

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

**CORRELAÇÃO ENTRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS E  
MICROESTRUTURAS DA LIGA AL0,4%NB EM DIFERENTES  
CONDIÇÕES DE SOLIDIFICAÇÃO**

Autor: Maycol Moreira Coutinho  
Orientador: Daniel Monteiro Rosa

PUBLICAÇÃO: FGA.DM – 055A/2018

BRASÍLIA/DF: 01/2018



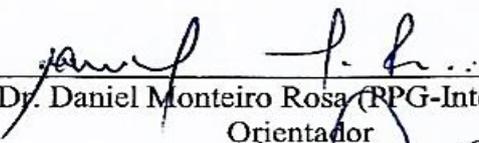
**Universidade de Brasília - UnB**  
**Faculdade UnB Gama – FGA / Faculdade de Tecnologia**  
**Programa de Pós-Graduação em Integridade de Materiais da Engenharia**

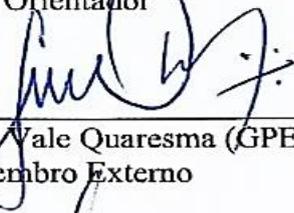
**Maycol Moreira Coutinho**

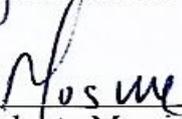
Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga Al0,4%Nb em diferentes condições de solidificação

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

Aprovado por:

  
Prof. Dr. Daniel Monteiro Rosa (RPG-Integridade/UnB)  
Orientador

  
Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma (GPEMAT/UFPa)  
Membro Externo

  
Prof. Dr. Cosme Roberto Moreira (ENM/UnB)  
Membro Externo

**BRASÍLIA, 22 DE FEVEREIRO DE 2018.**

#### FICHA CATALOGRÁFICA

MAYCOL MOREIRA COUTINHO

Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga Al0,4%Nb em diferentes condições de solidificação

2018, 89p., 201x297 mm

(FGA/FT/UnB, Mestre, Integridade de Materiais da Engenharia, 2018).  
Dissertação de Mestrado - Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama. Programa de Pós-Graduação em Integridade de Materiais da Engenharia.

1. Solidificação Unidirecional Ascendente
2. Ligas de AlNb
3. Microestrutura
4. Espaçamento Dendrítico
5. Ligas de Alumínio

#### REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

Coutinho, M. M (2018). Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga Al0,4%Nb em diferentes condições de solidificação. Dissertação de Mestrado em Integridade de materiais da engenharia, Publicação 055A/2018, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, DF, 89.p.

#### CESSÃO DE DIREITOS

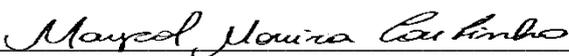
AUTOR: Maycol Moreira Coutinho

TÍTULO: Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga Al0,4%Nb em diferentes condições de solidificação.

GRAU: Mestre

ANO: 2018

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

  
\_\_\_\_\_  
Maycol Moreira Coutinho

## AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar a DEUS por ser a base das minhas conquistas.

Aos meus pais Sidnei Coutinho e Rosangela Coutinho, por acreditar e terem interesse em minhas escolhas, apoiando-me e esforçando-se junto a mim, para que eu suprisse todas elas.

Aos meus avós Antônio Coutinho e Genesi Coutinho por todo incentivo e carinho junto a essa caminhada.

À minha amiga, noiva e futura esposa Isabella Damascena, por acreditar e confiar, pelo incentivo e companheirismo durante a fase final do projeto.

À toda minha família que, com muito carinho e apoio, não mediram esforços para que eu chegasse até esta etapa da minha vida.

Ao professor Dr. Daniel Monteiro Rosa, pela dedicação em suas orientações prestadas na elaboração desta dissertação, me incentivando e colaborando no desenvolvimento de minhas ideias.

Ao professor Dr. Leonardo Ramos da Silveira, pela dedicação em suas orientações prestadas, me incentivando e colaborando no desenvolvimento de minhas ideias.

Aos alunos de mestrado, doutorado, amigos e engenheiros, Ildon Saraiva, Thiago Primo, Diego Carvalho, Rayssa Victor, Layse Diniz, Emerson Jesus, Vinicius Rocha, Guilherme Ferreira e Gustavo Reinke pelo companheirismo em todos os momentos.

À CAPES, DPG, Alcoa – Alumínio e a CBMM pelo apoio financeiro e de materiais durante a realização deste trabalho.

A todos os que de alguma forma contribuíram e apoiaram para o desenvolvimento e conclusão deste trabalho, como os técnicos-servidores e os professores da Universidade de Brasília.

*“O planeta pode sustentar as  
necessidades de todos, mas não a ambição  
dos mesmos”.*  
*(Ghandi).*

## RESUMO

A diversidade de materiais gera grandes desafios, visto que as ligas de alumínio são parte de importantes componentes estruturais, a adição de elementos de liga contribui para a melhoria de suas propriedades. O Brasil, tendo a maior jazida de produção de nióbio do mundo, e o alumínio sendo um material em constante estudos, devido as suas excelentes propriedades, o estudo sobre o nióbio em ligas de alumínio ainda é muito escasso. Sendo o sistema Al – Nb um importante sistema binário e como proposta para substituição das ligas a base Ni, o conhecimento do efeito do Nb e o estudo da influência das condições de solidificação é de suma importância. Com isso, o objetivo do trabalho é estudar a solidificação unidirecional ascendente da liga Al0,4%Nb em duas diferentes condições de solidificação, correlacionando com as variáveis térmicas, parâmetros macroestruturais e microestruturais e ensaios mecânicos. As ligas foram solidificadas unidirecionalmente em regime transiente de transferência de calor, de modo a compreender duas faixas de taxas de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e velocidade de solidificação ( $V_L$ ). A macroestrutura é caracterizada por em sua maioria por grãos colunares com uma transição colunar/equiaxial (TCE) quando as  $\dot{T}$  são de 1,06 e 2,31° C/s para as respectivas condições da chapa/molde. A microestrutura é caracterizada por dendritas ao longo de todas as alturas analisadas, correlacionadas com as variáveis:  $V_L$ ,  $\dot{T}$  e  $G_L$ . Para o espaçamento dendrítico primários foi obtido as equações experimentais:  $CM_1: \lambda_1=60,45(P_L)^{0,4}$  e  $CM_2: \lambda_1=31,26(P_L)^{0,4}$ . Foi identificado através do ensaio de difração de raios – x, a presença da fase intermetálica  $Al_3Nb$ . A microdureza de ambas as condições de solidificação, usando a equação do tipo Hall – Petch, mostrou que a microestrutura mais refinada oferece uma dureza de valor maior. O mesmo aconteceu com a tensão de escoamento e o limite de resistência a tração, diminuindo a microestrutura as mesmas tem um respectivo aumento em ambas condições.

**Palavra – Chave:** solidificação unidirecional ascendente, ligas de AlNb, microestrutura, espaçamento dendrítico, ligas de alumínio.

## ABSTRACT

The diversity of materials poses major challenges, since aluminum alloys are part of important structural components, the addition of alloying elements contributes to the improvement of their properties. Brazil, having the largest niobium production deposit in the world and aluminum being a constantly studied material, due to its excellent properties, the study of niobium in aluminum alloys is still very scarce. Since the Al - Nb system is an important binary system and as a proposal for substitution of Ni - based alloys, knowledge of the effect of Nb and the study of the influence of solidification conditions is of paramount importance. Thus, the objective of the work is to study the unidirectional solidification of the Al0.4%Nb alloy in two different solidification conditions, correlating with the thermal variables, macrostructural and microstructural parameters and mechanical tests. The alloys were unidirectionally solidified in a transient heat transfer regime, so as to comprise two bands of cooling rates ( $\dot{T}$ ) and solidification velocity ( $V_L$ ). The macrostructure is characterized by columnar grains with a columnar/equiaxial transition (TCE) when the  $\dot{T}$  are 1.06 and 2.31 ° C/s for the respective plate/mold conditions. The microstructure is characterized by dendrites along all the analyzed heights, correlated with the variables:  $V_L$ ,  $\dot{T}$  and  $G_L$ . For the primary dendritic spacing the experimental equations were obtained:  $CM_1: \lambda_1=60,45(P_L)^{0,4}$  and  $CM_2: \lambda_1=31,26(P_L)^{0,4}$ . The presence of the intermetallic phase  $Al_3Nb$  was identified through the x-ray diffraction test. The microhardness of both solidification conditions, using the Hall-Petch equation, showed that the more refined microstructure offers a higher value hardness. The same happened with drainage tension and the limit of tensile strength, reducing the microstructure they have a respective increase in both conditions.

**Keywords:** Ascending unidirectional solidification, AlNb alloys, microstructure, dendritic spacing, aluminum alloys.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Reservas de nióbio por país (ALVES; COUTINHO, 2015).....	23
Figura 2 - Célula de Produção de Alumínio Primário pelo processo Eletrolítico (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012).....	25
Figura 3 - Diagrama de fase Al – Nb adaptado de (ELLIOTT; SHUNK, 1981). ....	27
Figura 4 - Opções de Fabricação de Produtos Metálicos, adaptado (GARCIA, 2011).....	28
Figura 5 - Diagrama de fase Ag – Cu, mostrando o equilíbrio eutético (ASM INTERNATIONAL, 2004). ....	29
Figura 6 – Curva de resfriamento para uma liga eutética (GOMES, 2013). ....	29
Figura 7 - a) Representação esquemática da variação da energia livre com a temperatura para elemento puro. b) Formação dos primeiros sólidos no meio do Líquido adaptado (BESKOW, 2008; GARCIA, 2011). ....	30
Figura 8 - Calota esférica de sólido formada sobre um substrato plano na nucleação heterogênea (GARCIA, 2011). ....	31
Figura 9 – Mudança morfológica na estrutura à medida que a velocidade aumenta: (a) crescimento celular regular em baixas velocidades; (b) crescimento celular com alteração na direção de crescimento; (c) transição celular/dendrítica; (d) crescimento dendrítico com início de formação de instabilidade lateral (CRUZ, 2016).....	33
Figura 10 - Representação de um Sistema de Solidificação Unidirecional Vertical Ascendente (BESKOW, 2008).....	34
Figura 11 - Representação esquemática de um dispositivo de solidificação vertical descendente: 1 – Aquisição via computador; 2 – Material refratário isolante; 3 – Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4 – Lingoteira bipartida; 5 – Termopares; 6 – Registrador de dados térmicos; 7 – Câmara de refrigeração; 8 – Rotâmetro; 9 – Metal líquido; 10 – Controle de potência do forno (GOULART, 2005). ....	35
Figura 12 - Modos de transferência de calor atuantes na interface metal/molde (KAKITANI, 2017).....	39
Figura 13 – Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde na solidificação vertical ascendente (ROSA, 2007). ....	40
Figura 14 - Macroestrutura de Solidificação (GOULART, 2010). ....	42
Figura 15 - Representação esquemática da formação das estruturas de solidificação: SRC: Super-resfriamento; $V_L$ : Velocidade da Isoterma liquidus; $G_L$ : Gradiente Térmico; CO: Concentração de Solutos (GOULART, 2010). ....	43

Figura 16 - Esquema representativo de uma microestrutura dendrítica: espaçamentos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) (CHOUDHARY et al., 2017).....	43
Figura 17 - Microestrutura com diferentes taxas de resfriamento (a): 0,42° C/s e (b): 17,45° C/s (GHONCHEH; SHABESTARI; ABBASI, 2014). .....	45
Figura 18 – Limite de resistência à tração em função do espaçamento dendrítico (CANTÉ et al., 2010).....	46
Figura 19 - Tensão de escoamento em função do espaçamento dendrítico (CANTÉ et al., 2010). .....	47
Figura 20 - Tensão de escoamento em função do espaçamento dendrítico primário. Adaptado (CRUZ et al., 2010).....	47
Figura 21 – Microdureza em função do espaçamento dendrítico secundário (FARIA et al., 2015).....	48
Figura 22 – Microdureza em função do espaçamento dendrítico secundário aplicando a equação de Hall – Petch (FARIA et al., 2015). .....	49
Figura 23 - Fluxograma das ações para obtenção e caracterização da Liga.....	50
Figura 24 - Desenho esquemático do dispositivo de solidificação unidirecional 1- Entrada de água; 2- Saída de água; 3- Câmara de refrigeração; 4- Chapa/molde; 5- Lingote. ....	53
Figura 25 - Curva de Resfriamento (FILHO, 2013).....	55
Figura 26 - Posição da Isoterma Liquidus (FILHO, 2013).....	55
Figura 27 - Velocidade da Isoterma Liquidus (FILHO, 2013).....	56
Figura 28 - Esquema representativo da obtenção da Taxa de resfriamento (DANTAS, 2014). .....	56
Figura 29 - Esquema ilustrativo para a preparação dos experimentos e ensaios.....	57
Figura 30 - Esquema Representativo da Técnica utilizada para quantificar os espaçamentos interdendríticos: (a) Espaçamento Dendrítico Primário ( $\lambda_1$ ); (b) Espaçamento Dendrítico Secundário ( $\lambda_2$ ) adaptado (DANTAS, 2014; FARIA et al., 2015; GÜNDÜZ; ÇADIRLI, 2002). .....	59
Figura 31 - Esquema dos CP's utilizados para ensaio Sonelastic (Dimensões em mm).....	60
Figura 32 - Aparelho para ensaio de microdureza.....	61
Figura 33 - Difrátômetro de Raios X – Central analítica do instituto de química da UnB. ....	62
Figura 34 - Corpo de prova ensaio de tração (Dimensões em mm). .....	63

Figura 35 - (a) Curva de resfriamento para liga CM <sub>1</sub> e (b) Curvas de resfriamento para a liga CM <sub>2</sub> . Os números contidos na legenda mostram as alturas dos termopares em relação a chapa/molde.....	64
Figura 36 – Comparação das passagens das isothermas liquidus por posições estratégicas em função do tempo para a liga em estudo. ....	65
Figura 37 – Comparação das velocidades das isothermas liquidus em função da posição para a liga em estudo.....	66
Figura 38 – Comparação das taxas de resfriamento experimentais obtidas pelo módulo da razão entre os intervalos de temperatura e tempo obtidos antes e depois da passagem das isothermas liquidus por cada termopar para a liga em estudo. ....	66
Figura 39 – Comparação dos gradientes térmicos em função da posição para as ligas em estudo. ....	67
Figura 40 - Macroestrutura: (a) CM <sub>2</sub> : $\dot{T}= 2,31^{\circ} \text{ C/s}$ e (b) CM <sub>1</sub> : $\dot{T}= 1,06^{\circ} \text{ C/s}$ .....	68
Figura 41 - Microestrutura transversal ao fluxo de calor $\lambda_1$ : Ligas Al0.4%Nb (CM <sub>1</sub> e CM <sub>2</sub> ). ....	70
Figura 42 – Microestrutura longitudinal ao fluxo de calor $\lambda_2$ : Ligas Al0.4%Nb (CM <sub>1</sub> e CM <sub>2</sub> ). ....	71
Figura 43 – Evolução dos valores do espaçamento dendrítico $\lambda_1$ e leis experimentais: CM <sub>1</sub> e CM <sub>2</sub> .....	72
Figura 44 – Evolução dos valores do espaçamento dendrítico $\lambda_2$ e leis experimentais: CM <sub>1</sub> e CM <sub>2</sub> .....	72
Figura 45 – Evolução dos valores do espaçamento dendrítico $\lambda_1$ em função da taxa de resfriamento. ....	73
Figura 46 – Evolução dos valores do espaçamento dendrítico $\lambda_2$ em função da velocidade da isoterma liquidus. ....	74
Figura 47 - Ensaio de DRX: (a) CM <sub>1</sub> e (b) CM <sub>2</sub> .....	75
Figura 48 – Evolução dos valores da microdureza em função do espaçamento dendrítico $\lambda_1$ . ....	76
Figura 49 - Destinações e perdas dos CP's.....	77
Figura 50 – Evolução dos valores do limite de escoamento em função do espaçamento dendrítico $\lambda_1$ .....	78
Figura 51 – Evolução dos valores do limite de resistência a tração em função do espaçamento dendrítico primário. ....	79

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades Físicas do Alumínio (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012). .....	26
Tabela 2 - Propriedades mecânicas do alumínio (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012). .....	26
Tabela 3 - Composição Química dos elementos utilizados para obtenção da liga.....	51
Tabela 4 - Resumo das variáveis térmicas.....	68
Tabela 5 - Fator de amortecimento e módulo de elasticidade dinâmico em relação a posição dos termopares. ....	76

## LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 -Equação equivalente à derivada por Turnbull e Fisher. ....	31
Equação 2 - Reestruturação da Equação 1.....	32
Equação 3 - Velocidade da Isoterma Liquidus.....	36
Equação 4 - Taxa de Resfriamento.....	37
Equação 5 - Gradiente Térmico.....	37
Equação 6 - Condições de fluxo de calor. ....	39

## LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

### Letras Latinas

A	Área	[m <sup>2</sup> ]
C <sub>E</sub>	Concentração eutética	[% peso]
C <sub>f</sub>	Composição final do líquido	[% peso]
C <sub>0</sub>	Concentração nominal da liga	[% peso]
C <sub>S</sub>	Porcentagem de soluto na fase sólida em equilíbrio	[% peso]
D <sub>L</sub>	Difusividade de soluto no líquido	[m <sup>2</sup> /s]
G <sub>L</sub>	Gradiente de temperatura em frente a isoterma <i>liquidus</i>	[K/m]
GoE	Parâmetro característico $\cong 600 \times 6$	[Kcm <sup>-1</sup> ]
h	Coefficiente de transferência de calor molde/ambiente	[W/m <sup>2</sup> .K]
h <sub>amb</sub>	Coefficiente de transferência de calor metal/molde	[W/m <sup>2</sup> .K]
K	Condutividade Térmica	[W/m.K]
K <sub>o</sub>	Coefficiente de redistribuição de soluto	[adimensional]
L	Calor latente de fusão	[J/kg]
M	Parâmetro material/molde	[adimensional]
m <sub>L</sub>	Inclinação da linha <i>liquidus</i>	[°C/ % peso]
P	Posição de cada termopar no lingote direcional	[mm]
R <sup>2</sup>	Coefficiente de determinação	[adimensional]
T	Temperatura	[K]
T <sub>o</sub>	Temperatura ambiente	[K]
T <sub>e</sub>	Temperatura de eutética	[K]
T <sub>f</sub>	Temperatura de fusão	[K]
T <sub>L</sub>	Temperatura da isoterma <i>liquidus</i>	[K]
T <sub>S</sub>	Temperatura da isoterma <i>sólidus</i>	[K]
T <sub>V</sub>	Temperatura do vazamento	[°C]
Ṫ	Taxa de resfriamento	[K/s]
S <sub>L</sub>	Posição da isoterma <i>liquidus</i>	m
T <sub>L</sub>	Temperatura <i>liquidus</i>	[°C]
T	Tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> por cada termopar	[s]
t <sub>SL</sub>	Tempo local de solidificação	[s]
V <sub>L</sub>	Velocidade da isoterma <i>liquidus</i>	[m/s]
V <sub>S</sub>	Velocidade da isoterma <i>solidus</i>	[m/s]

b	Difusividade de calor	[W.s <sup>1/2</sup> /m <sup>2</sup> .K]
c	Calor específico	
g	Aceleração da gravidade	[J/(kg.K)] [m/s <sup>2</sup> ]

### Letras Gregas

$\Delta S$	Entropia de fusão	[K]
$\Delta T_v$	Superaquecimento	[K]
$\Delta T$	Super-resfriamento	[K]
$\Gamma$	Coeficiente de Gibbs-Thomson	[m.K]
$\alpha$	Difusividade térmica	[m <sup>2</sup> /s]
$\lambda_c$	Espaçamento celular	[ $\mu$ m]
$\lambda_1$	Espaçamento dendrítico primário	[ $\mu$ m]
$\lambda_2$	Espaçamento dendrítico secundário	[ $\mu$ m]
$\lambda_3$	Espaçamento dendrítico terciário	[ $\mu$ m]
$\sigma_{\text{máx}}$	Limite de resistência à tração	[MPa]
$\sigma_u$	Limite de resistência à tração	[MPa]
$\sigma_e$	Limite de escoamento	[Mpa]
$\rho$	Massa específica	[kg/m <sup>3</sup> ]
$\sigma$	Tensão superficial da interface	[J/m <sup>2</sup> ]
$\delta$	Alongamento específico	[%]
$\Delta$	Variação	[adimensional]

### Subscritos

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

### Abreviações

Asc.	Ascendente
Des.	Descendente
EDP	Espaçamento Dendrítico Primário
EDS	Espaçamento Dendrítico Secundário
HV	Vickers Hardness (Dureza Vickers)
LPM	Litros por minutos

MEV	Microscópio eletrônico de varredura
SRC	Super-resfriamento constitucional
CM <sub>1</sub>	Condição do molde 1
CM <sub>2</sub>	Condição do molde 2

**Siglas**

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
UNB	Universidade de Brasília

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	18
2. OBJETIVO GERAL.....	21
2.1. Objetivos específicos .....	21
3. REVISÃO DA LITERATURA .....	22
3.1. Considerações sobre os elementos .....	22
3.1.1. Considerações sobre o nióbio .....	22
3.1.1.1. Evolução da produção de nióbio .....	22
3.1.1.2. Efeito da adição de nióbio .....	23
3.1.2. Considerações sobre o alumínio .....	24
3.2. Ligas de alumínio – nióbio.....	26
3.3. Solidificação de Ligas Metálicas.....	27
3.3.1. Solidificação de Ligas com alto grau de pureza.....	29
3.3.2. Nucleação homogênea e heterogênea na solidificação .....	30
3.3.3. Taxa de Nucleação .....	31
3.3.4. Ponto de Fusão .....	32
3.3.5. Superaquecimento e super-resfriamento constitucional.....	32
3.3.6. Modelos de Solidificação Unidirecional .....	34
3.3.6.1. Solidificação unidirecional ascendente.....	34
3.3.6.2. Solidificação unidirecional vertical descendente.....	35
3.3.7. Redistribuição de soluto .....	35
3.4. Variáveis térmicas de solidificação .....	36
3.4.1. Posição da isoterma <i>liquidus</i> ( $t_L$ ).....	36
3.4.2. Velocidade da isoterma <i>liquidus</i> ( $V_L$ ) .....	36
3.4.3. Taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ).....	37
3.4.4. Gradiente térmico ( $G_L$ ).....	37
3.5. Transferência de calor na solidificação .....	37
3.5.1. Processos de transferência: Condução, Convecção e Radiação .....	38
3.5.2. Transferência newtoniana na solidificação .....	38
3.6. Macro e microestrutura de solidificação .....	40
3.6.1. Macroestrutura .....	40
3.6.2. Microestrutura .....	42
3.7. Chapa/molde – retirada de calor .....	44
3.8. Correlação entre propriedades mecânicas e microestruturais.....	46
3.8.1. Ensaio de tração .....	46
3.8.2. Ensaio de microdureza .....	48

4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	50
4.1. Ações para obtenção e caracterização.....	50
4.2. Cálculo estequiométrico .....	51
4.3. Fundição do alumínio bruto e homogeneização da liga com aferição da temperatura <i>liquidus</i> .....	51
4.4. Lingoteira.....	52
4.5. Solidificação da liga e realização do experimento.....	53
4.6. Variáveis térmicas experimentais .....	54
4.7. Caracterização macro e microestrutural.....	57
4.8. Metalográfica para macro e microestrutura .....	58
4.9. Determinação módulo de elasticidade dinâmico e fator de amortecimento .....	59
4.10. Ensaio de microdureza vickers.....	60
4.11. Ensaio de difração de raios – x (DRX) .....	61
4.12. Ensaio de tração .....	62
5. RESULTADOS E DISCURSSÕES .....	64
5.1. Variáveis Térmicas .....	64
5.2. Caracterização macroestrutura.....	68
5.3. Caracterização microestrutural .....	69
5.4. Ensaio de DRX .....	74
5.5. Ensaio mecânicos: Microdureza e ensaio de tração .....	75
5.5.2. Ensaio de Tração .....	77
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	80
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	82
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	83

## 1. INTRODUÇÃO

Os processos de fabricação de peças usando a solidificação de metais em moldes com a forma desejada têm sido aplicados por milênios pelo homem. Como exemplos históricos, podem ser descritas as ferramentas, peças ornamentais, moedas, obra de arte e esculturas fundidas entre 2.500 e 4.000 anos atrás. Evidentemente, essas peças foram desenvolvidas “empiricamente” por tentativa e erro, e este tipo de desenvolvimento no campo de fundição foi melhorado com o surgimento de novas técnicas e métodos. No entanto, o uso crescente de processos de fundição na produção de peças de precisão e em quantidades maiores, e especialmente o crescente uso de automação nesses processos, exigiram o desenvolvimento de métodos mais precisos (WANG; ZHANG, 2010).

A engenharia de materiais enfrenta um grande desafio no mundo moderno, a diversidade de opções em relação ao uso de materiais, o apelo da competitividade industrial e a inovação em tecnologias avançadas, combinadas com as características de desempenho e custos de produção, geram um ambiente cada vez mais complexo para os setores de pesquisa (ZHANG et al., 2005). Com os tipos de materiais disponíveis no mercado, incluindo as ligas com suas variações e características físicas, é possível escolher o material mais adequado em qualquer situação industrial ou em um projeto dentro da engenharia. Especificamente no campo da metalurgia, a sua importância é evidente, uma vez que, com exceção das peças sinterizadas, todos os metais passam em algum momento do seu processamento por um processo de fusão e solidificação, seja na fabricação de fundições em moldes com a forma desejada ou na produção de lingotes (BERGEON et al., 2005; SHAFII et al., 2009).

