo Geng. 2001. "High Rate Directional Solidification and Its Application in Single Crystal Superalloys." Science and Technology of Advanced Materials 2 (1): 197–204. https://doi.org/10.1016/S1468-6996(01)00049-3.
- Garcia, Amauri. 2007. *Solidificação: Fundamentos e Aplicações*. 2<sup>a</sup>. Campinas, SP: Editora UNICAMP.
- Gomes, Rodrigo Cavalcanti Fabrino. 2013. "Caracterização Térmica e MecâNica de Ligas Hipoeutéticas de Alumínio- Níquel (Al-Ni)." Universidade de Brasília.
- Higashino, Shota, Masao Miyake, Hisashi Fujii, Ayumu Takahashi, and Tetuji Hirato. 2017.
  "Electrodeposition of Al-W Alloy Films in a 1-Ethyl-3-Methyl-Imidazolium Chloride-AlCl 3 Ionic Liquid Containing W 6 Cl 12." *Journal of The Electrochemical Society* 164 (4): D120–25. https://doi.org/10.1149/2.0131704jes.
- Höhlich, D., D. Wachner, M. Müller, I. Scharf, and T. Lampke. 2018. "Electrodeposition and Characterisation of Al-W Alloy Films from Ionic Liquid." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 373 (1). https://doi.org/10.1088/1757-899X/373/1/012007.
- Jiao, Zhenhua, Renke Kang, Zhigang Dong, and Jiang Guo. 2019. "Microstructure Characterization of W-Ni-Fe Heavy Alloys with Optimized Metallographic Preparation Method." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 80 (2018): 114–22. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.01.011.
- Kiran, U. Ravi, A. Panchal, M. Sankaranarayana, and T. K. Nandy. 2013. "Tensile and Impact Behavior of Swaged Tungsten Heavy Alloys Processed by Liquid Phase Sintering." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 37: 1–11.

https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2012.10.002.

- Lassner, Erik, and Wolf-Dieter Schubert. 1999. Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds. Vienna, Austria.
- Liu, Guohuai, Zhaodong Wang, Tianliang Fu, Yong Li, Haitao Liu, Tianrui Li, Meina Gong, and Guodong Wang. 2015. "Study on the Microstructure, Phase Transition and Hardness for the TiAl-Nb Alloy Design during Directional Solidification." *Journal of Alloys and Compounds* 650: 45–52. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.07.259.
- Marcelino, José, Dias Filho, and Rafael Hideo Kikuchi. 2015. "Influência Das Variáveis Térmicas Sobre Os Espaçamentos Dendríticos Terciários Durante a Solidificação Direcional Horizontal Da Liga Al-6 % Cu," 47–63.
- Moskal, Grzegorz. 2017. "Oxidation Performance of Co-Al-W and Co-Ni-Al-W New Type of y-y' Cobalt-Based Superalloys." *Inżynieria Materiałowa* 1 (4): 9–15. https://doi.org/10.15199/28.2017.4.2.
- Nikolić, Vladica, Stefan Wurster, Alan Savan, Alfred Ludwig, and Reinhard Pippan. 2017.
  "High-Throughput Study of Binary Thin Film Tungsten Alloys." *International Journal* of Refractory Metals and Hard Materials 69: 40–48. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.07.017.
- Palacios, T., M. A. Monge, and J. Y. Pastor. 2016. "Tungsten-Vanadium-Yttria Alloys for Fusion Power Reactors (I): Microstructural Characterization." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 54: 433–38. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2015.07.032.
- Ren, Chai, Z. Zak Fang, Mark Koopman, Brady Butler, James Paramore, and Scott Middlemas. 2018. "Methods for Improving Ductility of Tungsten - A Review." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 75 (April): 170–83. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.04.012.
- Rosa, Daniel Monteiro. 2007. "Estruturas Celulares , Transição Celular / Dendrítica e Estruturas Dendríticas Na Solidificação Unidirecional Transitória." UNICAMP.

Santos, Rezende Gomes dos. 2006. Transformações de Fases.

- Scapin, Martina. 2015. "Mechanical Characterization and Modeling of the Heavy Tungsten Alloy IT180." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 50: 258– 68. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2015.01.018.
- Schubert, W. D. 1992. "Aspects of Research and Development in Tungsten and Tungsten Alloys." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 11 (3): 151– 57. https://doi.org/10.1016/0263-4368(92)90057-9.
- Sidambe, A. T., Y. Tian, P. B. Prangnell, and P. Fox. 2019. "Effect of Processing Parameters on the Densification, Microstructure and Crystallographic Texture during the Laser Powder Bed Fusion of Pure Tungsten." *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 78 (July 2018): 254–63. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.10.004.
- Silva, José Ildon Saraiva. 2017. "Caracterização Microestrutural e MecâNica de Ligas Diluídas de Alumínio-Nióbio (Al-Nb)." Universidade de Brasília.
- Staab, T.E.M., P. Folegati, I. Wolfertz, and M.J. Puska. 2018. "Stability of Cu-Precipitates in Al-Cu Alloys." *Applied Sciences (Switzerland)* 8 (6): 1–13. https://doi.org/10.3390/app8061003.
- Takeyama, Mayumi, Takaaki Ichikawa, and Atsushi Noya. 1996. "Oxidation Behavior of A1-W Alloy Films Deposited on Cu as a Passivation Layer." *Thin Solid Films* 272 (1): 18–20. https://doi.org/10.1016/0040-6090(95)08250-6.
- Wang, Chan, Shuhua Liang, and Yihui Jiang. 2019. "In-Situ Fabrication and Characteristics of an Al4W/Al12W Composite Using Infiltration Method." *Vacuum* 160: 95–101. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.11.018.
- Xu, Yang Tao, Tian Dong Xia, Wen Jun Zhao, and Xiao Jun Wang. 2012. "Alloying Element Nb Effect on Microstructure of Co-Al-W Superalloy by Vacuum Arc Melting." *Applied Mechanics and Materials* 229–231 (November): 63–67. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.229-231.63.
- Zhang, Hanzhu, Peizhong Feng, and Farid Akhtar. 2017a. "Aluminium Matrix Tungsten Aluminide and Tungsten Reinforced Composites by Solid-State Diffusion Mechanism." Scientific Reports 7 (1). https://doi.org/10.1038/s41598-017-12302-w.