O surgimento de uma nova fase sólida caracteriza o começo da solidificação. A aparência e subsequente crescimento de partículas sólidas caracterizam o modo de formação da microestrutura em metais e ligas metálicas em momentos sucessivos, de tal forma que aspectos cinéticos, térmicos, químicos e termodinâmicos estão fortemente relacionados (WANG; ZHANG, 2010). O crescimento dendrítico é a forma estrutural mais comum encontrada nos metais fundidos, e o grau de resfriamento das dendritas, ao interferir no tamanho e forma da estrutura, influencia diretamente as propriedades mecânicas, resistência à corrosão e tratamentos térmicos subsequentes dos produtos fundidos. Estas estruturas são formadas com teor de soluto muito diferente da média da liga. Esta diferença na concentração de soluto a partir do centro das dendritas para a região interdendrítica é causada pela diferença de solubilidade entre as fases líquida e sólida (STEFAN-KHARICHA et al., 2014).

Até hoje se desenvolveu, uma miríade de ligas metálicas, muitas das quais permanecem em uso por suas excelentes propriedades. Essas ligas tiveram aumento significativo na participação em projetos industriais, devido à pequenas mudanças na composição ou à adição de novos elementos, que incluíram economia de peso, boas combinações de propriedades mecânicas, boa usinabilidade, alta condutividade térmica e elétrica (ZHANG et al., 2005).

Grande parte dos estudos encontrados na literatura é para a adição de Nb em ligas ferrosas, informando que este elemento interfere diretamente nas propriedades mecânicas, aumentando a resiliência, resistência final e microdureza. Na sua microestrutura mostra o refinamento da estrutura que correlacionada com as propriedades mecânicas à temperatura ambiente, são mostrados que com adições de 3 ou 5% de Nb resultam na formação de microestrutura mais refinadas, o que explica as melhoras nas propriedades citadas acima demonstrados por alguns estudos relevantes pelos autores (GHATEI KALASHAMI et al., 2017; GÜNDÜZ et al., 2016; RUAN et al., 2016; YILDIRIM; AKDENIZ; MEKHRABOV, 2016).

Quando se trata com ligas não ferrosas, do tipo Ni-Ti-Nb-Al também são encontrados estudos recentes nos quais é mostrado que o processo de fundição do alumínio promove a difusão do Nb. Devido a isso, as propriedades mecânicas de altas temperaturas de ligas com adição Nb estruturais possam ser alteradas e possivelmente melhoradas por processamento de solidificação rápida em condições de super-resfriamento (MUNITZ; GOKHALE; ABBASCHIAN, 2000). O processo pode ser utilizado não só para obter microestruturas mais finas e mais homogêneas, mas também para mudar o caminho de solidificação e reduzir a formação de fases frágeis. Dentre os trabalhos que avaliam os efeitos da adição de elementos em ligas de Al, Hutchinson et. al., (2001), observou que a adição de pequenas quantidades de Nb (<0.1%wt), provoca significantes variações nas propriedades mecânicas (HUTCHINSON et al., 2001; MUNITZ; GOKHALE; ABBASCHIAN, 2000; TAKEYAMA; NOYA, 2016; WANG et al., 2017).

A determinação de parâmetros térmicos, tais como, gradiente de temperatura ( $G_L$ ), velocidade da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ) e a taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) atuando durante a solidificação é muito importante, devido ao crescimento de estruturas celulares formadas com baixa taxa. Se o gradiente térmico ( $G_L$ ) for menor e a ( $V_L$ ) estiver aumentando, a região constitucional super-resfriada é estendida e as estruturas celulares começam a mudar para

estruturas dendríticas tipo cruz de malta (DING et al., 1996; ROSA et al., 2008; YU et al., 1999). No processo de solidificação um dos parâmetros de suma importância são os espaçamentos dendríticos, eles afetam não só a micro – segregação, mas também a formação de fases secundárias dentro das regiões interdendríticas, que influenciam as propriedades mecânicas da estrutura (SPINELLI et al., 2004). Com isso, em algumas condições do processo ocorre uma extração de calor substancial que leva a uma mudança na morfologia dendrítica, resultando em nucleação de grãos ou crescimento lateral (formação de braços dendríticos primários:  $\lambda_1$  e dendrítico secundários:  $\lambda_2$ ). Durante a solidificação a formação microestrutural depende do campo térmico local, especificamente o gradiente térmico e a taxa de solidificação. Com as condições térmicas locais, geralmente são caracterizadas a morfologia de solidificação como: planar, celular e dendrítica (MILLER; POLLOCK, 2014).

Em virtude de o Brasil possuir a maior jazida de nióbio do mundo, correspondendo em 2013 a 98,53% do total mundial (ALVES; COUTINHO, 2015), o sistema Al-Nb se mostra como um importante sistema binário devido, principalmente, à aplicação das ligas à base de Nb em alta temperatura, com revestimento que pode resistir à oxidação e como um excelente supercondutor. As ligas a base de Nb mostram que podem ser uma promessa na substituição das ligas a base Ni. O conhecimento das propriedades do sistema de AlNb é desejável para que possa saber onde será a sua melhor aplicação. A revisão de literatura indica que são limitadas as informações sobre: fases presente, propriedades mecânicas e microestrutura entre outras (ZHU et al., 2008).

## 2. OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem como objetivo principal a correlação de propriedades mecânicas com as microestruturas brutas de fusão da liga Al0,4%Nb solidificadas de forma unidirecional vertical ascendente por dois diferentes regimes transientes de fluxo de calor.

### 2.1. Objetivos específicos

Para obtenção do objetivo geral proposto por este trabalho, foram necessários a realização dos seguintes objetivos específicos:

- Obtenção das variáveis térmicas e correlação entre as condições de solidificação:
  - i.* Evolução do perfil da passagem da Isoterma *liquidus* ( $P_L$ );
  - ii.* Velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ );
  - iii.* Taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ );
  - iv.* Gradiente térmico ( $G_L$ );
- Solidificação de ligas de alumínio com a composição de 0,4%Nb em duas condições de solidificação distintas;
- Caracterizar experimentalmente os parâmetros macroestruturais e microestruturais por meio de técnicas metalográficas e microscopia óptica, analisando os espaçamentos dendríticos;
- Avaliar o efeito de duas condições de solidificação sobre a macro e microestrutura e propriedades mecânicas com base na  $[\sigma]$ :

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

#### 3.1. Considerações sobre os elementos

##### 3.1.1. Considerações sobre o nióbio

Na natureza o nióbio está associado a pegmatita sob a forma de columbita, tantalita ou a massa de carbonatito álcalis, constituindo o denominado pirocloro mineral (ALVES; COUTINHO, 2015; GRIFFITH; MORRIS, 2003).

O nióbio foi descoberto por um químico inglês, Charles Hatchett em 1801 após encontrar o mineral em uma amostra que ele recebeu para estudo, o elemento originalmente recebeu o nome de Colúmbio em referência a Columbia, em homenagem aos EUA como era chamado carinhosamente pelos poetas da época. No começo o nióbio era confundido com o tântalo até que o químico alemão Heinrich Rose percebeu que se tratava de um elemento diferente, onde colocou o nome de Nióbio em homenagem a filha do deus tântalo (HATCHETT; HATCHETT, 2015).

Ele é extremamente útil para ligas metálicas e aparelhos eletrônicos, o que faz com que o nióbio seja bastante valorizado. O elemento é extremamente útil para diversas funcionalidades, como por exemplo, basta 100g do metal em 1 tonelada de aço para que fique com maior resistência e dúctil. É material supercondutor, podendo em temperaturas baixas ou altas conduzir corrente elétrica sem resistência ou perdas. É usado em turbinas de avião, aparelho de ressonância magnética, mísseis e sensores de sondas espaciais.

O nióbio desempenha papel importante para produção de ligas metálicas devido ao seu elevado ponto de fusão, resistência ao ataque de ácidos e supercondutividade em temperaturas elevadas (MENDES, 2005). O Brasil possui as maiores reservas de nióbio do mundo (MOTTA, 2013; OLIVEIRA, 2016), porém, sua demanda interna é pequena devido à falta de tecnologia para o seu tratamento, o que faz com que o país venda o mineral a preço baixo, o que tem incentivado discussões acerca do assunto (ALVARENGA, 2018; OLIVEIRA, 2016).

##### 3.1.1.1. Evolução da produção de nióbio

Inicialmente o Nióbio foi aplicado na indústria em 1933 para estabilizar os aços inoxidáveis contra corrosão. Por volta de 1970, o nióbio passou a ser usado em muitas aplicações tecnológicas, em especial, em tratamento térmicos à altas temperaturas, sob a forma

de superligas e, nas últimas quatro décadas, o nióbio foi empregado em escala industrial. Nos últimos anos, as aplicações do nióbio aumentaram de forma constante em vários segmentos, tais como: aços micro ligados, superligas, filmes finos, implantes médicos, ligas de titânio e ligas de alumínio, supercondutores e ligas de cobre, capacitadores eletrolíticos e cerâmicos. Mundialmente o uso do nióbio cresceu com taxa anual de 10% entre os anos 2000 – 2010, foram os setores de energia, automotiva e construção os maiores consumidores de Ferro – Nióbio (FeNb) que é composta por 2/3 de nióbio 1/3 de ferro. Em 2000, a produção brasileira foi de 35.458 t de nióbio e, em 2007, atingiu 82.000 t de concentrado de nióbio. O Brasil tem as maiores reservas mundiais de nióbio (98,53%) como pode ser observado na Figura 1, com as localizações em Araxá – MG responsável por 83,6% da produção, Catalão – Go (responsável por 15,3%), Cujubim, Itapuã do Oeste e Candeias do Jamari – RO e Presidente Figueiredo e São Gabriel da Cachoeira – AM (responsável por 1,1%), que totalizaram 842,4 milhões de toneladas (ALVES; COUTINHO, 2015).



Figura 1 - Reservas de nióbio por país (ALVES; COUTINHO, 2015).

### 3.1.1.2. Efeito da adição de nióbio

Estudos com adições de Nb em aços de fase dupla (DP - duplex) com diferentes teores de concentração, da ordem de 0.06 a 0.18% já estão sendo realizados, é mostrado que com essa adição há formação de estrutura granular ultrafina com tamanhos de grãos de ferrita de cerca

de 1µm e partículas uniformemente dispersas de martensita (GHATEI KALASHAMI et al., 2017).

Aços micro – ligados via metalurgia do pó com adições de 0.1, 0.15 e 0.2% aumentam a força de elasticidade e a resistência final (GÜNDÜZ et al., 2016). Com a adição de pequenas quantidades de elementos (0.1%wt) para as ligas de alumínio pode-se provocar efeitos marcantes nas propriedades mecânicas (HUTCHINSON et al., 2001). Quando trata-se em ligas não ferrosas, ligas como Ni-Ti-Nb-Al também apresentam estudos recentes e é mostrado que com o processo de fundição do alumínio promove a difusão do Nb (WANG et al., 2017). O nióbio em ligas Fe-Al-Nb mostra que houve refinamento da estrutura e devido à essa estruturação houve uma melhora na microdureza Vickers do material de 515 para 546 HV (RUAN et al., 2016).

Logo, são vistos estudos na aplicação de um filme de liga de Al-Nb como uma camada de revestimento de metal para interconexões de Cu. O filme mostra boas características, como uma camada para cobertura, especialmente em termos de resistência à oxidação e processo de deposição simples em comparação com as ligas de Co formadas por revestimento, também é previsto que a camada de filme de Al-Nb possa ser aplicada sem degradar a resistência à oxidação na configuração de camada isolante de metal para estabilizar as superfícies de Cu em interconexões multiníveis (TAKEYAMA; NOYA, 2016). Mehmet et. al., (YILDIRIM; AKDENIZ; MEKHRABOV, 2016) prevê que as propriedades mecânicas em temperatura ambiente das ligas Fe-Al-Nb possam melhorar ainda mais pela adição de 3 ou 5% de Nb, o que resultará na formação de partículas de carboneto na microestrutura. As propriedades mecânicas em altas temperaturas de ligas com adição de Nb, usadas estruturalmente, podem ser alteradas e talvez melhoradas por processamento de solidificação rápida em condições de super-resfriamento. O processo pode ser utilizado não só para obter microestruturas mais finas e mais homogêneas, mas também para mudar o caminho de solidificação e reduzir a formação de fases frágeis (MUNITZ; GOKHALE; ABBASCHIAN, 2000).

### 3.1.2. Considerações sobre o alumínio

O alumínio é o metal mais jovem usado em escala industrial, sendo o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre. Há milênios, ceramistas Pérsias já produziam produtos de barros que continham óxido de alumínio na sua composição, esse óxido hoje é chamado de alumina. Séculos depois, egípcios e babilônios usaram outra substância contendo alumínio para

fabricação de produtos, tanto medicinais como cosméticos. Durante seus primeiros usos, não se sabia nada sobre o metal na forma como hoje é conhecido, devido ao mesmo ser produzido comercialmente há cerca de 150 anos (ABAL, 2018).

Com excelentes propriedades físico-químicas como: baixo peso, resistência à corrosão, alta condutibilidade térmica e elétrica e a infinita reciclagem, esse material se mostra com uma ampla variedade de utilização, que o torna o metal não ferroso mais consumido no mundo. O metal foi descoberto por Sir Humphery Davy em 1809, tendo sido isolado pela primeira vez em 1825 por H. C. Oersted. Porém, apenas em 1886 foi desenvolvido o processo industrial econômico de redução. Neste ano, dois cientistas trabalhando independentemente, Charles Martin Hall, nos EUA e Paul Louis Héroult, na França, inventaram o processo eletrolítico para reduzir a alumina em alumínio, conforme a Figura 2. O minério mais importante para a produção do alumínio é a bauxita, com teor de óxido de alumínio entre (35 a 45%), suas jazidas se localizam principalmente em regiões com clima tropical e no Brasil, a concentração é na área amazônica (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012).

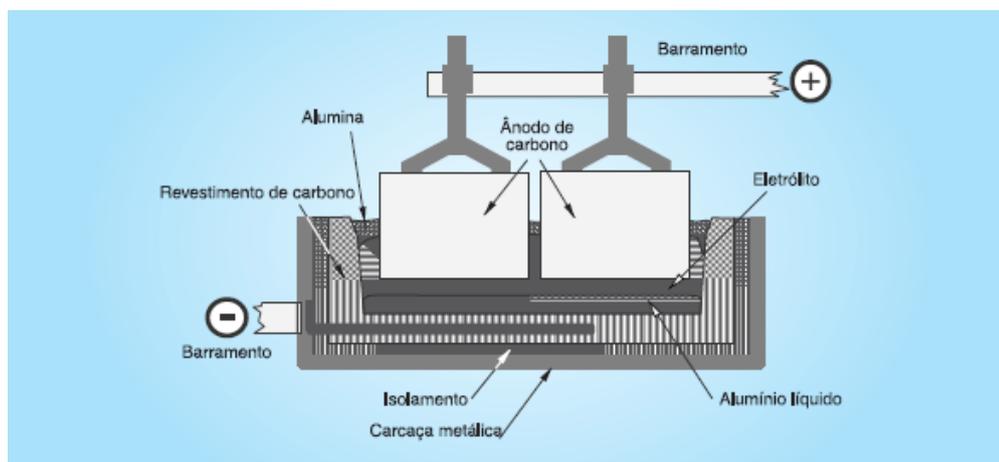


Figura 2 - Célula de Produção de Alumínio Primário pelo processo Eletrolítico (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012).

A Associação Brasileira do Alumínio (2012), diz que o Brasil tem vocação para a produção de alumínio, pois além da abundante reserva de bauxita (o Brasil possui a maior reserva de bauxita do mundo), tem alto potencial de geração de energia hidrelétrica, que é o insumo primordial para a obtenção do alumínio primário através da eletrólise. O crescimento no uso do alumínio na indústria é dado pelos seguintes fatores:

- É um metal que possui excelente combinação de propriedades úteis, resultando em uma adequabilidade técnica para um campo extraordinário de aplicações em engenharia.

- Pode ser facilmente transformado através de todos os processos metalúrgicos normais, sendo assim, viável à indústria manufatureira em qualquer forma que seja requerida.
- Atividades de pesquisa desenvolvidas pela própria indústria do alumínio, pelas universidades através dos laboratórios acadêmicos e pelos usuários têm levado a um maior conhecimento das características da engenharia neste elemento, além das técnicas de fabricação, de soldagem e de acabamento, têm sido desenvolvidas, fazendo com que o alumínio seja considerado um elemento que não apresenta grandes dificuldades nas suas aplicações.

Com excepcionais combinações de propriedades, o alumínio se faz uns dos materiais mais versáteis utilizado pela engenharia, arquitetura e indústria. As Tabela 1 e 2 mostram algumas de suas características físicas e mecânicas.

Tabela 1 - Propriedades Físicas do Alumínio (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012).

<b>Alumínio – propriedades físicas</b>					
Ponto de Fusão	Peso específico	Coefficiente de Dilatação Térmica	Condutibilidade Elétrica	Condutibilidade Térmica	Refletividade
660° C	2,70 g/cm <sup>3</sup>	23.10 <sup>-6</sup>	61 % ACS	0,53 Cal/cm/°C	80%

Tabela 2 - Propriedades mecânicas do alumínio (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012).

<b>Alumínio – propriedades mecânicas</b>			
<b>LIMITE DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO</b>	Limite de Escoamento	Módulo de Elasticidade	Tensão de Fadiga   da tensão de ruptura
48 MPA	0,2%	70 GPa	25% a 50%

### 3.2. Ligas de alumínio – nióbio.

A Figura 3 mostra o diagrama de fases alumínio – nióbio. Três fases intermediárias são encontradas neste sistema, duas delas, Nb<sub>2</sub>Al e Al<sub>3</sub>Nb, entram em processo de fusão a 1800 °C e 1750 °C, respectivamente. A terceira fase, Nb<sub>3</sub>Al, decompõe – se a 2120 °C sistema parcial Nb<sub>2</sub>Al e Al<sub>3</sub>Nb inclui um eutético à temperatura de 1520 °C. O composto Nb<sub>3</sub>Al ganhou

importância prática, devido a esta fase e correspondentes ligas ternárias apresentarem propriedades de supercondutividade elétrica (FILHO, 2005).

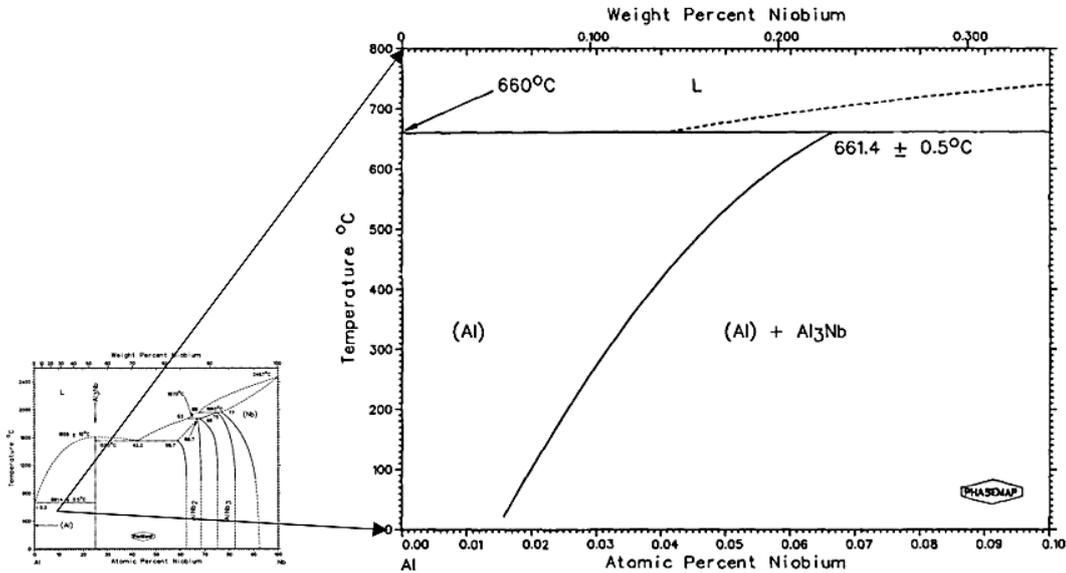


Figura 3 - Diagrama de fase Al – Nb adaptado de (ELLIOTT; SHUNK, 1981).

### 3.3. Solidificação de Ligas Metálicas.

Solidificação pode ser descrita de duas formas, macroscópica e microscópica, pela transformação de fase líquida para sólida. Macroscopicamente em termos das propriedades dos materiais como: temperatura, calor latente, composição etc. E microscopicamente é um processo sucessivo de nucleação e crescimento (GARCIA, 2011; TOLEDO, 2014).

A formação estrutural das ligas fundidas, como todos os metais, dá-se início no processo de solidificação. A solidificação de ligas metálicas é caracterizada pela transformação de fase, quando a fase líquida se transforma em uma fase sólida, quando as condições termodinâmicas são tais que o sólido apresenta menor energia livre, com liberação de calor latente, logo se dá a nucleação e o crescimento de partículas da fase sólida no interior da fase líquida, para ocorrer a solidificação é necessário dois passos: nucleação que pode ser heterogênea ou homogênea e crescimento do núcleos (DANTAS, 2014; GOMES, 2013; GOMES; SANTOS, 2006).

De acordo com GARCIA (2011), o simples ato da produção de gelo ou manuseio de componentes, os quais, quase sempre, passaram por um estágio de solidificação conforme Figura 4. Considerando em um contexto global, todos os produtos produzidos passam pelo menos uma vez pelo processo de solidificação, com exceção das técnicas de metalurgia do pó

(sinterização), com isso os metais solidificados sofrem uma queda brusca na viscosidade, de tal forma que o pode ser acomodado em quase qualquer forma geométrica. O registro de materiais fundidos data de 5000 e 3000 a.C., um período antecedente a idade do Bronze, logo após, ocorreu o surgimento do ferro fundido na china em 600 a.C., e o surgimento na Europa no século XV.

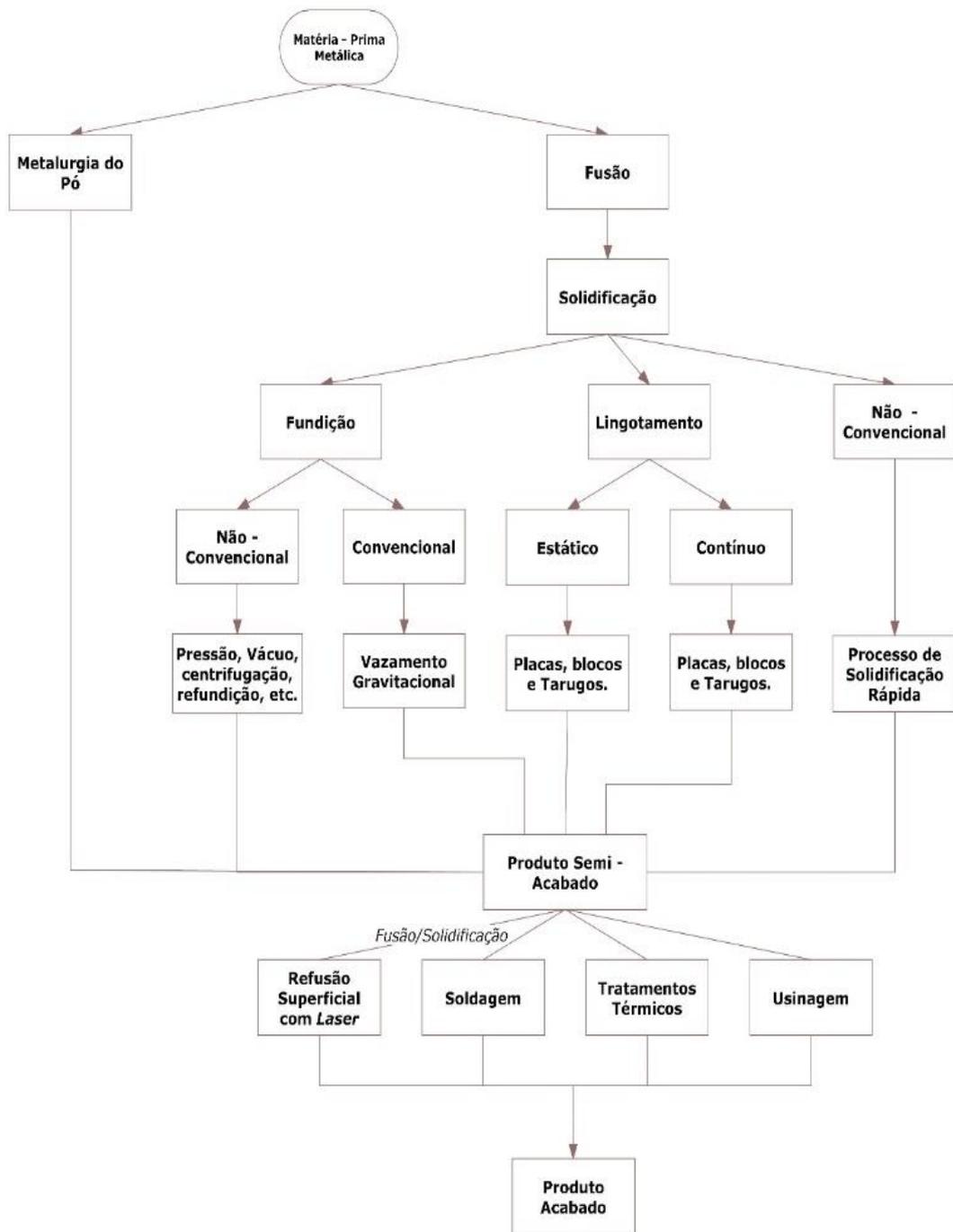


Figura 4 - Opções de Fabricação de Produtos Metálicos, adaptado (GARCIA, 2011).

### 3.3.1. Solidificação de Ligas com alto grau de pureza

Um elemento puro ou uma liga eutética (grego eutektos que significa facilmente fundida, é uma mistura de dois ou mais materiais onde o ponto de fusão é o mais baixo possível), pode existir em ponto de equilíbrio tanto na fase líquida quanto na fase sólida conforme Figura 6 (GOMES, 2013). Sistema que possui uma composição química entre os dois constituintes definida onde a fase líquida se decompõe em duas fases sólidas em determinada temperatura,  $L = \alpha + \beta$ , a liga eutética possui ponto de fusão menor que os elementos da liga, a liga eutética se comporta como um metal puro na solidificação e na fusão, ou seja, apresenta patamar de solidificação conforme a Figura 5.

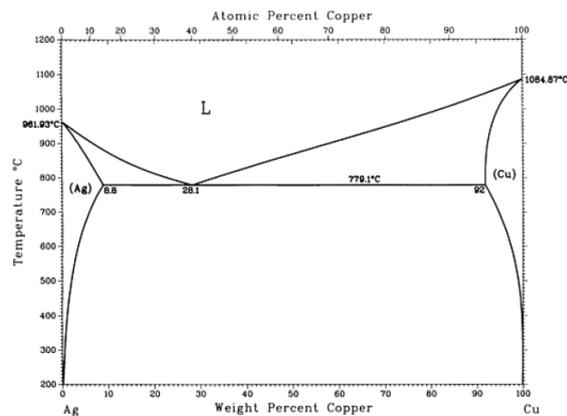


Figura 5 - Diagrama de fase Ag – Cu, mostrando o equilíbrio eutético (ASM INTERNATIONAL, 2004).

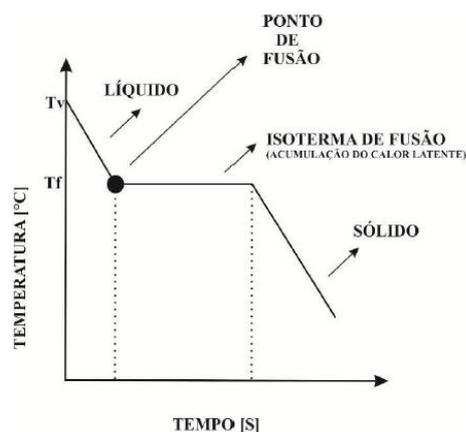


Figura 6 – Curva de resfriamento para uma liga eutética (GOMES, 2013).

No ponto de Fusão pode tanto existir material sólido e líquido em condição de equilíbrio, o ponto é onde ocorre acumulação de energia latente, ou seja, a energia é somente absorvida para mudança de fase. Com o acréscimo dessa energia não há ganhos na temperatura do composto, como pode ser observado na Figura 6, acima deste ponto tudo é líquido e abaixo sólido. O ponto de fusão segundo GARCIA (2011), ocorre quando energia do líquido e sólido estão ao mesmo nível.

### 3.3.2. Nucleação homogênea e heterogênea na solidificação

De forma geral, todos os processos de solidificação começam com uma nucleação e continuam com um crescimento (BOEIRA; FERREIRA; GARCIA, 2006). A nucleação pode ser homogênea ou heterogênea. Nucleação homogênea ocorre de forma completamente aleatória, no caso da nucleação heterogênea, existem regiões na matriz que favorecem o aparecimento dos precipitados e a reação é de forma mais rápida. Regiões de contornos de grãos, discordâncias, inclusões entre outros, são preferenciais para a formação de precipitados (SIQUEIRA, 2015).

A nucleação homogênea na solidificação é o surgimento de uma nova fase a partir de outra, a formação de elementos de sólidos no meio do líquido Figura 7 (b) (BESKOW, 2008). Quando não há contribuição energética de elementos ou corpos/agentes estranhos no sistema metal líquido/metal sólido onde a formação sólida está no próprio líquido, se diz que a nucleação é homogênea Figura 7 (a) (GARCIA, 2011).

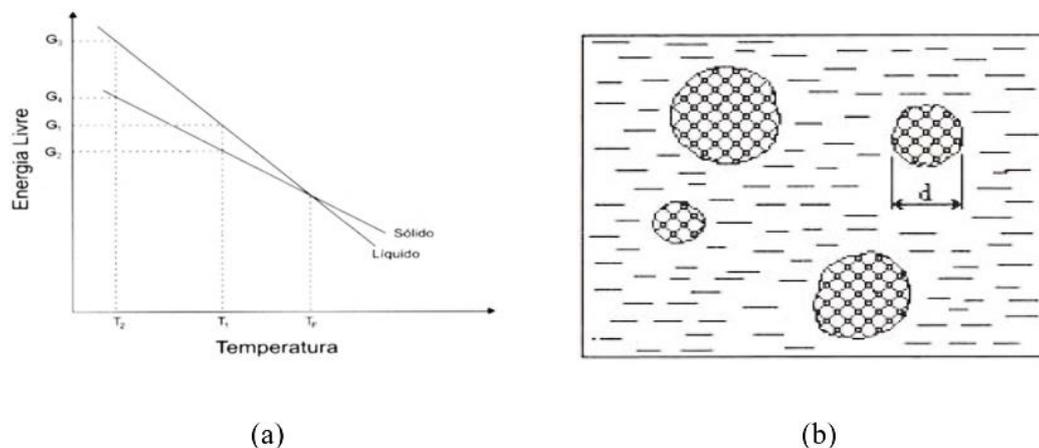


Figura 7 - a) Representação esquemática da variação da energia livre com a temperatura para elemento puro. b) Formação dos primeiros sólidos no meio do Líquido adaptado (BESKOW, 2008; GARCIA, 2011).

A nucleação heterogênea acontece com a formação de um núcleo com tamanho crítico, onde pode sofrer uma ação catalisadora com a presença de agentes estranhos ao sistema, denominados substratos Figura 8, cuja tensão superficial é parte da energia de sobrevivência do embrião sob forma de núcleo sólido (CAMPOS; DAVIES, 1978). De acordo com BESKOW (2008), os agentes que provocam a catalisação da nucleação, podem ser as paredes dos moldes, a formação de película de óxido na superfície do material/liga, partículas sólidas em suspensão e elementos inseridos propositalmente. Com isso, a nucleação tem início nessas partículas estranhas ao sistema onde se determina como nucleação heterogênea.

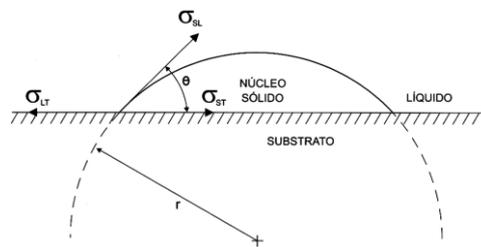


Figura 8 - Calota esférica de sólido formada sobre um substrato plano na nucleação heterogênea (GARCIA, 2011).

### 3.3.3. Taxa de Nucleação

A taxa de nucleação é determinada com o número de núcleos formados por unidade de tempo e volume, é a velocidade que surge núcleos sólidos em meio ao líquido e que continua se propagando até o final do processo de solidificação (GOMES, 2013; MANRICH; ZANOTTO; HAGE JR, 1992). A teoria é baseada originalmente em propostas para a condensação de gotas de líquido através do vapor (GARCIA, 2011). Uma equação equivalente à derivada por Turnbull e Fisher pode ser descrita conforme a Equação 1 onde mostra que a taxa de nucleação é extremamente sensível à magnitude do super-resfriamento ( $\Delta T$ ):

Equação 1 -Equação equivalente à derivada por Turnbull e Fisher.

$$I = \left(\frac{D}{a^2}\right) \left(\frac{4\pi r^2}{a^2}\right) C_L \exp\left(-\frac{16\pi\sigma^3_{SL}Tf^2}{3L^2\Delta T^2kT}\right)$$

Onde:

- I – Taxa de Nucleação (núcleos/m<sup>3</sup>s);
- a – Distância que o átomo do líquido deve saltar para agregar-se ao embrião sólido (m);
- CL – Número de átomos/m<sup>3</sup> no líquido;
- D – Coeficiente de Difusão do líquido (m<sup>2</sup>/s);
- k – Constante de Boltzmann = 1,38.10<sup>-23</sup>J/K;

T – Temperatura de Nucleação ( $T_f - \Delta T$ );

Quando calculado para metais assume-se valores típicos para números de átomos no líquido iguais a aproximadamente  $10^{28} \text{m}^3$ , coeficiente de difusão do líquido igual a aproximadamente  $0,3 \cdot 10^{-9} \text{m}$ , de tal forma que a Equação 1 se reestruture como a Equação 2:

Equação 2 - Reestruturação da Equação 1.

$$I = 10^{40} \exp\left(-\frac{16\pi\sigma^3_{SL}T^2f}{3L^2\Delta T^2kT}\right)$$

### 3.3.4. Ponto de Fusão

Com o alcance de um determinado valor de temperatura, a agitação térmica alcança grau de intensidade elevada que é o suficiente para desestruturar a rede cristalina, com isso os átomos e moléculas se tornarão menores e terão maior liberdade de movimentação. Então, o ponto de fusão pode ser determinado como a temperatura na qual um elemento puro ou composto pode coexistir tanto na forma de sólido cristalino quanto líquido, essa temperatura é a única em que dois estados podem coexistir em equilíbrio (CAMPOS; DAVIES, 1978; GARCIA, 2011; TOLEDO, 2014).

### 3.3.5. Superaquecimento e super-resfriamento constitucional

O crescimento de células regulares dá-se devido a velocidades baixas perpendiculares à interface sólido/líquido e na direção da retirada de calor. Com e quando esta velocidade é aumentada e o gradiente térmico no líquido é reduzido, a célula tende a mudar sua forma devido ao aumento da região super-resfriada. Sendo assim, em decorrência dos efeitos de natureza cristalográfica, a célula começa a mudar de forma circular para uma forma tipo cruz de malta. Perturbações laterais começam a surgir com o aumento da velocidade de crescimento, dando origem a uma estrutura denominada dendrítica (CRUZ, 2016). De acordo com Figura 9, é mostrado a mudança morfológica na estrutura de crescimento à medida que a velocidade é aumentada, mostrando como ocorre a mudança de celular/dendrítica.

De acordo com CRUZ (2016), a atuação da natureza cristalográfica dá início a transição celular dendrítica, a morfologia difusa termina quando se atinge a direção preferencial do crescimento, mostrando-se com braços dendríticos secundários bem definidos. As variáveis de velocidade e gradiente fazem parte do efeito do SRC (super-resfriamento constitucional),

trazendo a instabilidade da interface plana, ou na transformação para condição de celular, celular/dendrítica e dendrítica.

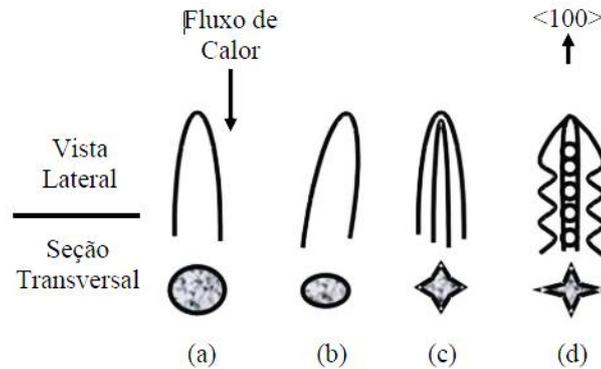


Figura 9 – Mudança morfológica na estrutura à medida que a velocidade aumenta: (a) crescimento celular regular em baixas velocidades; (b) crescimento celular com alteração na direção de crescimento; (c) transição celular/dendrítica; (d) crescimento dendrítico com início de formação de instabilidade lateral (CRUZ, 2016).

Em situações práticas de solidificação, para que o líquido possa tomar completamente uma determinada geometria final para estado sólido, é necessário que o vazamento do mesmo seja em uma temperatura mais elevada do que no início da transformação de líquido para sólido, então a diferença é denominada de superaquecimento (GARCIA, 2011).

Admitindo que o líquido inicie a transformação em sólido quando atinge o ponto de fusão, no caso quando alcança o equilíbrio entre as duas fases, observa-se que na prática o surgimento de partículas sólidas, a temperaturas inferiores e a temperatura de fusão, essa diferença dá-se o nome de super-resfriamento (GARCIA, 2011; TOLEDO, 2014).

Ligas e metais impuros são importantes identificadores da influência dos elementos dissolvidos e das impurezas no grau de super-resfriamento, que pode ocorrer durante o processo de solidificação. O motivo deste super-resfriamento encontra-se na rejeição de soluto pela fase sólida, enriquecendo a fase líquida junto à interface. O líquido que se encontra em contato com a interface sólida/líquido possui uma concentração que geralmente difere da concentração existente no seio da fase líquida. Então, se o coeficiente de partição do soluto for menor que 1, o soluto será segregado para a fase líquida e, caso haja acúmulo de soluto junto a interface, a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) do líquido em contato com a mesma será menor do que a do líquido distante da interface (KATGERMAN, 2011; TOLEDO, 2014).

### 3.3.6. Modelos de Solidificação Unidirecional

Os dispositivos mais simples e utilizados para solidificação unidirecional encontrados na literatura são: solidificação unidirecional vertical ascendente, solidificação unidirecional vertical descendente e solidificação unidirecional horizontal.

#### 3.3.6.1. Solidificação unidirecional ascendente

O sistema de solidificação unidirecional vertical ascendente Figura 10, faz a retirada de calor verticalmente de baixo para cima, uma característica importante no sistema é o fato de que a solidificação ocorra no sentido contrário à gravidade, o que favorece o contato entre o metal e o molde, resultando em valores de  $h_i$  maiores e aproximadamente constante durante toda a solidificação (BESKOW, 2008; ROSA, 2007).

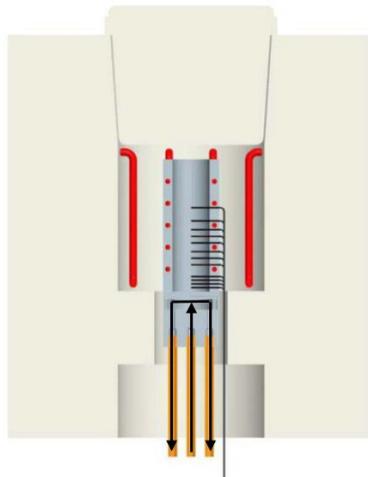


Figura 10 - Representação de um Sistema de Solidificação Unidirecional Vertical Ascendente (BESKOW, 2008).

De acordo com ROSA (2007), a solidificação agindo de forma contrária a gravidade proporciona um maior contato entre o lingote e a chapa molde. Como o perfil de temperaturas no líquido é crescente em direção ao topo do lingote, e o líquido mais denso dispõe junto à fronteira de transformação sólido/líquido, não ocorrem correntes convectivas, nem por diferenças de temperatura nem por diferenças de massa específica. Por isto uma análise experimental e cálculos teóricos são isentos desta variável, pois a transferência de calor dentro do lingote é realizada principalmente por condução térmica unidimensional. O dispositivo permite ainda que sejam programados experimentos para analisar a ação do superaquecimento

no metal líquido e para investigar o papel da resistência térmica de contato metal/molde na estrutura de solidificação.

### 3.3.6.2. Solidificação unidirecional vertical descendente

O sistema de solidificação vertical descendente Figura 11, funciona da mesma forma do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente, a diferença ocorre na retirada de calor que ocorre de cima para baixo, a localização da refrigeração é no topo do lingote. Com isso, a solidificação ocorre no mesmo sentido da ação gravitacional, com a massa do lingote se deslocando em relação a base refrigerada, o que irá configurar uma situação de maior resistência térmica à passagem de calor do lingote em direção ao fluido de refrigeração, quando comparado à solidificação ascendente (ROSA, 2007).

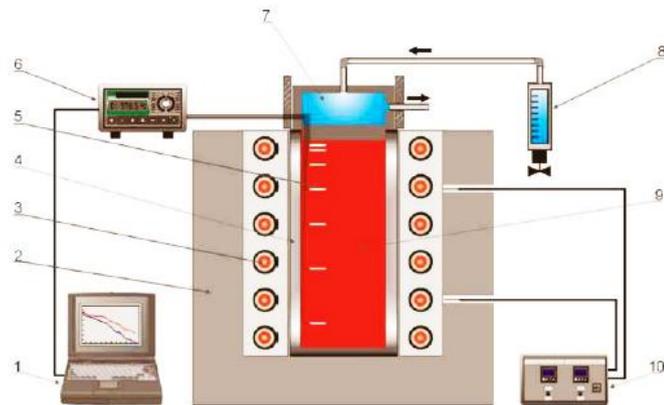


Figura 11 - Representação esquemática de um dispositivo de solidificação vertical descendente: 1 – Aquisição via computador; 2 – Material refratário isolante; 3 – Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4 – Lingoteira bipartida; 5 – Termopares; 6 – Registrador de dados térmicos; 7 – Câmara de refrigeração; 8 – Rotâmetro; 9 – Metal líquido; 10 – Controle de potência do forno (GOULART, 2005).

A diferença essencial consiste sempre em haver movimento convectivo ao contrário da solidificação unidirecional vertical ascendente, o que o perfil de temperatura do líquido é crescente em direção à base do lingote que é isolada termicamente, então, ocorre pelo menos convecção por diferenças de temperatura no líquido.

### 3.3.7. Redistribuição de soluto

O processamento termodinâmico impõe uma rejeição do solvente ou soluto que dependerá da posição correspondente em relação ao diagrama de fase, e como consequência um movimento de natureza associada à transferência de calor que ocorre na transformação de

fase do líquido/sólido. A redistribuição de soluto ocorre a partir de uma fronteira de solidificação, a forma pela qual o soluto e/ou impurezas são distribuídos é de suma importância para as propriedades finais da estrutura bruta de solidificação (GARCIA, 2011; JUNIOR, 2017).

### 3.4. Variáveis térmicas de solidificação

A cinética do sistema de solidificação e as causas que determinam o arranjo e nível de refinamento da macro e microestrutura, são determinadas pelas variáveis térmicas como: Posição da isoterma *liquidus* ( $t_L$ ), velocidade da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e gradiente térmico ( $G_L$ ). Em virtude das variáveis, as propriedades mecânicas dependem da estrutura de solidificação, com isso, as variáveis térmicas regem uma influência na formação da estrutura final da solidificação.

#### 3.4.1. Posição da isoterma *liquidus* ( $t_L$ )

A posição da isoterma *liquidus* é obtida através de procedimentos experimentais, o que corresponde ao tempo de passagem em resultados de pares ordenados, posição do termopar (em relação à base do lingote) e o tempo. Para se obter o tempo de passagem da isoterma, passa-se uma reta paralela ao eixo do tempo. Com a interseção dessa reta com a curva de resfriamento, obtêm-se os tempos correspondentes para cada posição (FILHO, 2013).

#### 3.4.2. Velocidade da isoterma *liquidus* ( $V_L$ )

A velocidade da Isoterma *liquidus* ( $V_L$ ) é dada pela derivada da função obtida da  $t_L$ , ajustada pelo método dos mínimos quadrados. A derivada da função é aplicada para cada posição em relação a base do lingote, a derivada se dá pela Equação 3. Onde a velocidade representa a rapidez com que a frente de solidificação avança ao longo do lingote (BERTELLI et al., 2015; DANTAS, 2014).

Equação 3 - Velocidade da isoterma *liquidus*.

$$V_L = \frac{dP}{dt}$$

### 3.4.3. Taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ )

Segundo DANTAS (2014), a taxa de resfriamento é a perda de temperatura em função do tempo, ou seja, quando o calor está sendo extraído da peça em um determinado instante do processo de solidificação, de acordo com a Equação 4.

Equação 4 - Taxa de Resfriamento.

$$\dot{T} = dT/dt$$

### 3.4.4. Gradiente térmico ( $G_L$ )

Gradiente térmico é a única variável do processo de solidificação onde não há controle, pois ele depende da taxa de resfriamento, do material e de demais fatores. O gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido, indica como a temperatura está distribuída por unidade de comprimento, sendo definida pela Equação 5 (DANTAS, 2014).

Equação 5 - Gradiente Térmico.

$$G_L = dT/dx$$

Conforme GARCIA (2011), o processo de solidificação unidirecional o aumento do gradiente permite o surgimento de grãos. O gradiente, como a velocidade decai ao longo do tempo.

## 3.5. Transferência de calor na solidificação

No processo de solidificação em ligas metálicas, a extração de calor é em regime transiente com mudança de fase, a temperatura varia no espaço e no tempo, a mesma não muda só com a posição no interior do corpo, a mudança é com o tempo em uma mesma posição. A taxa de transferência através do corpo, como a energia interna do corpo mudam com o tempo, é como um aumento e uma diminuição de energia interna.

Segundo GOMES; SANTOS (2006), a eficiência da extração de calor durante o processo de solidificação depende, basicamente, das propriedades térmicas do material, de características do molde como: material, geometria e espessura da parede e de condições da interface metal/molde e das características do meio que vai absorver o calor, sendo: água, ar etc. Os metais fundidos são principalmente afetados pelo processo de transferência de calor

durante a solidificação as variáveis mais afetadas são as velocidades e, portanto, os tempos de solidificação e os perfis térmicos no metal e molde. Os estudos desses parâmetros são de suma importância para o controle final da estrutura.

É uma convenção que a transferência de calor ocorre de um sistema de maior temperatura para um de menor temperatura ou de maior massa para um de menor massa de forma natural. Com tudo a transferência de calor pode ser explicada como uma transferência de energia. Existem várias formas para que a transferência ocorra, como: condução, convecção e radiação (FILHO et al., 2015). O processo existe inúmeras peculiaridades, não é a termodinâmica clássica, pois o sistema não se encontra em equilíbrio. Uma forma de explicar essa peculiaridade é o gradiente de temperatura que é o que motiva a realização da transferência de energia, o que se diz ser a diferença de temperatura é a força da transferência de calor (GOMES, 2013).

#### 3.5.1. Processos de transferência: Condução, Convecção e Radiação

Na solidificação de ligas metálicas a transferência ocorre por condução, convecção e radiação. O processo de condução na solidificação é o mecanismo pelo qual o calor é transferido internamente a um meio estacionário, molde ou metal submetido à solidificação, que pode estar sólido ou líquido. Convecção é a transferência de calor que irá ocorrer entre uma superfície e um fluido em movimento quando eles se encontram em diferentes temperaturas, logo, relaciona-se com a perda de calor da superfície externa do molde ao meio, com a superfície do metal exposta ao ambiente e com correntes convectivas no metal líquido devido à tendência de equalização da temperatura do metal líquido. A radiação está ligada com a perda de calor do molde para o ambiente ou então do metal ao ambiente quando o mesmo encontra exposto (BESKOW, 2008).

#### 3.5.2. Transferência newtoniana na solidificação

O procedimento de solidificação dos metais é necessário um molde que, além de conferir o formato ao qual seja desejado, deverá extrair calor do líquido superaquecido, com isso, uma transformação líquido/sólido. A transferência newtoniana ocorre no metal ao ser vazado, ele se conforma de acordo com a geometria, sendo assim, ao entrar em contato com a chapa-molde (metal responsável pela retirada do calor) e com as paredes laterais nas quais se encontram com a mesma temperatura do forno evitando assim a retirada do calor. Com o não preenchimento

cria regiões de contato direto, onde acontece a condução e a região fechada onde realiza convecção natural (BESKOW, 2008; GOMES, 2013).

Nessas condições, a transferência de calor na interface metal/molde se dá por condução pelos pontos de contato e através dos gases aprisionados pelos espaços criados, e também por convecção e radiação entre as duas superfícies separadas, de acordo com a Figura 12 (GARCIA, 2011).

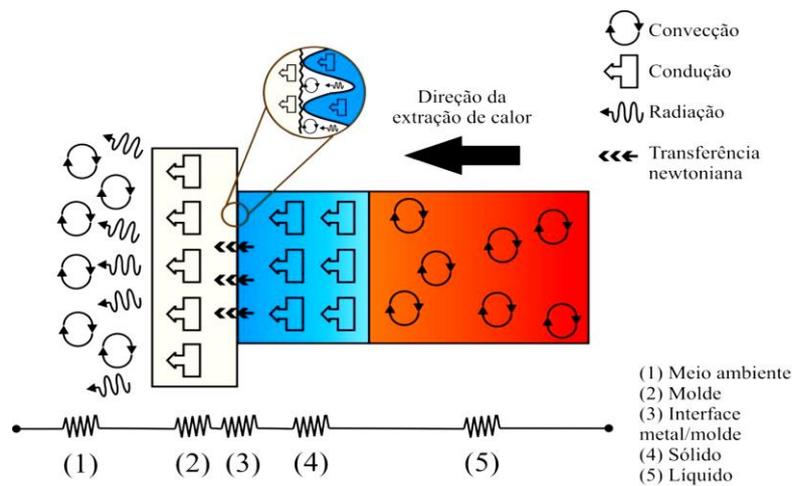


Figura 12 - Modos de transferência de calor atuantes na interface metal/molde (KAKITANI, 2017).

Newton mostrou que as superfícies são perfeitamente planas e com uma pequena faixa separada por um gás com o modelo equivalente de Newton. Com essas condições, o fluxo de calor do material para o molde, a interface é demonstrada pela Equação 6:

Equação 6 - Condições de fluxo de calor.

$$q_N = h_i(T_{is} - T_{im})$$

Onde:  $q_N$  = Fluxo de Calor Newtoniano  $\left(\frac{W}{m^2}\right)$ ;

$h_i$  = Coeficiente de transferência de calor metal/molde ( $W/m^2.K$ );

$T_{is}$  e  $T_{im}$  = Temperatura interna da superfície do metal e do molde respectivamente (K).

A Figura 13 apresenta esquematicamente os modos de transferência de calor que podem ocorrer ao longo da solidificação unidirecional ascendente em um molde refrigerado à água, ou seja, convecção forçada na água, transferência newtoniana na interface água/molde, condução

no molde, transferência newtoniana na interface metal/molde, condução térmica no metal sólido, convecção e condução térmica no metal líquido.

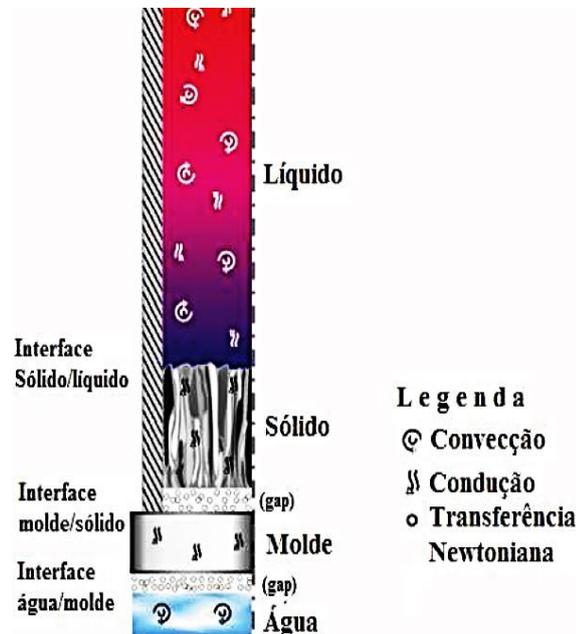


Figura 13 – Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde na solidificação vertical ascendente (ROSA, 2007).

### 3.6. Macro e microestrutura de solidificação

#### 3.6.1. Macroestrutura

Grande parte das propriedades mecânicas das ligas metálicas é dependente do tamanho do grão na estrutura, que é quase determinado durante o processo de solidificação, o desenvolvimento da macro e microestrutura em sólidos, principalmente o mecanismo físico envolvido permanecem pouco claros e de suma importância (FILHO et al., 2015). A macroestrutura é caracterizada pelo elevado grau de anisotropia em produtos fundidos, o que contribui fortemente para a redução do desempenho e das propriedades mecânicas (ROCHA, 2006). Estudos sobre macroestrutura de materiais policristalinos durante a solidificação mostram dois tipos de morfologias de grãos: colunar e equiaxial. Essas estruturas tem sido objeto de inúmeras pesquisas teóricas e experimentais no campo da metalurgia por muitos anos. Geralmente os grãos colunares crescem a partir da superfície do molde, onde os gradientes térmicos são altos e o crescimento é preferencialmente orientado em uma direção próxima ao fluxo de calor. Quando há a redução do gradiente perto do centro do lingote, os grãos equiaxiais

crecem em todas as direções espaciais levando a um material com propriedades mecânicas isotrópicas e um campo de composição mais homogênea que o de uma estrutura colunar (CARVALHO et al., 2014).

Dentro da macroestrutura pode ocorrer a mudança da estrutura de grãos colunares para equiaxiais, é uma ocorrência muito comum em metais fundidos, e inúmeros mecanismos baseados em evidências experimentais foram propostos para esta transição, entretanto, modelos matemáticos para esta transição estrutural tiveram sucesso limitado devido às soluções complexas para o problema em níveis micro e macroscópicos (BADILLO; BECKERMANN, 2015; CARVALHO et al., 2014; DOHERTY et al., 1977; HENRIQUE et al., 2015; MARTORANO; BISCUOLA, 2009; ROAD, 1987; WANG; BECKERMANN, 1994; WU; FJELD; LUDWIG, 2010).

Em geral, a macroestrutura dos lingotes de fundição consiste em três zonas diferentes: coquilhadas (zona localizada junto às paredes do molde), colunar (composta por grãos alongados, fluxo de crescimento preferencialmente orientado em direção ao fluxo de calor) e equiaxiais (localizada na parte central da fundição em que os grãos crescem em todas as direções espaciais) conforme a Figura 14. Uma forma estrutural mais complexa é composta por duas estruturas, ou seja, por TCE (Transição Colunar/Equiaxial). A previsão desta transição é de grande interesse na programação das propriedades mecânicas dos produtos moldados. A TCE pode ser influenciada pelos seguintes fatores: sistema e composição da liga, material e temperatura do molde, superaquecimento, coeficiente de transferência de calor interfacial e fluxo convectivo (CARVALHO et al., 2014; FILHO et al., 2015). Várias investigações experimentais foram relatadas, o que sugere que a TCE ocorre quando os parâmetros térmicos de solidificação, como velocidade da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), gradiente térmico ( $G_L$ ) e taxa de resfriamento, atingem valores críticos (CARVALHO et al., 2014; HENRIQUE et al., 2015; FILHO et al., 2015).



Figura 14 - Macroestrutura de Solidificação (GOULART, 2010).

### 3.6.2. Microestrutura

As estruturas formadas no processo de solidificação estão ligadas com a evolução da forma da interface entre o sólido e o líquido (S/L) durante o processo de solidificação. Essas estruturas podem passar da forma planar dos metais puros para estruturas celulares e dendríticas, em função de alterações nos parâmetros térmicos do sistema metal/molde durante a solidificação (GOULART, 2010).

Ainda assim, de acordo com GOULART (2010), o soluto ou solvente presente na liga é segregado nesta interface S/L, o que provoca uma distribuição não uniforme no líquido, dando origem à instabilidade da frente de solidificação. Esse amontoamento de teor de soluto a frente da interface S/L promove o surgimento de um fenômeno favorável à nucleação e responsável por sua gradativa instabilidade, conhecido como super-resfriamento constitucional (SRC). Dependendo do valor do SRC, dá-se origem à diferentes morfologias, denominadas: planar, celular e dendrítica, conforme Figura 15.

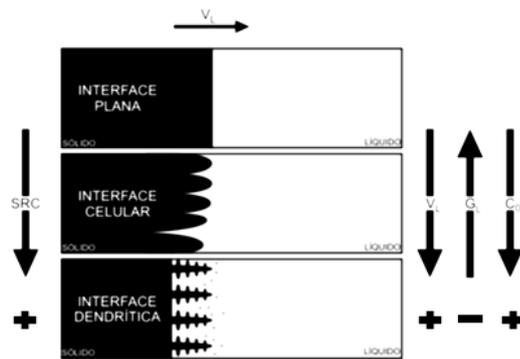


Figura 15 - Representação esquemática da formação das estruturas de solidificação: SRC: Super-resfriamento;  $V_L$ : Velocidade da Isoterma *liquidus*;  $G_L$ : Gradiente Térmico;  $C_0$ : Concentração de Solute (GOULART, 2010).

Com isso estruturas completamente dendríticas apresentam parâmetros estruturais denominados espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ), de acordo com a Figura 16, isso juntamente com produtos segregados, porosidade e contornos de grão, constituem o arranjo estrutural responsável pelas características mecânicas da liga (GOULART, 2010).

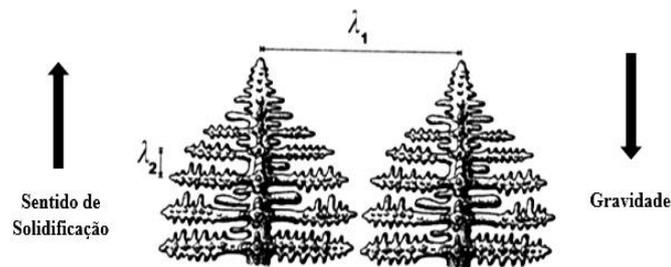


Figura 16 - Esquema representativo de uma microestrutura dendrítica: espaçamentos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) (CHOUDHARY et al., 2017).

A estrutura microestrutural dendrítica é a forma mais comum encontrada em ligas metálicas fundidas, e os graus de refinamento das dendritas originadas influenciam diretamente as propriedades mecânicas, na resistência à corrosão e nos tratamentos térmicos posteriores dos produtos fundidos (REIS, 2017; RIZZO; SANTOS, 2005). Os espaçamentos intercelulares e interdendríticos menores permitem que a microestrutura seja caracterizada por uma distribuição uniforme da segregação microscópica pertinente entre as ramificações celulares ou dendríticas. O aumento do SRC faz com que ocorra instabilidade de maior ordem com surgimento de braços secundários que caracterizam a rede dendrítica. As distâncias entre centros de células e de

ramificações ou braços dendríticos podem ser definidas como espaçamentos intercelulares e interdendríticos, que é utilizado para a determinação dos efeitos e condições de solidificação sobre a microestrutura formada (MORAIS, 2015; REIS, 2017).

Segundo Goulart (GOULART, 2010), os espaçamentos dendrítico dependem das condições térmicas durante o processo de solidificação, com isso é notado a importância de se poder contar uma forma quantitativa que permite expressar essa interdependência. A taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) pode ser correlacionada com as variáveis térmicas da solidificação, como velocidades de deslocamento de isoterma características ( $V_L$ ) e gradientes térmicos ( $G_L$ ), que, por sua vez, estão relacionados com parâmetros operacionais como temperatura de vazamento ( $T_v$ ) e coeficientes de transferência de calor nas interfaces metal/molde ( $h_i$ ) e molde/ambiente ( $h_{amb}$ ). É exemplificado na literatura que espaçamentos dendrítico diminuem com o aumento da  $V_L$  e da  $\dot{T}$ . Dessa forma, sistemas de solidificação que favoreçam essas condições contribuem para a obtenção de produtos de melhor resistência mecânica.

### 3.7. Chapa/molde – retirada de calor

A propriedade mecânica final depende principalmente da taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) antes da transformação da fase. Conforme XAVIER et al. (2017), a troca da chapa/molde reflete diferenças significativas nas variáveis térmicas e na morfologia da microestrutura, devido a eficiência de transferência de calor. O aumento da taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) causa à microestrutura um refinamento e mudança na morfologia da estrutura dendrítica (KRUPIŃSKI et al., 2014).

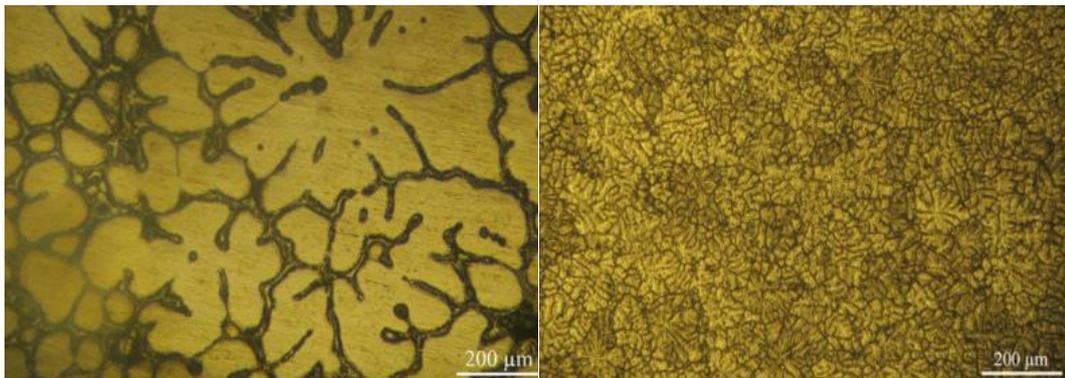
De acordo com BRITO et al. (2015), o efeito da taxa de resfriamento em ligas de Al e a natureza e distribuição das fases formando a microestrutura das ligas dependem da taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) durante a solidificação. GARCIA; PRATES (1978), já diziam que a taxa de solidificação e os gradientes térmicos, no entanto, são controlados pela direção e velocidade em que o calor é removido do metal para o molde.

CHEN et al. (2014), utilizou cinco espessuras de chapa/molde para promover diferentes taxas de resfriamento, os parâmetros de solidificação foram determinados pelo método de análise térmica assistida por computador. Ainda assim, CHEN et al. (2014), diz que, altas taxas de resfriamento influenciam os espaçamentos dendríticos primário e secundários ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ ),

ocasionando mudanças de temperatura trazendo a linha *solidus* para temperaturas mais baixas e espaçamentos dendríticos menores conforme a taxa aumenta.

A troca da chapa/molde mostra que a maior influência está diretamente relacionada com a retirada de calor, sendo assim, taxas de resfriamento menores faz com que o movimento convectivo no metal líquido seja mais duradouro, onde há uma maior fragmentação da estrutura de solidificação (LOBATO et al., 2017).

Sabendo que a chapa/molde influencia a taxa de resfriamento, trabalhos como o de (GHONCHEH; SHABESTARI; ABBASI, 2014), têm como objetivo investigar o efeito de diferentes taxas de resfriamento (0,4 a 17,5° C/s) na microestrutura e parâmetros de solidificação. Foi observado que os parâmetros de solidificação, como temperatura de nucleação, a temperatura de sub – resfriamento e a temperatura de solidificação são influenciadas pela a variação da taxa. Observando a Figura 17 (a) e (b), é notável como a taxa influencia no refino da microestrutura.



(a)

(b)

Figura 17 - Microestrutura com diferentes taxas de resfriamento (a): 0,42° C/s e (b): 17,45° C/s (GHONCHEH; SHABESTARI; ABBASI, 2014).

De acordo com GHONCHEH; SHABESTARI; ABBASI (2014), as características de solidificação são influenciadas pela taxa de resfriamento. A temperatura de várias fases de reações é deslocada para intervalos de tempo mais curtos com o aumento da taxa. Com o aumento dessa taxa é diminuído expressivamente a temperatura de nucleação quanto ao ponto de finalização da solidificação. Com disso o tempo de solidificação diminui e a amplitude da temperatura de solidificação aumenta conforme a taxa cresce, aumentando o refino da microestrutura, incluindo estruturas dendríticas e celulares e intermetálicos compostos.

### 3.8. Correlação entre propriedades mecânicas e microestruturais

#### 3.8.1. Ensaio de tração

Ligas obtidas através de fundição geram diversidades de microestruturas brutas de fusão, com isso, os parâmetros microestruturais como espaçamentos dendríticos e tamanho de grãos são fortemente influenciados pelo comportamento térmico do metal/molde, podendo impor diversas consequências nos produtos. As propriedades mecânicas dependem da disposição microestrutural que é definida pela solidificação, expressões correlacionadas com o comportamento mecânico e com os parâmetros microestruturais devem ser úteis para um futuro planejamento das condições de solidificação em termos de um determinado nível de resistência mecânica (QUARESMA; SANTOS; GARCIA, 2000).

O estudo de propriedades mecânicas em ligas com estruturas brutas de fusão é de suma importância, e vêm sendo estudadas ao longo do tempo, CANTÉ et al. (2010), estudou a correlação do espaçamento dendrítico sob a forma e as propriedades mecânicas, com isso o estudo conseguiu expressões relacionadas ao espaçamento interdendrítico com parâmetros térmicos de solidificação e propriedades mecânicas. Nas propriedades mecânicas verificou-se que o limite de resistência à tração e à tensão de escoamento aumentam com o aumento do teor de soluto de liga e com o espaçamento dendrítico primário e secundário, em consequência a deformação ou alongamento, foi considerado independente da composição da liga e da disposição dendrítica, como mostram as Figura 18 e Figura 19.

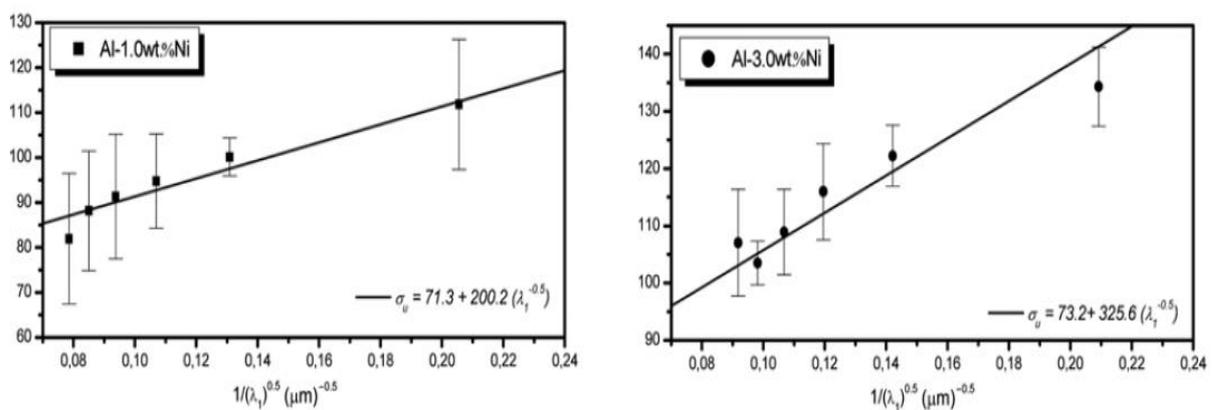


Figura 18 – Limite de resistência à tração em função do espaçamento dendrítico (CANTÉ et al., 2010).

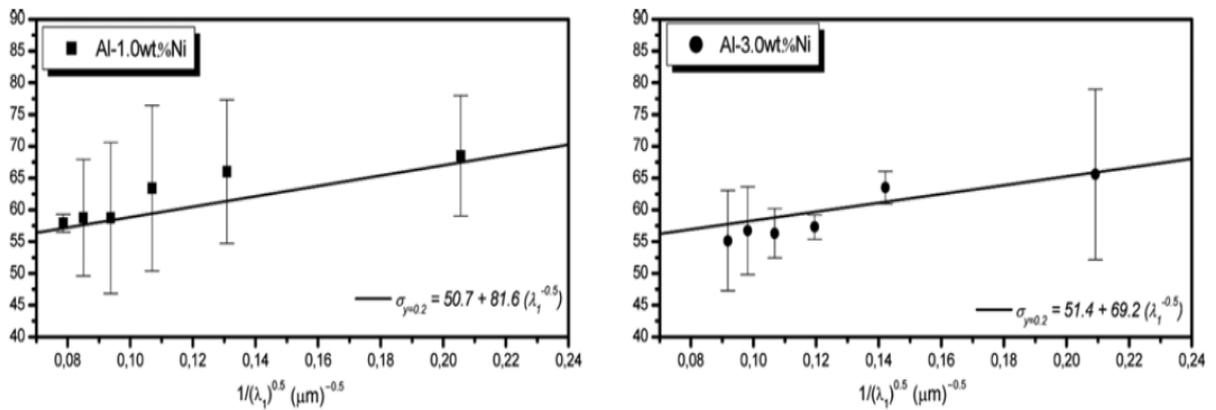


Figura 19 - Tensão de escoamento em função do espaçamento dendrítico (CANTÉ et al., 2010).

CRUZ et al. (2010), diz que a melhora na resistência é causada pelo refinamento da matriz dendrítica da liga e está fortemente ligada à distribuição da liga e está também fortemente ligada à distribuição mais homogênea das fases e outros obstáculos ao deslocamento das discordâncias durante o processo de deslizamento. As características mecânicas melhoradas das estruturas fundidas com espaçamento menores de dendrítica são devidas em grande parte ao comprimento de onda mais curta da periodicidade e micro segregação. O estudo de CRUZ et al. (2010), também faz a correlação do espaçamento dendrítico com a tensão de escoamento conforme a Figura 20, e tendo como resposta que quanto menor os espaçamentos dendríticos maior será a tensão de escoamento.

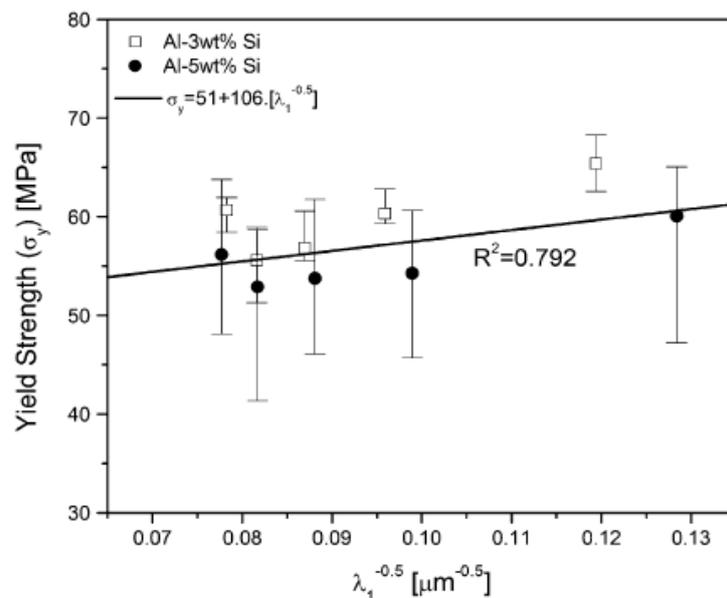


Figura 20 - Tensão de escoamento em função do espaçamento dendrítico primário. Adaptado (CRUZ et al., 2010).

Esse comportamento observado nas Figuras 18, 19 e 20 são demonstrados pelas seguintes literaturas: Solidificação Transitória das Ligas Al-11%Si e Eutética Al-11%Si-5%Ni: Parâmetros Térmicos, Microestrutura e Propriedades Mecânicas; The influence of polycrystal grain size on several mechanical os materials; Influência na microestrutura e na microdureza decorrente da adição de 4%Ag na liga Al-4%Cu solidificada unidirecionalmente; Correlation between dendrite arm spacing and microhardness during unsteady-state directional solidification of Al–Ni alloys; Hall–Petch Relation and the Localization of Plastic Deformation in Aluminum; Correlation between Unsteady-State Solidification Conditions, Dendrite Spacings, and Mechanical Properties of Al-Cu Alloys (ARMSTRONG, 1970; FARIA et al., 2015; KAKITANI, 2017; QUARESMA; SANTOS; GARCIA, 2000; SILVA et al., 2011; ZUEV; ZARIKOVSKAYA; FEDOSOVA, 2011).

### 3.8.2. Ensaio de microdureza

FARIA et al., (2015), diz que a microdureza não é influenciada pelas duas formas de espaçamentos dendrítico como mostra a Figura 21 em uma matriz rica em Al. Ao longo da seção transversal do lingote da liga de Al4%Cu mostrou que não houve alteração significativa mesmo com a variação de  $\lambda_2$ , permanecendo num valor constante de 52HV.

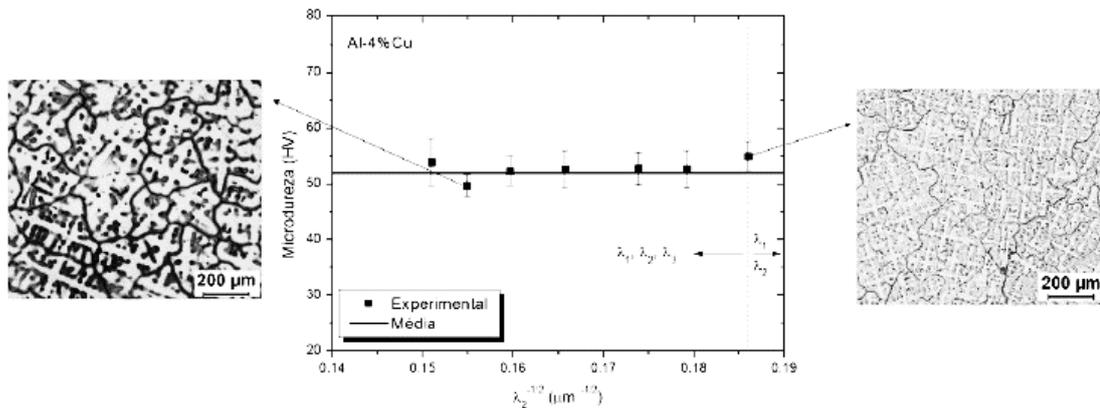


Figura 21 – Microdureza em função do espaçamento dendrítico secundário (FARIA et al., 2015).

Como feito para o ensaio de tração, a microdureza também pode ser correlacionada com a equação de Hall – Petch conforme a Figura 22. FARIA et al. (2015), mostrou que a equação de Hall – Petch pode ser empregada para correlacionar a microdureza Vickers (HV) como função do espaçamento dendrítico, ou seja, microdureza versus o inverso da raiz quadrada do espaçamento. Ele verificou que o perfil de microdureza cresce de acordo com o aumento de  $\lambda_2$ ,

sendo assim, ele diz que isso não vai com a definição clássica da literatura para o aumento de dureza em função da redução do tamanho de grão e do espaçamento dendrítico, ou seja, do refino da microestrutura.

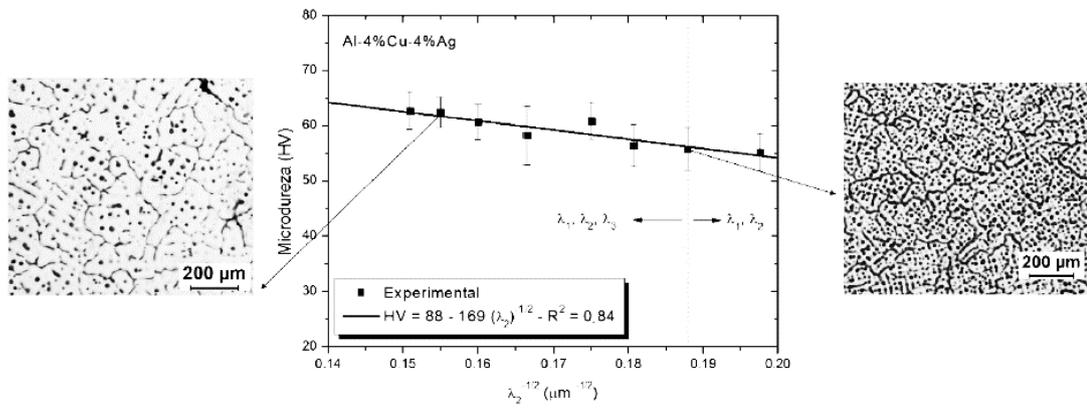


Figura 22 – Microdureza em função do espaçamento dendrítico secundário aplicando a equação de Hall – Petch (FARIA et al., 2015).

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Ações para obtenção e caracterização

Será apresentado neste capítulo a metodologia para a obtenção das respectivas ligas (Al0,4%Nb – CM<sub>1</sub> e CM<sub>2</sub>), as análises das ligas utilizadas subsequente às seguintes etapas para a concepção e análise da mesma, como: cálculo estequiométrico, preparo do forno experimental, fusão para homogeneização, obtenção da T<sub>L</sub>, vazamento da liga, montagem da lingoteira, resfriamento forçado com registro dos dados térmicos, cortes na horizontal e vertical para análise de microestrutura, análise de fluorescência de raios-x, análise metalográfica, microdureza, ensaio de excitação por impulso (*Sonelastic*), difração de raio-x (DRX) e ensaio de tração, conforme Figura 23.

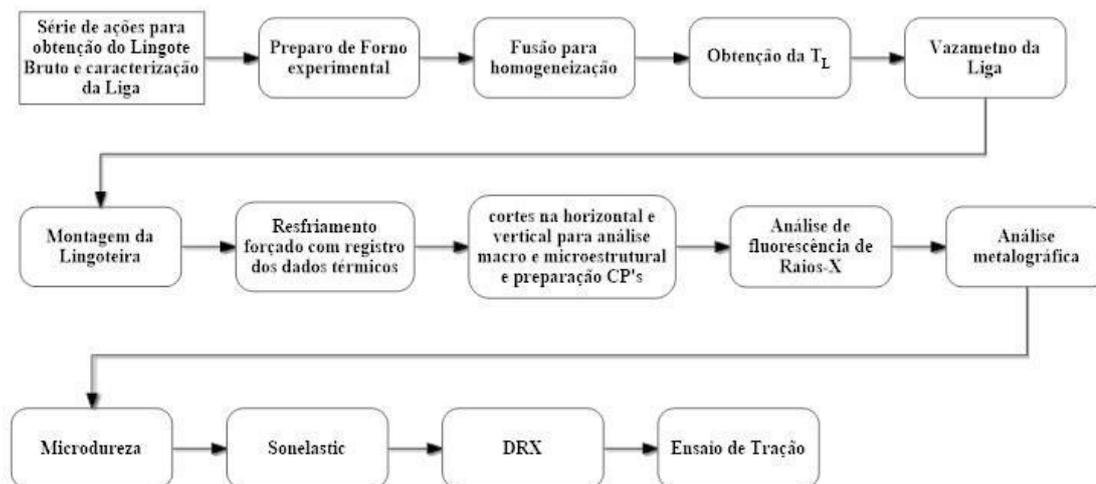


Figura 23 - Fluxograma das ações para obtenção e caracterização da Liga.

As ligas foram obtidas com alumínio 99,9% de pureza e Nióbio, cortadas de maneira a facilitar a solidificação e a disposição no cadinho. O estudo da influência da chapa/molde vai ser dado pelo aumento da vazão dentro da câmara de resfriamento para que se tenha duas condições de resfriamento. Sendo assim, as ligas obtidas por duas chapas/moldes diferentes:

- Al0,4%Nb – CM<sub>1</sub> (Q= 4m<sup>3</sup>/h);
- Al0,4%Nb – CM<sub>2</sub> (Q= 7,1m<sup>3</sup>/h);

Os procedimentos laboratoriais foram realizados no SG9 da Universidade de Brasília (UnB), no laboratório de solidificação. A fusão foi realizada em um forno experimental com solidificação unidirecional ascendente.

Posteriormente fusão e solidificação, o lingote foi seccionado para análise macro e microestrutural. Para a avaliação da macro e microestrutura foram usadas técnicas metalográficas, sendo assim, lixas e pastas para polimento. Logo após as técnicas metalográficas usou-se os ataques químicos: Flick (10 cc – HF, 15 cc HCL, 10 cc – H<sub>2</sub>O) para revelar macroestrutura e Keller (2 cc – HF, 3 cc – HCL, 5 cc – HNO<sub>3</sub> e 190 cc – H<sub>2</sub>O) para revelar a microestrutura de acordo com a ASM Metals Handbook (ASM, 1985).

Subsequentemente, as amostras são seccionadas para análise química, através de fluorescência de raios-x e análise da microestrutura no laboratório de metalográfica para a aquisição de imagens e medição de espaçamentos dendríticos ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ ), e aferição da microdureza.

#### 4.2. Cálculo estequiométrico

Com destino de serem realizados os cálculos às amostras de metais, foram submetidas à análises quali-quantitativas através de espectrofotometria de fluorescência de raios-x por energia dispersiva, EDX-XDF 720 da Shimadzu, apto a fazer análises de elementos em baixas concentrações desde o Na11 a U92. As concentrações foram levadas em avaliação no balanço de massa, assim, a massa específica do soluto e solvente e o volume da lingoteira conforme a Tabela 3.

Tabela 3 - Composição Química dos elementos utilizados para obtenção da liga.

Metais	Composição (%)								
	Al	Nb	Fe	Si	S	Ca	Ho	Ni	Outro
Alumínio	99.4	-	0.23	0.3	0.03	-	-	-	0.04
Nióbio	-	99.56	-	-	-	0.31	0.17	0.06	-

Para o corte dos materiais foi utilizado serra fita fabricação Starrett, modelo ST-3720 com refrigeração para realizar o corte do lingote de alumínio e pesagem em balança eletrônica Balmak, linha Brasil, com capacidade máxima de 5Kg e mínima de 20g com precisão de 1g.

#### 4.3. Fundição do alumínio bruto e homogeneização da liga com aferição da temperatura *liquidus*

Primeiramente foi alocado o alumínio para fusão em cadinho de grafite ligado a carbono AGF-8 incorporado com um sistema especial de proteção contra oxidação, da Salamander GF,

com capacidade de 900ml e levados ao forno tipo murfla, Elektro Therm, modelo Linn, com temperatura máxima de trabalho de 1200 °C, todo o interior revestido de placas refratárias e controlador de temperatura com diversas programações. O cadinho previamente revestido com Alumina (cimento a base de fibra cerâmica sílico – aluminosa QF – 180, da Unifrax, para evitar a contaminação da Liga).

Logo após a fundição do alumínio, foi adicionado o Nióbio e após a fusão dos metais, a liga foi agitada com haste de aço inoxidável revestida com alumina para que toda a mistura dos componentes se tornasse homogênea. Assim, o cadinho foi retirado do forno e alocado em uma caixa de areia para realizar a aferição da temperatura *liquidus* ( $T_L$ ). Para a aferição da  $T_L$  utilizou-se termopar do Tipo K (alumel-chromel) com isolamento mineral de diâmetro 1,5mm da Ecil Temperatura Industrial que foi inserido no metal líquido e os dados foram obtidos pelo aquisitor de dados da National Instruments modelo Hi-speed USB Carrier. Depois de obtida a  $T_L$ , o cadinho é recolocado no forno para refundir e posterior vazamento na lingoteira.

#### 4.4. Lingoteira

A lingoteira é composta por dois compartimentos, um que atua como câmara refrigeradora local pelo qual a água é circulada com o objetivo de retirada de calor e outro compartimento desenvolvido para receber a liga no estado líquido, definindo assim as dimensões do lingote. A representação esquemática do dispositivo de solidificação unidirecional experimental é mostrada na Figura 24 que é constituída por um sistema de arrefecimento (1, 2 e 3), uma chapa/molde (4) e um lingote (5) onde a mesma é projetada para a retirada de calor unidirecional e ascendente.

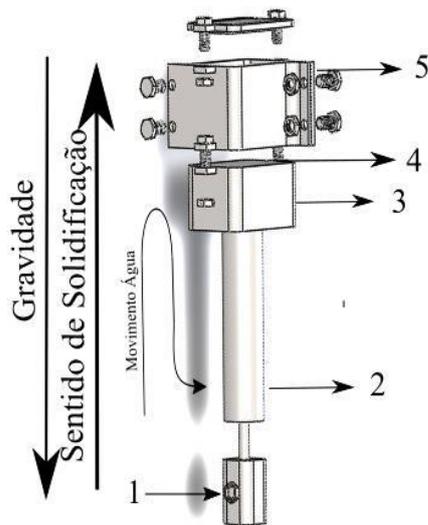


Figura 24 - Desenho esquemático do dispositivo de solidificação unidirecional 1- Entrada de água; 2- Saída de água; 3- Câmara de refrigeração; 4- Chapa/molde; 5- Lingote.

Para a aquisição dos parâmetros de resfriamento, foram alocados sete termopares do tipo K, com isolamento mineral e diâmetro de 1,5mm da Ecil Temperatura Industrial previamente calibrados e soldados, já que a cada experimento perdem a ponta foram posicionados na lingoteira a distâncias a partir da chapa/molde: 8mm, 10mm, 14mm, 18mm, 22mm, 27mm e 35mm. Para a aquisição dos dados utilizou-se o aquisitor da National Instruments modelo: Hi – Speed USB Carrier, Ni USB – 9162, com a configuração que permite a leitura e aquisição direta de dados e o software Labview Signal Express, do mesmo fabricante que realiza as medições em tempo real dos termopares e as transforma em dados digitais.

Após o preparo da lingoteira, a mesma foi posicionada no interior do forno e realizada as conexões das mangueiras de entrada e saída de água necessária para a refrigeração do lingote. Para que a vazão de água fosse controlada utilizou-se duas bombas uma modelo PH – 3500 fabricada pela Chuang Xing Eletric Appliances Co, submersa com eixo cerâmico, com vazão constante de 4m<sup>3</sup>/h e outra modelo BC – 91SSC fabricada pela Shneider Motobombas, com vazão constante de 7.1m<sup>3</sup>/h.

#### 4.5. Solidificação da liga e realização do experimento

Após a fusão e homogeneização da liga, injetou-se gás argônio comprimido durante um minuto, a vazão de 4L/min, com o objetivo de remover gases, como oxigênio, que provoca a

formação de porosidade na liga, com isso removeu-se o óxido formado com o auxílio de espátula inoxidável, com recobrimento de cimento refratário.

Em seguida a liga foi vertida na lingoteira de modo a preencher todo o volume necessário e solidificado naturalmente para que não houvesse convecção no líquido devido à turbulência do vazamento do metal durante o experimento, o forno não se encontrava previamente aquecido. Com o metal restante no interior do cadinho, retirou-se uma amostra para realização do ensaio de fluorescência de raios-x.

Em sequência, o metal foi novamente fundido utilizando as resistências elétricas do próprio forno experimental de solidificação até atingir uma temperatura superior à estipulada para o início do experimento, temperatura 10% acima da temperatura *liquidus*, onde permaneceu durante 1 hora para a estabilização da temperatura, em seguida a retirada dos cabos de força, para queda gradual de temperatura.

Sendo assim aguarda-se a queda de temperatura até a temperatura estipulada para o início do experimento, 5% acima da temperatura *liquidus*, é acionada a refrigeração forçada para a retirada de calor da chapa/molde, promovendo o resfriamento até a solidificação do volume total do metal líquido e mantendo a refrigeração até que não houvesse possibilidade de refusão por conta de inércia térmica.

#### 4.6. Variáveis térmicas experimentais

As variáveis térmicas podem ser determinadas experimentalmente a partir das curvas de resfriamento obtidas através da solidificação, onde os termopares coletam os dados do mesmo. Os procedimentos dos mesmos estão descritos abaixo:

Segundo FILHO (2013), o tempo de passagem da isoterma *liquidus* é obtido pelos pares ordenados, posição do termopar em relação a chapa/molde e o tempo, obtidos a partir do procedimento experimental. Esses tempos são obtidos a partir da intersecção de uma horizontal indicativa de cada temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares, ou seja, a partir da  $T_L$  da liga analisada traça-se uma reta paralela ao eixo dos tempos conforme Figura 25.

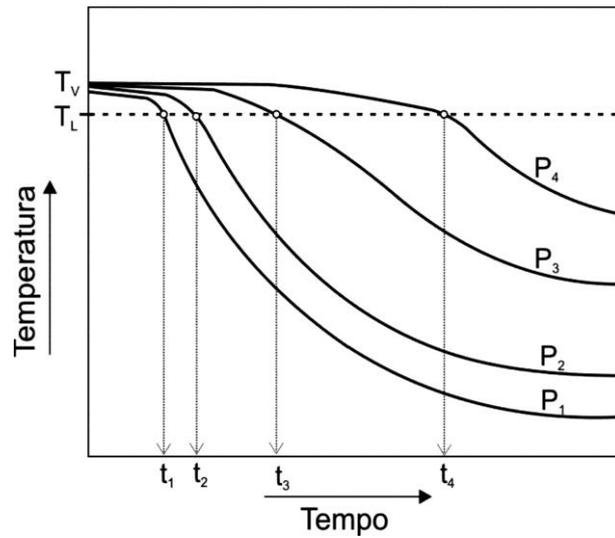


Figura 25 - Curva de Resfriamento (FILHO, 2013).

Para gerar a função que represente o deslocamento da isoterma em todo o lingote solidificado, usa-se um programa computacional que ajusta matematicamente a equação pelo método dos mínimos quadrados, gerando a função  $P(t)=a.t^b$ . Conforme a Figura 26.

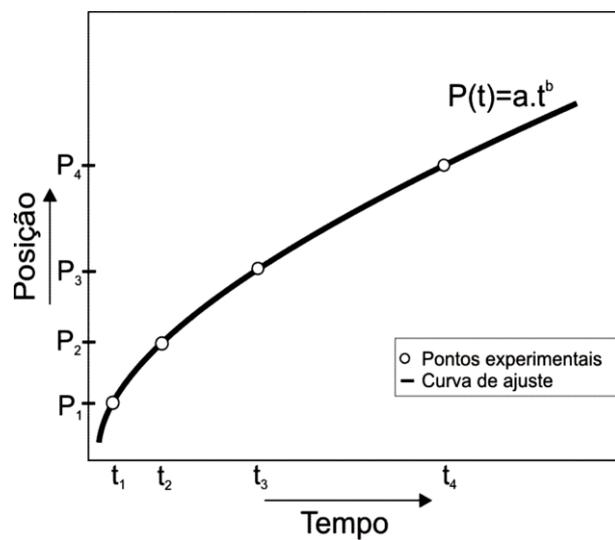


Figura 26 - Posição da Isoterma Liquidus (FILHO, 2013).

Velocidade de deslocamento da Isoterma *Liquidus*: A velocidade da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), é determinada através da derivada da função  $P(t)$  obtida através do programa computacional, isto é,  $V_L=dP/dt$ . Aplicado a derivada para cada tempo de passagem da isoterma *liquidus*, para cada termopar, obtém-se a velocidade. Conforme Figura 27.

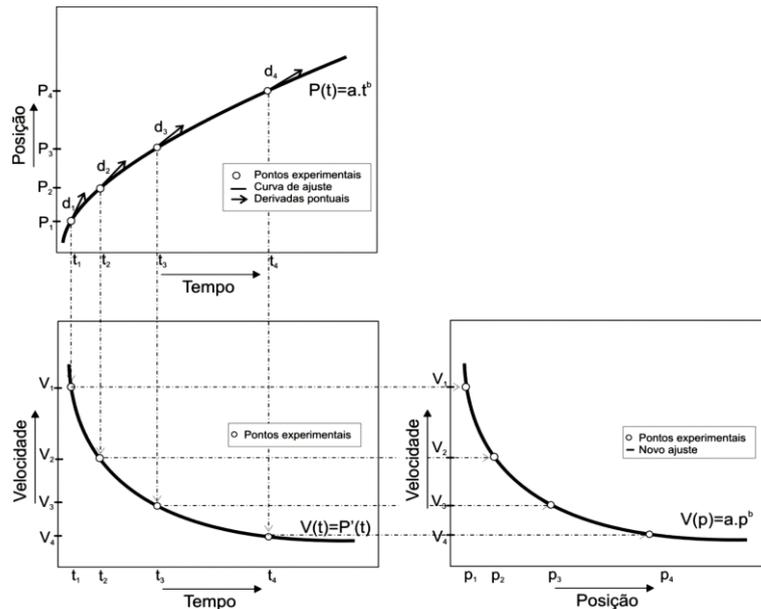


Figura 27 - Velocidade da Isotherma Liquidus (FILHO, 2013).

Taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ): é a interseção da reta de temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares, através do resultado da leitura direta das temperaturas imediatamente antes e depois da  $T_L$  e dos termopares correspondentes, ou seja,  $\dot{T} = \Delta T / \Delta t$ . Conforme a Figura 28.

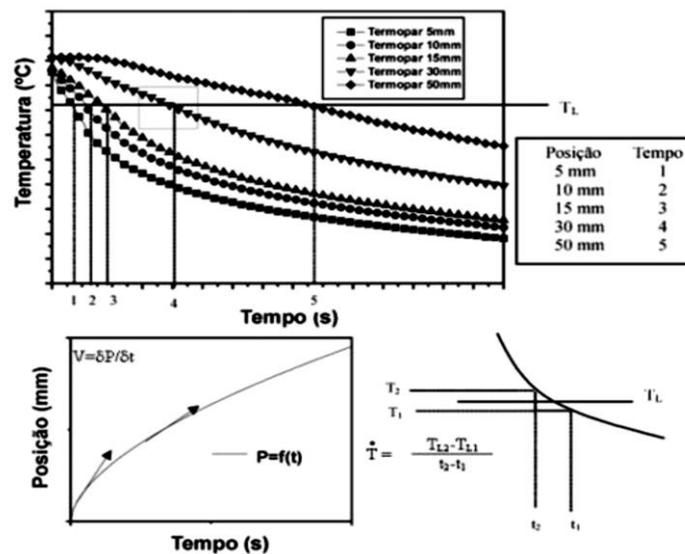


Figura 28 - Esquema representativo da obtenção da Taxa de resfriamento (DANTAS, 2014).

Gradiente Térmico ( $G_L$ ): os gradientes térmicos são obtidos através da equação  $G_L = \dot{T} / V_L$  (GARCIA, 2011).

#### 4.7. Caracterização macro e microestrutural

A caracterização macro e microestrutural dá-se pelos cortes no lingote bruto obtido experimentalmente através da solidificação, conforme o esquema ilustrativo na Figura 29. Observa-se que todas as amostras utilizadas para a caracterização foram retiradas a partir do centro do lingote, evitando a perda de direcionalidade da estrutura devido à fuga de calor pelas paredes laterais da lingoteira, nos sentidos longitudinais e transversais ao fluxo de calor.

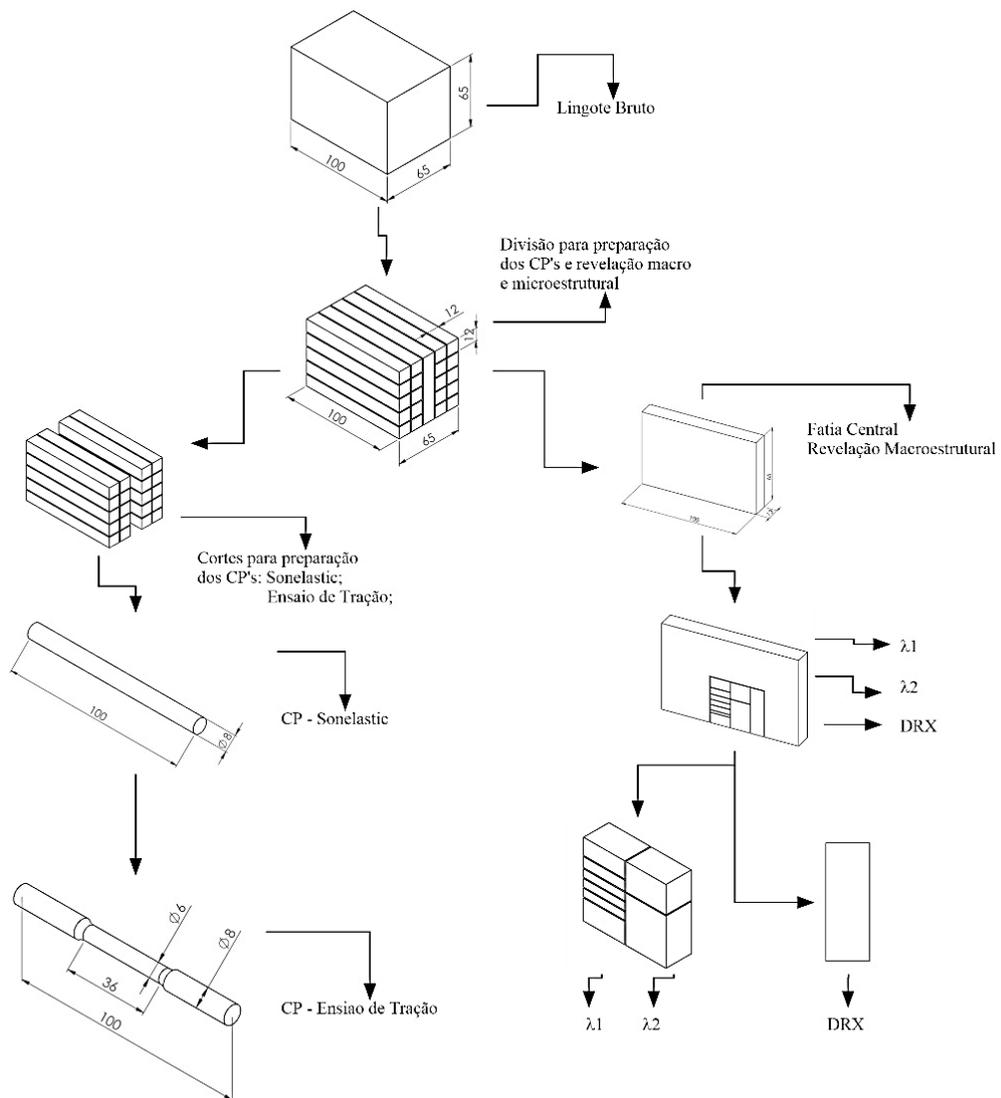


Figura 29 - Esquema ilustrativo para a preparação dos experimentos e ensaios.

Para a realização dos cortes utilizou serra fita circular, fabricação Starrett, modelo St – 3720, uma cut – off de precisão da struers, modelo Secotom – 15, utilizando disco de corte diâmetro 200mm com espessura de 0,8mm. Os cortes na serra fita foram realizados com baixa

velocidade de avanço, de forma que evitasse perdas de material durante o processo. Todos os cortes tiveram uma refrigeração contínua para evitar quaisquer tratamentos térmicos e mudanças nas características estruturais.

#### 4.8. Metalográfica para macro e microestrutura

Posteriormente os cortes longitudinais, realizados em serra fita, obtiveram-se o centro do lingote, que foi lixado manualmente com lixa d'água, com seguinte sequência granulométrica: 220, 400, 600, 800, 1200 e 2500  $\mu$ mesh, para revelação da macro e microestrutural.

A caracterização microestrutural foi realizada com a retirada de três amostras do centro do lingote com o auxílio da cut-off de precisão. Duas das amostras centrais foram destinadas à análise microestrutural, através da determinação dos espaçamentos dendríticos ( $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$ ).

A determinação dos espaçamentos dendríticos  $\lambda_1$  foi realizada nas posições dos termopares em relação a chapa/molde: 8mm, 10mm, 14mm, 18mm, 22mm, 27mm e 35mm. Para a determinação dos espaçamentos dendríticos  $\lambda_2$ , foram realizados dois cortes a 20mm. A Figura 29, mostra o esquema dos cortes realizados, todas as amostras foram marcadas (identificadas) e embutidas a frio com resina poliéster.

Para os espaçamentos dendríticos ( $\lambda_1, \lambda_2$ ) utilizou-se o método proposto por GÜNDÜZ; ÇADIRLI (2002), para obtenção das medidas diretas dos espaçamentos dendríticos primários, este aplica o critério de vizinhança que considera o valor do espaçamento  $\lambda_1$  igual a distância média entre o centro geométrico das dendritas, as medições sobre a seção transversal (perpendicular ao fluxo de calor) da amostra e as medidas dos espaçamentos dendríticos  $\lambda_2$  (seção longitudinal paralela ao fluxo de calor ou direção de crescimento), foi realizado pelo método da interceptação, foram efetuadas no mínimo 50 medições para cada posição analisada e no final foram obtidos a média dos valores e o respectivo intervalo de dispersão. Conforme Figura 30.

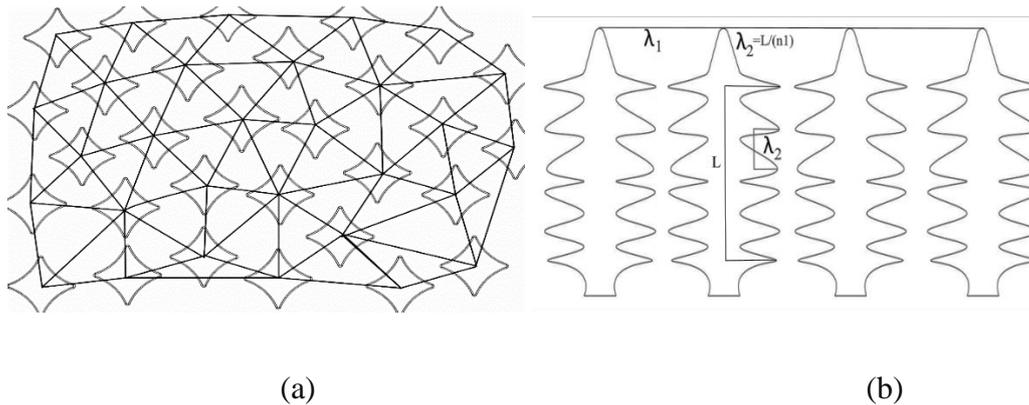


Figura 30 - Esquema Representativo da Técnica utilizada para quantificar os espaçamentos interdendríticos: (a) Espaçamento Dendrítico Primário ( $\lambda_1$ ); (b) Espaçamento Dendrítico Secundário ( $\lambda_2$ ) adaptado (DANTAS, 2014; FARIA et al., 2015; GÜNDÜZ; ÇADIRLI, 2002).

#### 4.9. Determinação módulo de elasticidade dinâmico e fator de amortecimento

Para a determinação do Módulo de Elasticidade (Módulo Young) e fator de amortecimento utilizou-se a técnica de excitação por impulso, utilizando-se o sistema *Sonelastic* da empresa ATCP Engenharia Física. Esse equipamento capta o som emitido pelo corpo de prova submetido a um impulso mecânico e a partir dele determina as frequências naturais do material e o decaimento da vibração, obtendo assim o módulo de elasticidade e o amortecimento do material de acordo com a norma ASTM E1876 – 09 (ASTM INTERNATIONAL, 2015).

Segundo CASTILHO (2016), o fator de amortecimento, mecanismo pelo qual a amplitude das oscilações de um sistema é diminuída pela conversão de energia cinética em outro tipo, geralmente sonora ou calor. O fator de amortecimento quantifica o amortecimento de um sistema mecânico bem como a dissipação interna de fluidos, metais, polímeros, materiais viscoelásticos entre outros.

O aparelho de caracterização via excitação por impulso, caracteriza qualquer material rígido com formatos regulares, usinou-se os corpos de prova (CP), onde foram obtidos a partir dos lingotes produzidos experimentalmente, com formato cilíndrico, conforme as dimensões apresentadas na Figura 31. Posteriormente à usinagem dos CP's, foram lixados com lixas de granulometria: 220, 400, 600, 800 e 1200 $\mu$ mesh e polidos com pano de polimento metalográfico.

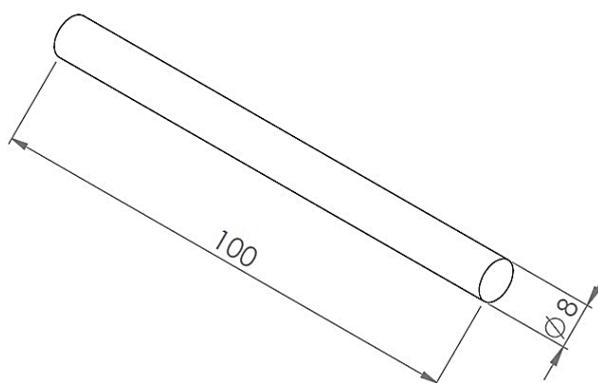


Figura 31 - Esquema dos CP's utilizados para ensaio Sonelastic (Dimensões em mm).

O ensaio *Sonelastic* é formado por unidades de processamento, um suporte depende da geometria e das dimensões da amostra e de acessórios como o captador acústico e o sistema de pulsado, para excitação de forma automática dos CP's (DANTAS, 2014).

O aparelho foi ajustado com o modo de aquisição automático e a análise “*Single Flexural*” que necessita somente dos seguintes parâmetros: frequência flexional e da Razão de Poisson. A liga estudada é desenvolvida experimentalmente, não contento relatos do mesmo previamente, utilizou-se a Razão de Poisson de 0,33, a mesma do alumínio puro e algumas de suas ligas. Para a frequência flexional e cálculo do módulo de elasticidade e fator de amortecimento é necessário as seguintes informações: dimensões dos CP's, massa e as frequências naturais de vibração para a obtenção dos dois parâmetros iniciais, utilizou-se um paquímetro eletrônico digital com faixa de medição que vai de 0 a 150mm e resolução de 0,01mm da Stainless Hardened, micrômetro Tesa da Tesamaster que realiza medidas de até 25mm, com incerteza de 0,001mm, e balança analítica Unibloc da Shimadzu, modelo AUY 220, com capacidade máxima de 220g e mínima de 0,1mg. Foram realizadas 10 excitações para cada corpo de prova com ambiente em abrigo de ruídos excessivos.

#### 4.10. Ensaio de microdureza vickers

O ensaio de dureza consiste na aplicação de uma carga na superfície do material empregando um penetrador, produzindo uma marca superficial ou impressão. A medida da dureza do material ou da dureza superficial é dada como função das características da marca de impressão e da carga aplicada em cada tipo de ensaio realizado.

O ensaio de microdureza foi realizado com microdurômetro da EmcoTest modelo DuraScan 20, conforme Figura 32, para os ensaios foram realizadas 20 endentações para cada posição ao longo de todas as alturas dos termopares no sentido transversal ao fluxo de calor. Respeitando a norma (ASTM INT., 2012). Foi utilizado no ensaio uma carga de 50gf com tempo de aplicação total de 15s (DOS SANTOS CARDOSO et al., 2017; FARIA et al., 2015; MELADO et al., 2015; SIMÕES et al., 2015).



Figura 32 - Aparelho para ensaio de microdureza.

#### 4.11. Ensaio de difração de raios – x (DRX)

Foram retiradas amostra nas alturas dos termopares ao longo do lingote para a realização do ensaio de DRX transversal ao fluxo de calor. As análises foram realizadas com intuito de determinar as fases presentes nas ligas obtidas experimentalmente neste trabalho. As análises foram realizadas na central analítica do instituto de química da UnB (CAIQ), o equipamento utilizado foi difratômetro de raios-x (DRX), marca Bruker modelo Smart Apex II conforme a Figura 33.



Figura 33 - Difratorômetro de Raios X – Central analítica do instituto de química da UnB.

Os parâmetros adotados foram para uma ampla gama de ângulos de difração ( $2\theta$ ) que variam de  $20^\circ$  a  $120^\circ$  com passo angular de  $0,05^\circ$  e com tempo de contagem por ponto igual a 2,4s (NASCIMENTO; ANASTASIIA, 2017).

#### 4.12. Ensaio de tração

O ensaio de tração consiste em uma aplicação de carga de tração uniaxial crescente em um corpo de prova até a ruptura. Com a variação do comprimento em função da carga aplicada com o tratamento dos dados obtidos obtém-se uma curva tensão *versus* deformação do corpo de prova. O ensaio trata-se de um ensaio muito utilizado na indústria de componentes mecânicos, devido à vantagem de fornecer dados quantitativos das características mecânicas dos materiais, dentre os principais resultados são eles: limite de resistência à tração, limite de escoamento, módulo de elasticidade, módulo de resiliência, módulo de tenacidade, coeficiente de encruamento, coeficiente de resistência e parâmetros relativos à ductilidade. O ensaio é bastante utilizado como teste de controle para matéria-prima e controle de processo. Os resultados obtidos pelo ensaio são fortemente influenciados pela temperatura, velocidade de deformação, anisotropia do material, tamanho do grão, porcentagem de impurezas e poros e pelas condições do ambiente (GARCIA, AMAURI; SPIM, JAIME ALVARES; SANTOS, 2012).

Com isso o ensaio é realizado em Corpos de Provas (CP's), submetidos à cargas de tração acrescida gradativamente de maneira uniaxial e longitudinal. O ensaio é realizado até a ruptura ou deformação que não seja mais reversível, os CP's foram retirados do bloco bruto de fusão transversalmente ao fluxo de calor. Conforme a Figura 34, mostra a padronização do CP para o ensaio conforme as normas ASTM E8/E8M – 13a (ASTM INT., 2009).

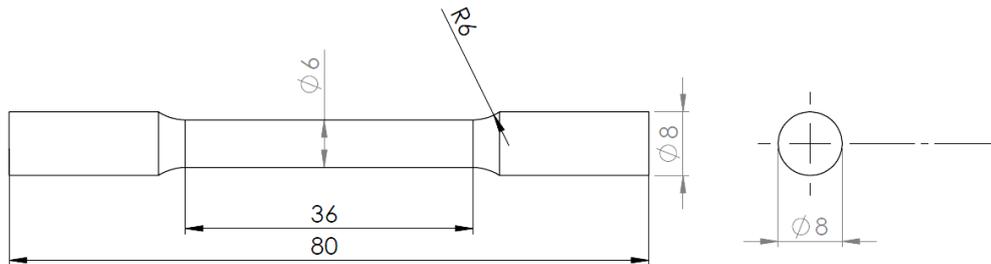


Figura 34 - Corpo de prova ensaio de tração (Dimensões em mm).

## 5. RESULTADOS E DISCURSÕES

Neste tópicos serão apresentados e discutidos os resultados obtidos através dos ensaios experimentais como: variáveis térmicas, macro e microestrutura, ensaios dinâmicos e ensaios mecânicos.

### 5.1. Variáveis Térmicas

Na Figura 35 (a) e (b), é observado as curvas de resfriamento obtidas para os lingotes das ligas Al0.4%Nb – CM<sub>1</sub> e Al0.4%Nb – CM<sub>2</sub> respectivamente. As curvas obtidas são referentes ao registro da temperatura em decorrência do tempo para cada termopar posicionado ao longo do lingote. Nas figuras é destacado a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) que são respectivamente iguais a 651,7° C e 651,1° C. Essa diferença entre as duas  $T_L$  pode praticamente ser desconsiderada, sendo assim, consideradas iguais, podendo está associada a erro na leitura do termopar. É observado que para liga CM<sub>1</sub> que o tempo de resfriamento é mais lento e para CM<sub>2</sub> a retirada de calor é de forma mais eficiente, mais rápida, quando comparado o tempo da passagem da isoterma *liquidus*. Para a liga CM<sub>1</sub> não foi possível a aquisição do dado do termopar na altura de 8 e 35mm, devido o mesmo ter falhado, isso ocorreu também para a altura de 8mm da liga CM<sub>2</sub>. Com isso, nota-se que antes da solidificação já existe um gradiente térmico no metal líquido, proporcionando pelo dispositivo de solidificação unidirecional ascendente, devido a isso, é usado como referência para a temperatura de início do experimento o termopar mais próximo a chapa/molde.

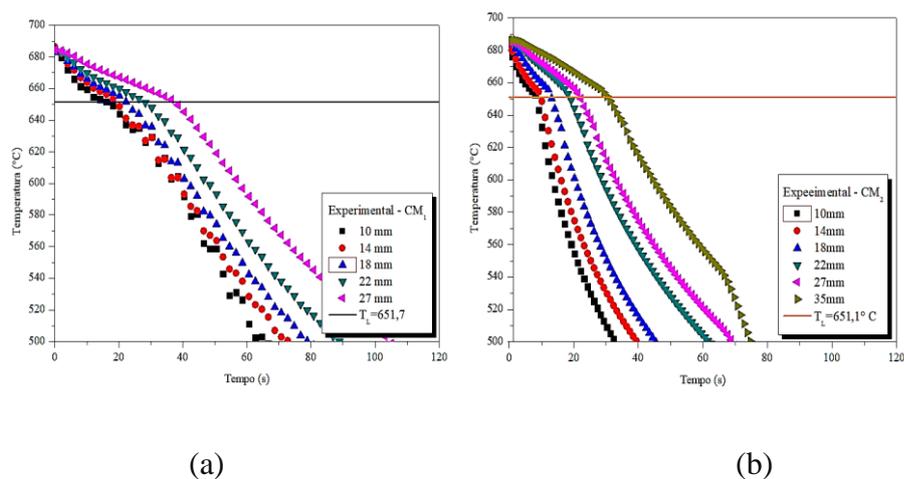


Figura 35 - (a) Curva de resfriamento para liga CM<sub>1</sub> e (b) Curvas de resfriamento para a liga CM<sub>2</sub>. Os números contidos na legenda mostram as alturas dos termopares em relação a chapa/molde.

Na Figura 35 (a) e (b), são apresentados resultados da aquisição das temperaturas em cada altura ao longo do lingote, analisando as figuras, é possível observar que a liga CM<sub>2</sub> é solidificada mais rapidamente em função da chapa/molde, difusividade térmica e redistribuição de soluto. É de extrema importância a análise das curvas de resfriamento, porque através das mesmas serão obtidas as variáveis térmicas onde serão correlacionadas com os parâmetros microestruturais.

Através das curvas de resfriamento correspondente de cada um dos termopares foram obtidas as curvas de posição da isoterma *liquidus* conforme a Figura 36, é mostrado que o ajuste em forma de potência ( $P=a.t_L^b$ ) proposto é apropriado para representar a correlação entre  $t$  e  $P$ , onde o  $R^2$  ficou acima de 0,95. É notado que para todas as posições o tempo de passagem é diferente para cada liga tanto CM<sub>2</sub> e CM<sub>1</sub>, sendo que para CM<sub>2</sub> é mais rápido. Velocidade da isoterma *liquidus* em função da posição conforme a Figura 37 que dá – se pelo intervalo de tempo que a isoterma *liquidus* passou na posição correspondente a uma determinada altura do termopar e o intervalo do tempo para o qual passou na posição correspondente ao termopar seguinte. A taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) foi obtida através da diferença de temperatura dividida pela diferença do tempo, então é utilizado um ponto anterior e um posterior ao tempo de passagem da  $T_L$  (OKAMOTO; KISHITAKE, 1975) de acordo com a Figura 38 e como descrito na Figura 28.

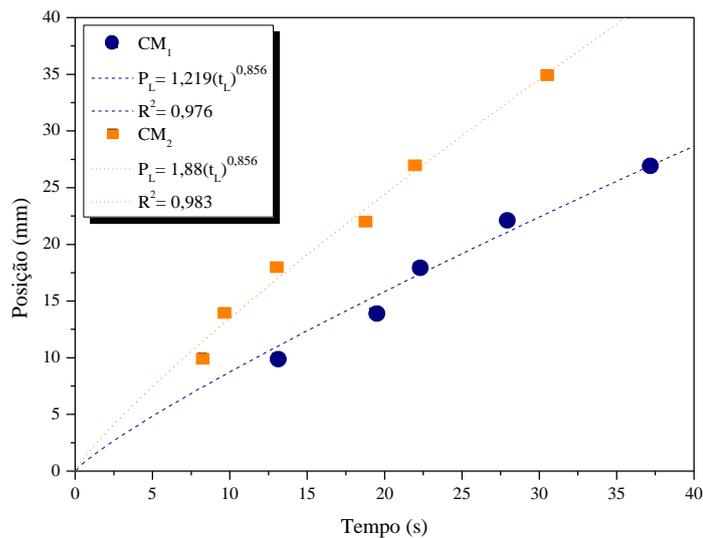


Figura 36 – Comparação das passagens das isothermas *liquidus* por posições estratégicas em função do tempo para a liga em estudo.

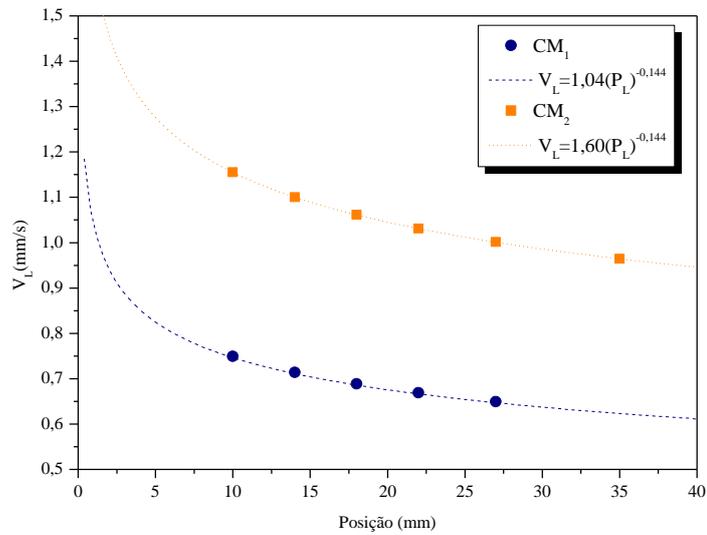


Figura 37 – Comparação das velocidades das isothermas *liquidus* em função da posição para a liga em estudo.

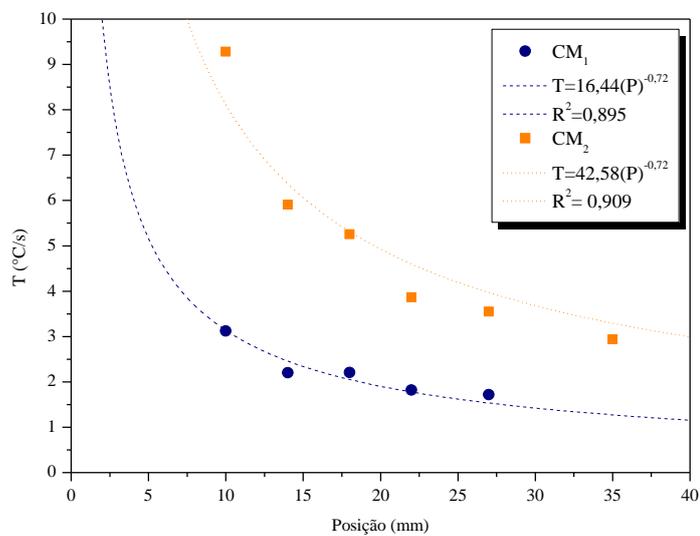


Figura 38 – Comparação das taxas de resfriamento experimentais obtidas pelo módulo da razão entre os intervalos de temperatura e tempo obtidos antes e depois da passagem das isothermas *liquidus* por cada termopar para a liga em estudo.

A Figura 38 mostra que o perfil da taxa de resfriamento das ligas, destacando que a liga CM<sub>2</sub> tem uma perda maior na taxa de resfriamento devido a retirada de calor nesse ensaio ser maior que o outro, podendo começar a se estabilizar após 30mm para ambas as ligas.

As curvas de  $V_L$  e  $\dot{T}$  mostram um perfil decrescente a partir do momento que se afastar da interface metal/molde, ou seja, quanto mais distante, menores são os valores das variáveis térmicas. Esse fenômeno ocorre devido a se formar uma camada já solidificada, uma interface sólido/líquido, e com isso aumenta a resistência térmica do sólido dificultando a passagem de calor em direção ao molde conforme as Figura 36 e Figura 37.

O gradiente térmico a frente da interface de sólido/líquido, aponta como a temperatura está distribuída por unidade de comprimento conforme mostra a Figura 39.

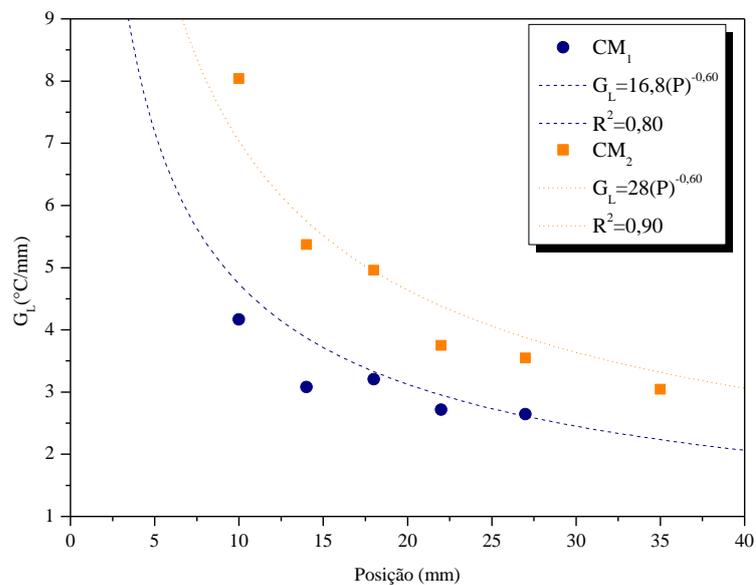


Figura 39 – Comparação dos gradientes térmicos em função da posição para as ligas em estudo.

Quando o gradiente térmico é muito alto durante o processo de solidificação, ele assegura a solidificação sequencial ao longo do lingote como também evita que grãos equiaxiais se iniciem em zonas de sub – resfriamento constitucional dentro do líquido fundido (WANG et al., 2014). Esse gradiente também reduz a segregação e permite a temperatura de operação dos materiais serem maiores (BRUNDIDGE; MILLER; POLLOCK, 2011).

A Tabela 4, traz um resumo das variáveis térmicas exibidas acima mostrando valores para  $V_L$ ,  $\dot{T}$  e  $G_L$  em relação a posição dos termopares.

Tabela 4 - Resumo das variáveis térmicas.

Posição (mm)	Variáveis Térmicas – Al0,4%Nb					
	CM <sub>2</sub>			CM <sub>1</sub>		
	V <sub>L</sub> (mm/s)	$\dot{T}$ (°C/s)	G <sub>L</sub> (°C/mm)	V <sub>L</sub> (mm/s)	$\dot{T}$ (°C/s)	G <sub>L</sub> (°C/mm)
10	1,15513	9,2808	8,03871	0,7495	3,5152	4,16602
14	1,1005	5,9071	5,37055	0,71405	2,2078	3,08111
18	1,06138	5,2573	4,95596	0,68867	1,8182	3,20597
22	1,03115	3,8656	3,75088	0,66906	1,7188	2,71768
27	1,00119	3,5506	3,54828	0,64962	1,6986	2,64595

## 5.2. Caracterização macroestrutura

A Figura 40, mostra a macroestrutura de solidificação das ligas CM<sub>2</sub> e CM<sub>1</sub>, a macroestrutura está composta por grãos colunares e uma transição colunar/equiaxial (TCE). Segundo GARCIA (2011), peças fundidas ou lingotes de materiais metálicos podem apresentar estruturas completamente colunares ou totalmente equiaxiais, dependendo da composição química da liga e das condições de solidificação. Entretanto, uma estrutura mais complexa pode passar a existir. Essa forma TCE só acontece se for possível nuclear e crescer grãos equiaxiais à frente da interface colunar de crescimento.

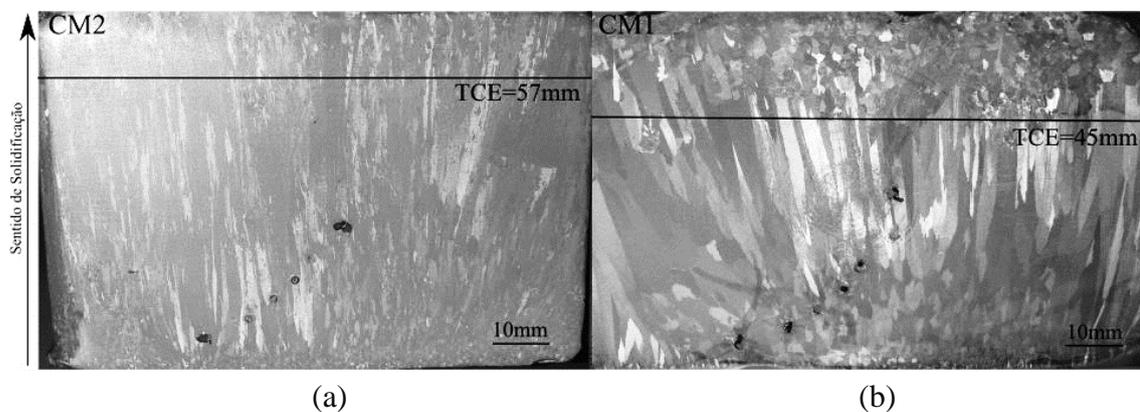


Figura 40 - Macroestrutura: (a) CM<sub>2</sub>:  $\dot{T}$  = 2,31° C/s e (b) CM<sub>1</sub>:  $\dot{T}$  = 1,06° C/s.

A Figura 40 mostra que para o experimento CM<sub>2</sub> a transição ocorreu de forma tardia, isso pode ser devido a taxa de resfriamento que é umas das variáveis que torna possível a existência da TCE, o experimento CM<sub>1</sub> possui umas das variáveis responsável pela formação da TCE que é a taxa de resfriamento menor, sabendo que altas taxas de resfriamento favorecem a formação de estruturas colunares, pode-se dizer que o acontecimento da TCE será mais notável na liga CM<sub>1</sub> devido a interface metal/molde ter taxas de resfriamento menores, onde a retirada de calor é mais lenta.

### 5.3. Caracterização microestrutural

As Figura 41 e Figura 42, mostram as imagens óticas das microestruturas longitudinais e transversais das ligas de  $CM_1$  e  $CM_2$ , as imagens são associadas com os parâmetros térmicos como:  $V_L$  e  $\dot{T}$  e seus espaçamentos dendríticos ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ ). Sendo assim, com velocidades e taxas de resfriamento maiores próximo a chapa/molde, mostra um refinamento da microestrutura, uma vez que a resistência térmica aumenta devido a camada solidificada formada, é notável que o perfil de formação dendrítica é crescente, aumentando os espaçamentos dendrítico ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ ) ao longo do lingote. Todas as imagens foram registradas com aumento de 200x a fim de estabelecer critérios comparativos. Com a barra de 100 $\mu$ m.

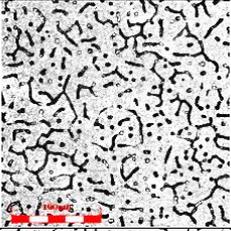
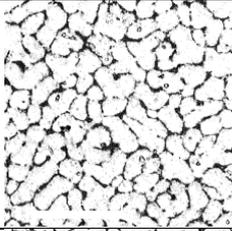
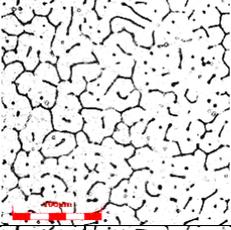
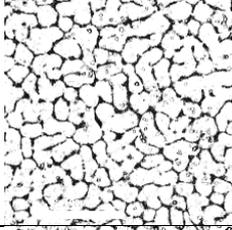
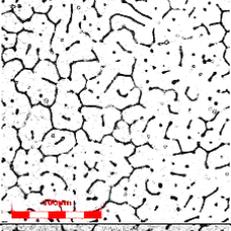
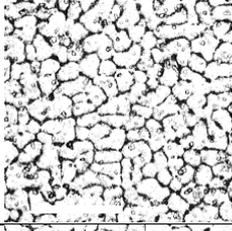
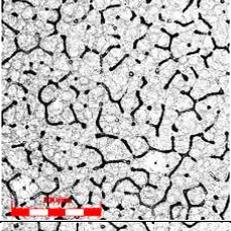
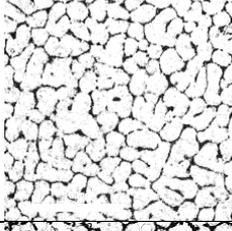
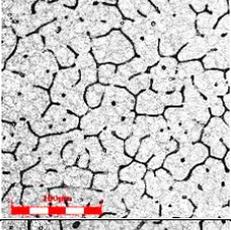
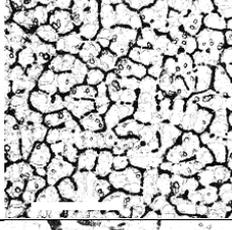
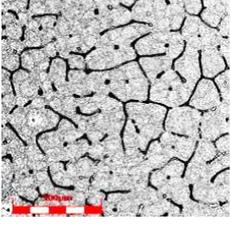
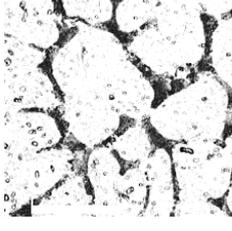
Al0,4%Nb – CM <sub>2</sub> – ( $\lambda_1$ )		Al0,4%Nb – CM <sub>1</sub> – ( $\lambda_1$ )	
	Posição: 10mm $V_L=1,15\text{mm/s}$ $\dot{T}=9,28^\circ\text{C/s}$ $G_L=8,03^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=82,5\mu\text{m}$		Posição: 10mm $V_L=0,74\text{mm/s}$ $\dot{T}=3,9^\circ\text{C/s}$ $G_L=4,16^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=134,1\mu\text{m}$
	Posição: 14mm $V_L=1,10\text{mm/s}$ $\dot{T}=5,90^\circ\text{C/s}$ $G_L=5,37^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=90,4\mu\text{m}$		Posição: 14mm $V_L=0,71\text{mm/s}$ $\dot{T}=3,51^\circ\text{C/s}$ $G_L=3,08^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=177,7\mu\text{m}$
	Posição: 18mm $V_L=1,06\text{mm/s}$ $\dot{T}=5,25^\circ\text{C/s}$ $G_L=4,95^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=93,7\mu\text{m}$		Posição: 18mm $V_L=0,68\text{mm/s}$ $\dot{T}=2,20^\circ\text{C/s}$ $G_L=3,20^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=193,1\mu\text{m}$
	Posição: 22mm $V_L=1,03\text{mm/s}$ $\dot{T}=3,96^\circ\text{C/s}$ $G_L=3,75^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=106,3\mu\text{m}$		Posição: 22mm $V_L=0,66\text{mm/s}$ $\dot{T}=1,81^\circ\text{C/s}$ $G_L=2,71^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=199,8\mu\text{m}$
	Posição: 27mm $V_L=1\text{mm/s}$ $\dot{T}=3,55^\circ\text{C/s}$ $G_L=3,54^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=126,1\mu\text{m}$		Posição: 27mm $V_L=0,64\text{mm/s}$ $\dot{T}=1,71^\circ\text{C/s}$ $G_L=2,64^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=219,3\mu\text{m}$
	Posição: 35mm $V_L=0,96\text{mm/s}$ $\dot{T}=2,93^\circ\text{C/s}$ $G_L=3,04^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=127,6\mu\text{m}$		Posição: 35mm $V_L=0,60\text{mm/s}$ $\dot{T}=1,5^\circ\text{C/s}$ $G_L=2,56^\circ\text{C/mm}$ $\lambda_1=264,1\mu\text{m}$

Figura 41 - Microestrutura transversal ao fluxo de calor  $\lambda_1$ : Ligas Al0.4%Nb (CM1 e CM2).

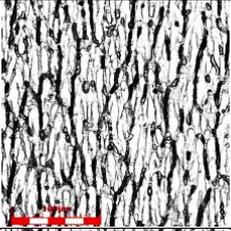
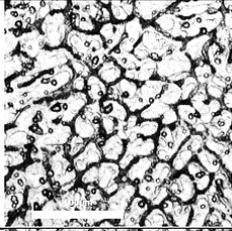
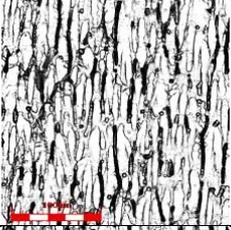
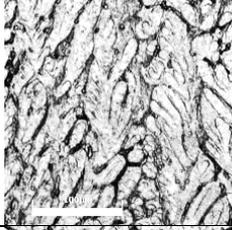
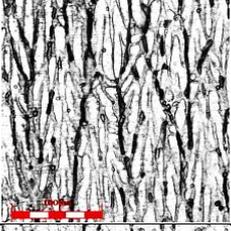
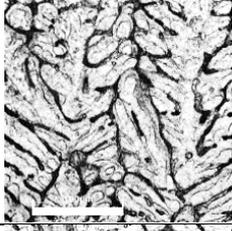
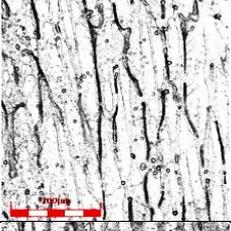
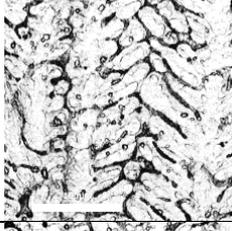
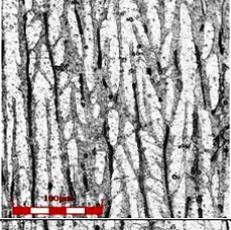
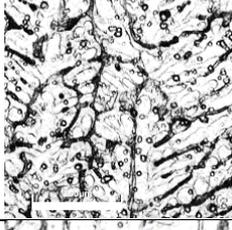
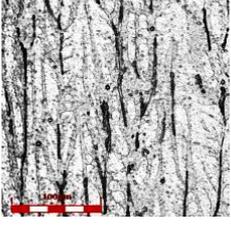
Al0,4%Nb – CM <sub>2</sub> – ( $\lambda_2$ )		Al0,4%Nb – CM <sub>1</sub> – ( $\lambda_2$ )	
	Posição: 10mm $V_L=1,15\text{mm/s}$ $\dot{T}=9,28^\circ\text{ C/s}$ $G_L=8,03^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=14,4\mu\text{m}$		Posição: 10mm $V_L=0,74\text{mm/s}$ $\dot{T}=3,9^\circ\text{ C/s}$ $G_L=4,16^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=32,32\mu\text{m}$
	Posição: 14mm $V_L=1,10\text{mm/s}$ $\dot{T}=5,90^\circ\text{ C/s}$ $G_L=5,37^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=15,4\mu\text{m}$		Posição: 14mm $V_L=0,71\text{mm/s}$ $\dot{T}=3,51^\circ\text{ C/s}$ $G_L=3,08^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=37,72\mu\text{m}$
	Posição: 18mm $V_L=1,06\text{mm/s}$ $\dot{T}=5,25^\circ\text{ C/s}$ $G_L=4,95^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=16,4\mu\text{m}$		Posição: 18mm $V_L=0,68\text{mm/s}$ $\dot{T}=2,20^\circ\text{ C/s}$ $G_L=3,20^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=38,55\mu\text{m}$
	Posição: 22mm $V_L=1,03\text{mm/s}$ $\dot{T}=3,96^\circ\text{ C/s}$ $G_L=3,75^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=18,1\mu\text{m}$		Posição: 22mm $V_L=0,66\text{mm/s}$ $\dot{T}=1,81^\circ\text{ C/s}$ $G_L=2,71^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=41,24\mu\text{m}$
	Posição: 27mm $V_L=1\text{mm/s}$ $\dot{T}=3,55^\circ\text{ C/s}$ $G_L=3,54^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=19,2\mu\text{m}$		Posição: 27mm $V_L=0,64\text{mm/s}$ $\dot{T}=1,71^\circ\text{ C/s}$ $G_L=2,64^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=52,89\mu\text{m}$
	Posição: 35mm $V_L=0,96\text{mm/s}$ $\dot{T}=2,93^\circ\text{ C/s}$ $G_L=3,04^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=22,8\mu\text{m}$		Posição: 35mm $V_L=0,60\text{mm/s}$ $\dot{T}=1,5^\circ\text{ C/s}$ $G_L=2,56^\circ\text{ C/mm}$ $\lambda_2=56,72\mu\text{m}$

Figura 42 – Microestrutura longitudinal ao fluxo de calor  $\lambda_2$ : Ligas Al0.4%Nb (CM<sub>1</sub> e CM<sub>2</sub>).

As Figura 41 e Figura 42, mostram a estrutura dendrítica em que foi somente observado a formação de braços primários e secundários. Os resultados permitem avaliar a influência da chapa/molde para ambos os experimentos nota – se que com  $\dot{T}$  mais intensas a microestrutura

apresenta grãos mais refinados, e que as variáveis térmicas mencionadas na Tabela 4, proporcionam maiores valores nas mesmas e trazem influência para os espaçamentos  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ .

As Figura 43 e Figura 44 mostram os valores das leis experimentais dos espaçamentos dendríticos ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ ) para as ligas CM<sub>1</sub> e CM<sub>2</sub> em função da posição em relação a chapa/molde. A barra de erro é relação ao desvio padrão obtido pelas 50 medidas realizadas para cada posição pelo método (GÜNDÜZ; ÇADIRLI, 2002).

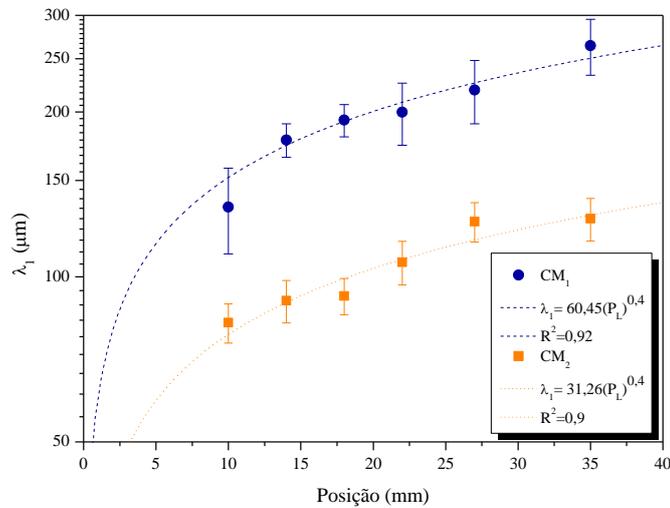


Figura 43 – Evolução dos valores do espaçamento dendrítico  $\lambda_1$  e leis experimentais: CM<sub>1</sub> e CM<sub>2</sub>.

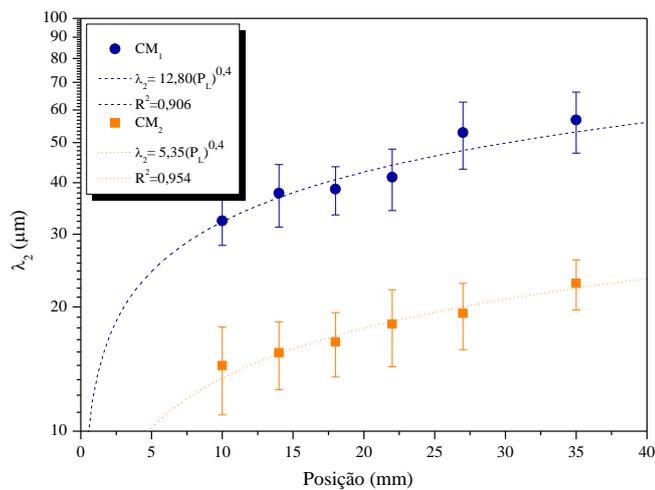


Figura 44 – Evolução dos valores do espaçamento dendrítico  $\lambda_2$  e leis experimentais: CM<sub>1</sub> e CM<sub>2</sub>.

Descrito acima, pode-se notar que os espaçamentos dendríticos são mais refinados nas posições mais próximas da base refrigerada e que a chapa/molde influencia também nesse refinamento, e conforme se distancia dessa região, as dendritas se tornam cada vez mais grosseiras.

De acordo com as Figura 45 e Figura 46, pode ser observada as relações entre os espaçamentos dendríticos e os parâmetros térmicos. Pode-se notar de imediato, que altas taxas e velocidades beneficiam menores espaçamentos dendríticos e que a chapa/molde influencia diretamente as variáveis térmicas ( $\dot{T}$  e  $V_L$ ) e o espaçamentos.

A Figura 45 mostra a correlação dos parâmetros térmicos com os valores experimentais dos espaçamentos dendríticos primário ( $\lambda_1$ ) para as ligas Al0,4%Nb em função da taxa de resfriamento. A figura indica que para espaçamentos mais refinados há um crescente nos valores destes parâmetros térmicos. Observa-se na Figura 38 que há um coeficiente de correlação ( $R^2 > 0.65$ ) entre os pontos e a curva traçada.

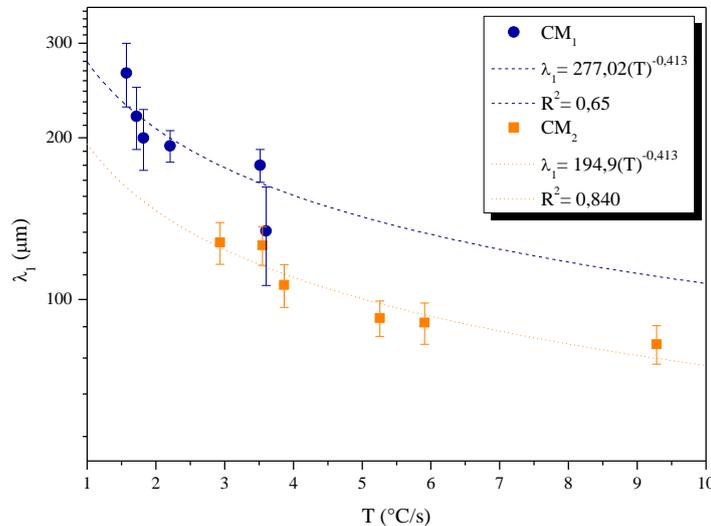


Figura 45 – Evolução dos valores do espaçamento dendrítico  $\lambda_1$  em função da taxa de resfriamento.

A Figura 46 mostra os valores experimentais dos espaçamentos dendríticos ( $\lambda_2$ ) para as ligas Al0,4%Nb em função da velocidade da isoterma *liquidus*. As funções obtidas para a lei experimental de crescimento do espaçamento  $\lambda_2$  caracterizam funções potenciais onde há alto coeficiente de correlação ( $R^2 > 0.9$ ) entre os pontos e a curva traçada.

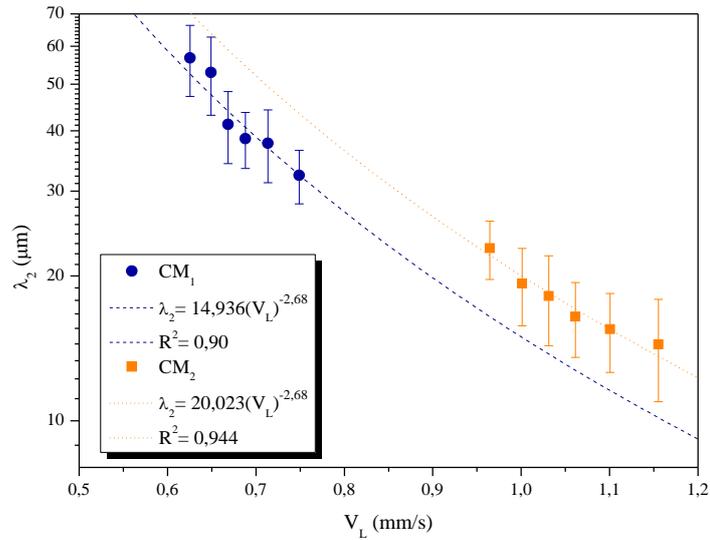
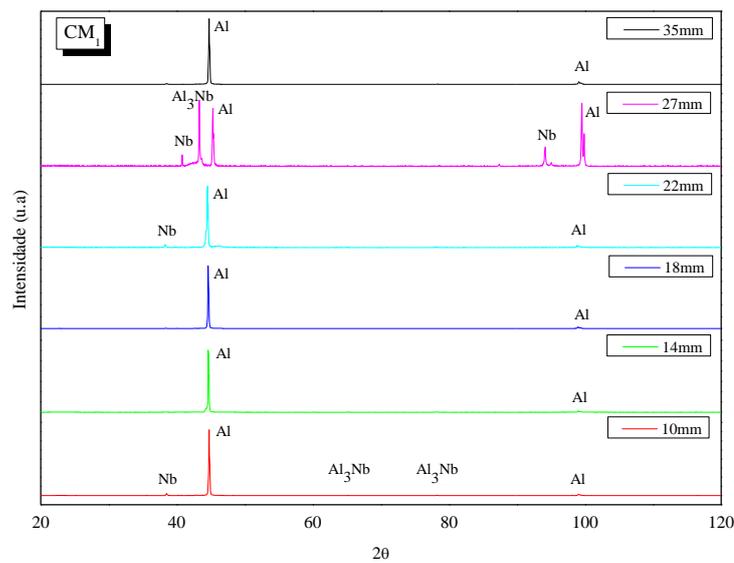


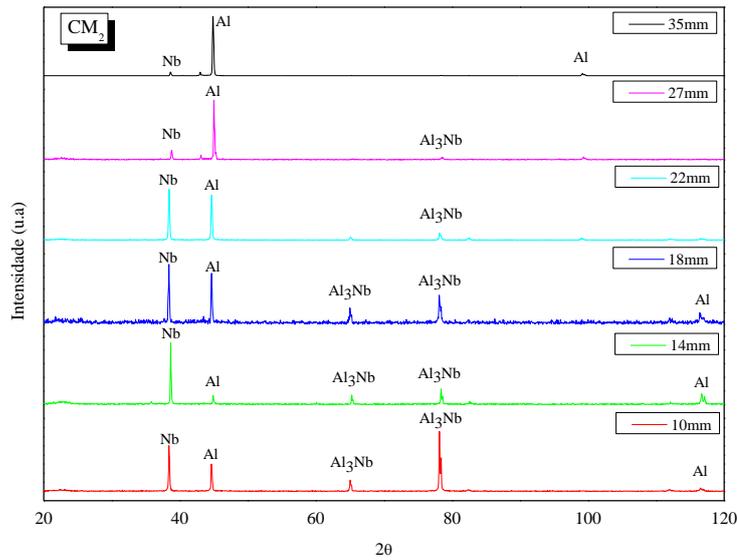
Figura 46 – Evolução dos valores do espaçamento dendrítico  $\lambda_2$  em função da velocidade da isoterma *liquidus*.

#### 5.4. Ensaio de DRX

As análises de DRX apresentadas na Figura 47 (a) e (b) foram realizadas com o objetivo de caracterizar as fases cristalinas presentes na microestrutura das ligas. De acordo com o diagrama, a fase intermetálica identificada pela análise de DRX foi a  $Al_3Nb$  de acordo com a Figura 3 e como mostrado na Figura 47 (ELLIOTT; SHUNK, 1981).



(a)



(b)

Figura 47 - Ensaio de DRX: (a) CM1 e (b) CM2.

## 5.5. Ensaios mecânicos: Microdureza e ensaio de tração

### 5.5.1. Ensaio de microdureza

Algumas propriedades mecânicas mais importantes para ligas estruturais podem ser determinadas através dos ensaios de dureza e de tração, tendo como resposta tanto o comportamento elástico quanto plástico do material. Uma vez que os ensaios são realizados, a dureza, limites de escoamento e resistência à tração e alongamento específico podem ser relacionados com os espaçamentos dendríticos (KAKITANI, 2017).

A Figura 48 mostra os valores obtidos da microdureza das ligas Al0,4%Nb (CM<sub>1</sub> e CM<sub>2</sub>) em função do espaçamento dendrítico primário. As medições de microdureza ao longo do lingote mostram um pequeno decaimento para ambas as ligas, isso devido ao espaçamento dendrítico aumenta conforme se afasta da chapa/molde. A Figura 48 exibe a equação modelo Hall-Petch ( $HV=H_0+k.\lambda_1^{-1/2}$ ), essa dependência entre microdureza e os espaçamentos dendríticos ao longo do lingote podem ser expressos por Hall-Petch (ARMSTRONG, 1970; KAKITANI, 2017), que pode ser utilizada para correlacionar a microdureza Vickers (HV) como função do espaçamento dendrítico primário, ou seja, microdureza versus o inverso da raiz quadrada de  $\lambda_1$ . Adotando a equação com um comportamento linear, quando se utiliza como variável " $\lambda_1^{-1/2}$ ", ao invés de " $\lambda_1$ ", é possível determinar os coeficientes  $H_0$  e  $K$  através de

regressão linear, ou seja, pelo método dos mínimos quadrados (FARIA et al., 2015; SILVA et al., 2011; ZUEV; ZARIKOVSKAYA; FEDOSOVA, 2011).

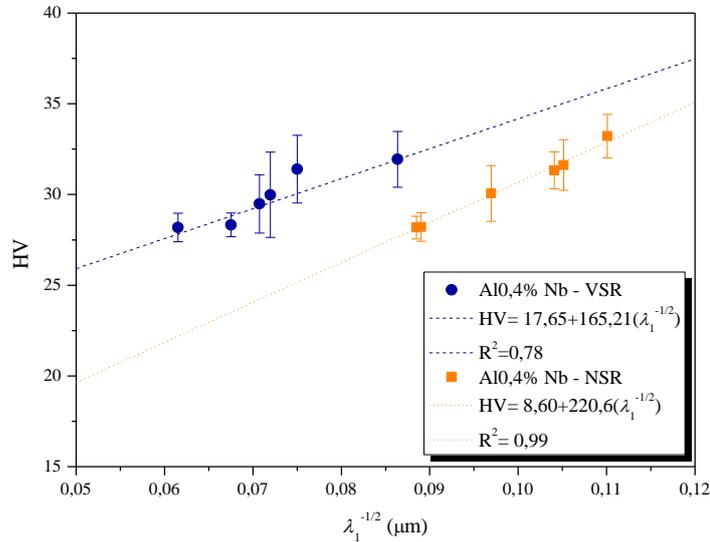


Figura 48 – Evolução dos valores da microdureza em função do espaçamento dendrítico  $\lambda_1$ .

As ligas obtidas Al0,4%Nb (CM<sub>1</sub> e CM<sub>2</sub>) mostram que o perfil de microdureza diminui com o aumento de  $\lambda_1$ , o que concorda com a literatura, para o aumento de dureza em função da redução do tamanho de grão e do espaçamento dendrítico, ou seja, do refino da microestrutura, que emprega a equação de Hall-Petch (SILVA et al., 2011).

A Tabela 5 mostra os valores experimentais obtidos através do ensaio de excitação por Impulso (*Sonelastic*), para o fator de amortecimento e módulo elástico dinâmico.

Tabela 5 - Fator de amortecimento e módulo de elasticidade dinâmico em relação a posição dos termopares.

Al0,4%Nb	Fator de Amortecimento (Hz)				Módulo Elástico Dinâmico			
	CM <sub>2</sub>		CM <sub>1</sub>		CM <sub>2</sub>		CM <sub>1</sub>	
Posição (mm)	Média	D.P	Média	D.P	Média	D.P	Média	D.P
10	4885,66	88,89	4486,52	31,81	70,25	0,36	59,19	0,97
14	4743,16	93,01	3404,60	205,46	68,99	1,97	59,58	0,29
18	4743,16	93,01	3404,60	205,46	68,99	1,97	59,58	0,29
22	4743,16	93,01	3404,60	205,46	68,99	1,97	59,58	0,29
27	4650,77	118,93	4129,56	259,83	68,41	1,54	54,36	0,29
35	4650,77	118,93	4129,56	259,83	68,41	1,54	54,36	0,29

Para o fator de amortecimento as variáveis tanto internas como externas, são dependentes diretas da taxa de aquecimento e resfriamento, frequência, tamanho de grão e a

presença de precipitados (CAI; LU; ZHAO, 2005; CHEN et al., 2009; VAN HUMBEECK, 2003). Pode ser notado que o fator de amortecimento é maior para a liga CM<sub>2</sub> em todas as posições do que a liga CM<sub>1</sub>. O fator da liga CM<sub>2</sub> ter uma taxa maior que CM<sub>1</sub>, proporcionou um acréscimo no fator de amortecimento, inferindo que a formação de mais fases de Al<sub>3</sub>Nb, mostrada pelo DRX é a responsável por este incremento na propriedade mecânica.

### 5.5.2. Ensaio de Tração

Para os ensaios foram retirados do bloco de solidificação 25 CP's para cada liga, a Figura 49 mostra a destinação e as perdas do CP's usados no sentido transversal ao fluxo de calor conforme a Figura 29. Tendo que para a liga CM<sub>1</sub> 36% dos CP's utilizados no ensaio de tração e 48% para a liga CM<sub>2</sub>. Entre todos, a figura mostra que há uma perda considerável na usinagem devido as dimensões dos CP's.

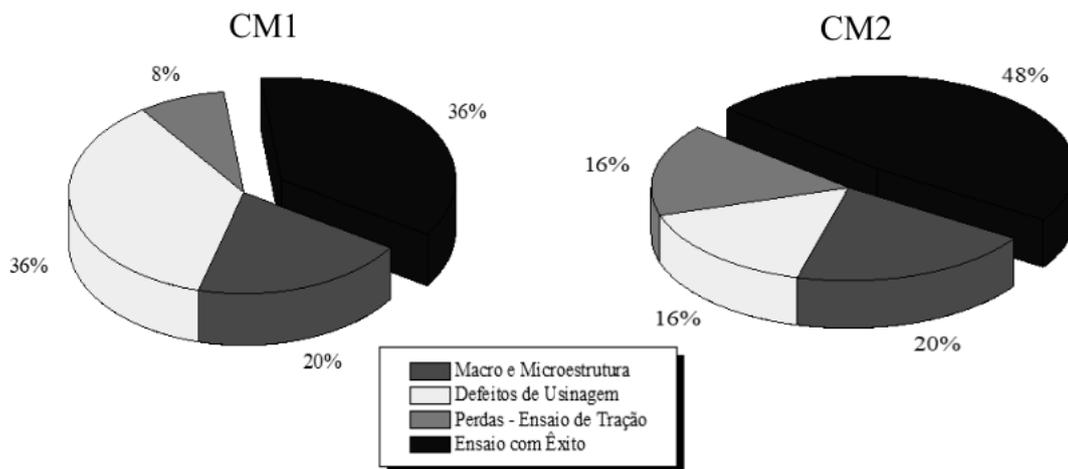


Figura 49 - Destinações e perdas dos CP's

Por meio das equações obtidas na Figura 43, obteve-se o valor do espaçamento dendrítico para os pontos médios de referência dos corpos de prova. Foi utilizado a equação do tipo Hall-Petch ( $\sigma_e = \sigma_{e0} + K \cdot \lambda_1^{-1/2}$  e  $\sigma_u = \sigma_{u0} + K \cdot \lambda_1^{-1/2}$ ) para obter as equações experimentais, determinando os coeficientes pelo método dos mínimos quadrados. Para o ensaio de tração, foi adotado  $\sigma_{e0,002}$  para a tensão de escoamento e os corpos de prova foram tracionados até a ruptura do material, e assim correlacionados com os espaçamentos dendríticos  $\lambda_1$ .

Os resultados de limite de escoamento relacionados com espaçamentos dendríticos, estão reproduzidos na Figura 50, onde pode ser observado que para liga CM<sub>1</sub> o espaçamento

aumenta e o limite de escoamento tende a diminuir, para a liga CM<sub>2</sub> nota-se que conforme o espaçamento aumenta o limite de escoamento também está aumentando, isso pode ser devido a presença dos intermetálicos presentes mostrado no ensaio de DRX. Em comparação às duas ligas, pode ser notado que para a liga CM<sub>2</sub> o limite de escoamento é maior do que a liga CM<sub>1</sub>.

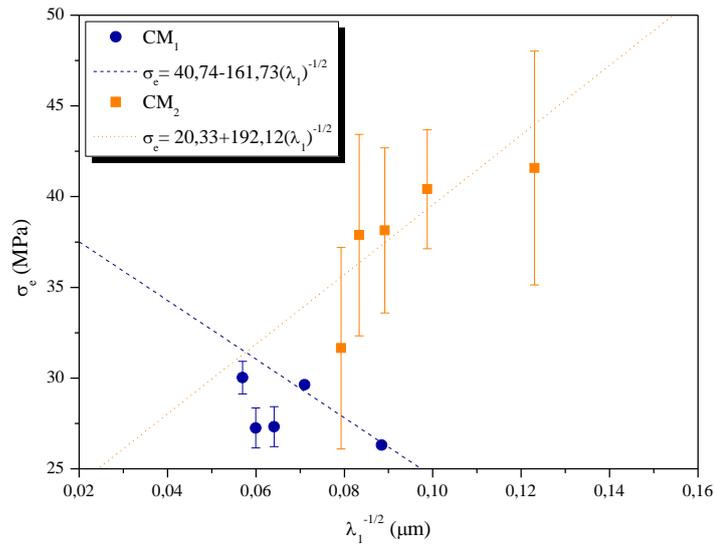


Figura 50 – Evolução dos valores do limite de escoamento em função do espaçamento dendrítico  $\lambda_1$ .

A presença de Al<sub>3</sub>Nb mostra que o limite de resistência à tração na Figura 51, e a presença do intermetálico na liga CM<sub>2</sub> exemplifica que o limite de resistência aumentou em relação a liga CM<sub>1</sub>, para o limite de resistência as duas ligas mostraram que quando menor o espaçamento dendrítico primário maior o limite de resistência à tração para as duas ligas. Sendo assim é observado que tanto para  $\sigma_u$  e  $\sigma_e$  que a correlação com espaçamento dendrítico é difícil.

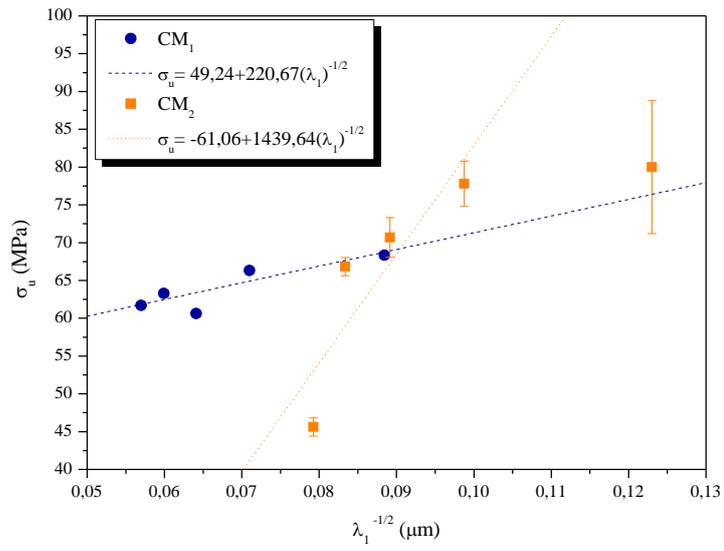


Figura 51 – Evolução dos valores do limite de resistência a tração em função do espaçamento dendrítico primário.

## 6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados experimentais obtidos e analisados neste trabalho permitem que sejam extraídas as seguintes considerações:

- Caracterização das variáveis térmicas e correlação entre  $CM_1$  e  $CM_2$ :

Segundo o esperado, os valores obtidos experimentalmente para  $V_L$ ,  $\dot{T}$  e  $G_L$  diminuí conforme o avanço da isoterma *liquidus*, com isso, conclui-se que quanto mais afastado da chapa/molde os parâmetros experimentais diminuem. Os mesmos são descritos pelas leis experimentais obtidas para ambas as ligas ( $CM_1$  e  $CM_2$ ) respectivamente:  $V_L$ :  $1,04(P_L)^{-0,144}$  e  $V_L$ :  $1,60(P_L)^{-0,144}$ ;  $\dot{T}$ :  $16,44(P_L)^{-0,72}$  e  $\dot{T}$ :  $42,58(P_L)^{-0,72}$ ;  $G_L$ :  $16,8(P_L)^{-0,6}$  e  $G_L$ :  $28(P_L)^{-0,6}$ .

- Caracterização dos parâmetros macro e microestruturais e comparação entre  $CM_1$  e  $CM_2$ :

A macroestrutura das ligas obtidas para ambas as condições solidificadas unidirecionalmente ascendente em regime transiente de transferência de calor, apresentou uma em sua maioria o crescimento colunar, havendo uma transição colunar/equiaxial (TCE) para  $\dot{T}$  em torno de  $1,06^\circ \text{ C/s}$  para  $CM_1$  e  $2,31^\circ \text{ C/s}$  para  $CM_2$ .

Para a caracterização microestrutural de ambas as condições estudadas revelou a predominância da morfologia dendrítica ao longo de todas as posições analisadas, sendo que para condição  $CM_2$  onde a retirada de calor é maior, a microestrutura mostrou-se mais refinada em relação a estrutura da condição  $CM_1$ . Foram propostas leis experimentais de crescimento dendrítico para ambas as ligas, relacionando  $\lambda_1$  em função de  $\dot{T}$  e  $\lambda_2$  em função de  $V_L$ . Para  $CM_1$  as funções são:  $\lambda_1$ :  $277,02(\dot{T})^{-0,413}$  e  $\lambda_2$ :  $14,936(V_L)^{-2,68}$  e para  $CM_2$  as funções são:  $\lambda_1$ :  $194,9(\dot{T})^{-0,413}$  e  $\lambda_2$ :  $20,023(V_L)^{-2,68}$ . Com essas leis pode ser dito que a cinética de solidificação para condições onde o fluxo de retirada de calor é maior, há uma redução dos espaçamentos dendríticos, tanto primário quanto secundário. O mesmo que quanto maior a  $\dot{T}$  e a  $V_L$  os espaçamentos interdendríticos se reduzem.

A caracterização por difração de raios-x (DRX) confirmou a presença da fase  $Al_3Nb$  de acordo com o diagrama de fase.

- Caracterização dos parâmetros mecânicos e comparação entre CM<sub>1</sub> e CM<sub>2</sub>:

Para a análise de microdureza em ambas as condições, mostrou-se uma diferença entre as condições impostas, havendo um aumento para a liga onde a microestrutura é mais refinada no caso CM<sub>2</sub>, e onde pelo ensaio de DRX mostrou-se uma maior quantidade de intermetálico pela equação de Hall-Petch obtida (CM<sub>1</sub> - HV:  $17,65+165,21(\lambda_1^{-1/2})$  e (CM<sub>2</sub> - HV:  $8,60+220,6(\lambda_1^{-1/2})$ ), pode-se concluir que quanto menor os espaçamentos interdendríticos, maior será o valor da microdureza.

Para os ensaios de tração os valores de CM<sub>1</sub> ( $\sigma_e$  e  $\sigma_u$ ) foram maiores do que a CM<sub>2</sub>, o que mostra que para a condição de maior retirada de calor e um refino na microestrutura traz acréscimos nos valores de ( $\sigma_e$  e  $\sigma_u$ ), podendo também obter equações de modelo Hall-Petch para ambas as condições, CM<sub>1</sub>:  $\sigma_e$ :  $40,74-161,73(\lambda_1^{-1/2})$  e  $\sigma_u$ :  $49,24+220,67(\lambda_1^{-1/2})$  e CM<sub>2</sub>:  $\sigma_e$ :  $20,33+192,12(\lambda_1^{-1/2})$  e  $\sigma_u$ :  $61,06+1439,64(\lambda_1^{-1/2})$ .

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Buscando estudar diferentes características, uma melhor compreensão da microestrutura e do refinamento do estudo da solidificação, das propriedades e das condições estudadas, são recomendadas as seguintes abordagens de pesquisa, baseando-se nas considerações e resultados deste trabalho:

Verificar as propriedades químicas, realizando ensaios de corrosão na liga estudada, verificando a influência do espaçamento dendrítico e do nióbio na corrosão;

Analisar a influência do tratamento térmico T6;

Analisar a condutividade elétrica;

Estudos de crescimento dos compostos intermetálicos na liga;

Aplicar uma simulação numérica pelos métodos das diferenças finitas;

Realizar análises termomecânicas para obter informações a respeito do comportamento visco elástico do sistema;

Obter mais condições de retirada de calor para determinar um perfil para a liga estudada;

Correlacionar a vida em fadiga com a microestrutura com e sem tratamento térmico.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL. **Associação Brasileira do Alumínio**. Disponível em: <<http://abal.org.br/aluminio/historia-do-aluminio/>>.

ALVARENGA, D. **Monopólio brasileiro do nióbio gera cobiça mundial, controvérsia e mitos**. Disponível em: <<http://g1.globo.com/economia/negocios/noticia/2013/04/monopolio-brasileiro-do-niobio-gera-cobica-mundial-controversia-e-mitos.html>>.

ALVES, A. R.; COUTINHO, A. DOS R. The evolution of the niobium production in Brazil. **Materials Research**, v. 18, n. 1, p. 106–112, 2015.

ARMSTRONG, R. W. The influence of polycrystal grain size on several mechanical properties of materials. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 1, n. 5, p. 1169–1176, 1970.

ASM. **ASM Handbook Volume 9: Metallography And Microstructures**. [s.l: s.n.].

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook, Volume 3, Alloy Phase Diagrams**. [s.l: s.n.]. v. 7

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL). **Fundamentos e aplicações do alumínio**. [s.l: s.n.]. v. 1

ASTM INT. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials 1. **Astm**, n. C, p. 1–27, 2009.

ASTM INT. ASTM E384: Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. **ASTM Standards**, p. 1–43, 2012.

ASTM INTERNATIONAL. ASTM E1876-15, Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. **ASTM Standards**, 2015.

BADILLO, A.; BECKERMANN, C. Phase-field simulation of the columnar-to-equiaxed transition in alloy solidification. v. 54, n. 2006, p. 2015–2026, 2015.

BERGEON, N. et al. Necessity of investigating microstructure formation during directional solidification of transparent alloys in 3D. **Advances in Space Research**, v. 36, n. 1, p. 80–85, 2005.

BERTELLI, F. et al. Cooling thermal parameters, microstructure, segregation and hardness in directionally solidified Al-Sn-(Si;Cu) alloys. **Materials and Design**, v. 72, p. 31–42, 2015.

BESKOW, A. B. **ESTUDO DA SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL ASCENDENTE PARA OBTENÇÃO DE ESTRUTURAS COLUNARES GROSSEIRAS**. [s.l.] PUCRS, 2008.

BOEIRA, A. P.; FERREIRA, I. L.; GARCIA, A. Modeling of macrosegregation and microporosity formation during transient directional solidification of aluminum alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 435–436, p. 150–157, 2006.

BRITO, C. et al. High cooling rate cells , dendrites , microstructural spacings and microhardness in a directionally solidified Al – Mg – Si alloy. **JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS**, v. 636, p. 145–149, 2015.

BRUNDIDGE, C. L.; MILLER, J. D.; POLLOCK, T. M. Development of dendritic structure in the liquid-metal-cooled, directional-solidification process. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 42, n. 9, p. 2723–2732, 2011.

CAI, W.; LU, X. L.; ZHAO, L. C. Damping behavior of TiNi-based shape memory alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 394, n. 1–2, p. 78–82, 2005.

CAMPOS, M. P.; DAVIES, G. J. **Solidificação e fundição de metais e suas ligas**. [s.l.: s.n.].

CANTÉ, M. V. et al. The correlation between dendritic microstructure and mechanical properties of directionally solidified hypoeutectic Al-Ni alloys. **Metals and Materials International**, v. 16, n. 1, p. 39–49, 2010.

CARVALHO, D. B. et al. The columnar to equiaxed transition of horizontal unsteady-state directionally solidified Al-Si alloys. **Materials Research**, v. 17, n. 2, p. 498–510, 2014.

CASTILHO, W. S. Influência do tempo de imersão em nitrogênio líquido nas propriedades mecânicas da liga Ni 55 Ti 44 com efeito. **Revista Liberato**, v. 17, n. 2178–8820, p. 119–252, 2016.

CHEN, R. et al. microstructure of Al – 7Si – 0 . 3Mg – 0 . 15Fe alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 24, n. 6, p. 1645–1652, 2014.

CHEN, Y. et al. Damping capacity of TiNi-based shape memory alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 482, n. 1–2, p. 151–154, 2009.

CHOUDHARY, S. K. et al. Journal of Materials Processing Technology Solidification morphology and segregation in continuously cast steel slab. **Journal of Materials Processing Tech.**, v. 243, p. 312–321, 2017.

CRUZ, K. S. et al. Dendritic arm spacing affecting mechanical properties and wear behavior of Al-Sn and Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 41, n. 4, p. 972–984, 2010.

CRUZ, C. B. DA. **Caracterização da Microestrutura de Solidificação da Liga Eutética Sn-Mg para Soldagem e Correlação com Propriedades Mecânicas Caracterização da Microestrutura de Solidificação da Liga Eutética Sn-Mg para Soldagem e Correlação com Propriedades Mecânicas**. [s.l.] UNICAMP, 2016.

DANTAS, P. P. **Caracterização de ligas hipereutéticas da Al-Ni solidificadas unidirecionalmente**. [s.l.] Universidade de Brasília, 2014.

DING, G. L. et al. On primary dendritic spacing during unidirectional solidification. **Acta Materialia**, v. 44, n. 9, p. 3705–3709, 1996.

DOHERTY, R. D. et al. On the Columnar to Equiaxed Transition in Small Ingots. 1977.

DOS SANTOS CARDOSO, G. et al. Influência da sinterização a plasma com atmosfera de nitrogênio em amostras compactadas de alumínio. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 35, n. 3, p. 133, 2017.

ELLIOTT, R.; SHUNK, F. The Al-Nb system. **Bulletin of Alloy Phase Diagrams**, v. 2, n. 1, p. 75–81, 1981.

FARIA, J. D. et al. Influência na microestrutura e na microdureza decorrente da adição de 4% Ag na liga Al-4%Cu solidificada unidirecionalmente. **Revista Materia**, v. 20, n. 4, p. 1–16, 2015.

FILHO, A. DE A. “**Elaboração e Estudos De Recristalização De Ligas Alumínio-Magnésio-Tório E Alumínio-Magnésio-Nióbio**” Américo De Almeida Filho. [s.l.] Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, 2005.

GARCIA, AMAURI; SPIM, JAIME ALVARES; SANTOS, C. A. DOS. **Ensaio dos Materiais**. 2. ed. [s.l.: s.n.].

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e aplicações**. 2. ed. [s.l.] 2011, [s.d.]. v. 2

GARCIA, A.; PRATES, M. Mathematical model for the unidirectional solidification of metals: I. cooled molds. **Metallurgical Transactions B**, v. 9, n. 4, p. 449–457, 1978.

GHATEI KALASHAMI, A. et al. **The effect of Nb on texture evolutions of the ultrafine-grained dual-phase steels fabricated by cold rolling and intercritical annealing**. [s.l.] Elsevier Ltd, 2017. v. 694

GHONCHEH, M. H.; SHABESTARI, S. G.; ABBASI, M. H. Effect of cooling rate on the microstructure and solidification characteristics of Al2024 alloy using computer-aided thermal analysis technique. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, p. 1253–1261, 2014.

GOMES, R. C. F. **Caracterização térmica e mecânica de ligas hipoeutéticas de alumínio - níquel (Al-Ni)**. [s.l.] Universidade de Brasília, 2013.

GOMES, R.; SANTOS, D. O. S. **Transformações de fases**. 1. ed. [s.l.: s.n.].

GOULART, P. R. **Variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas hipoeutéticas Al-Si**. [s.l.] Universidade Estadual de Campinas, 2005.

GOULART, P. R. **Caracterização da Microestrutura de Solidificação de Ligas Al-Fe e Correlação com Propriedades Mecânicas**. [s.l.] Universidade Estadual de Campinas, 2010.

GRIFFITH, W. P.; MORRIS, P. J. T. Charles Hatchett FRS (1765-1847), chemist and discoverer of niobium. **Notes and Records of the Royal Society**, v. 57, n. 3, p. 299–316, 2003.

GÜNDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. Directional solidification of aluminium-copper alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 327, n. 2, p. 167–185, 2002.

GÜNDÜZ, S. et al. Effect of the addition of niobium and aluminium on the microstructures and mechanical properties of micro-alloyed pm steels. **Materiali in Tehnologije**, v. 50, n. 5, p. 641–648, 2016.

HATCHETT, C.; HATCHETT, R. A. C. Química educación Charles Hatchett : The discoverer of niobium. **Educación Química**, v. 26, n. 4, p. 346–355, 2015.

HENRIQUE, C. et al. On the Natural Convection in the Columnar to Equiaxed Transition in Directionally Solidified Aluminum-based Binary and Multicomponent Alloys. v. 18, n. 6, p. 1362–1371, 2015.

HUTCHINSON, C. R. et al. On the origin of the high coarsening resistance of  $\Omega$  plates in Al-Cu-Mg-Ag alloys. **Acta Materialia**, v. 49, n. 14, p. 2827–2841, 2001.

JOSÉ MARCELINO, D. F. et al. Influência das variáveis térmicas sobre os espaçamentos dendríticos terciários durante a solidificação direcional horizontal da liga Al-6%Cu. **Revista Materia**, v. 20, n. 1, p. 47–63, 2015.

JOSÉ MARCELINO DIAS FILHO. **Análises Térmica e Microestrutural na Solidificação de Ligas Monofásica e Peritéticas do Sistema Zn-Ag 63/2013**. [s.l.] Universidade Estadual de Campinas, 2013.

JUNIOR, A. A. D. C. **Parâmetros Térmicos de Solidificação , Microestrutura e Propriedades em Tração de Liga Ternária Al-Sn-Cu Parâmetros Térmicos de Solidificação , Microestrutura e Propriedades em Tração de Liga Ternária Al-Sn-Cu**. [s.l.] UNICAMP, 2017.

KAKITANI, R. **Solidificação Transitória das Ligas Al-11 % Si e Eutética Al-11 % Si-5 % Ni : Parâmetros Térmicos , Microestrutura e Propriedades Mecânicas Solidificação Transitória das Ligas Al-11 % Si e Eutética Al-11 % Si-5 % Ni : Parâmetros Térmicos , Microestrutura**. [s.l.] Universidade Estadual de campinas, 2017.

KATGERMAN, L. Principles of Solidification. **Materials Today**, v. 14, n. 10, p. 502, 2011.

KRUPIŃSKI, M. et al. Influence of cooling rate on crystallisation kinetics on microstructure of cast zinc alloys. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 118, n. 2, p. 1361–1367, 2014.

LOBATO, M. Q. et al. Analysis Thermophysics and Structural of Al-0.15%Zr And Al-0.22% Zr Alloys, Solidified In Horizontal Unidirectional Mold (Analise Termofísica E Estrutural Das Ligas Al-0,15%Zr E Al-0,22%Zr, Solidificadas Em Molde Unidirecional Horizontal). **Capa**, v. 19, n. 4, p. 975–991, 2017.

MANRICH, S.; ZANOTTO, E. D.; HAGE JR, E. Aplicabilidade da teoria clássica de nucleação modificada (CD-CNT) à cristalização de polímeros. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, p. 15–20, 1992.

MARTORANO, M. A.; BISCUOLA, V. B. Predicting the columnar-to-equiaxed transition for a distribution of nucleation undercoolings. **Acta Materialia**, v. 57, n. 2, p. 607–615, 2009.

MELADO, M. C. et al. INFLUÊNCIA DOS GASES DE PROTEÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E TENSÕES RESIDUAIS DE JUNTAS SOLDADAS DE LIGA DE ALUMÍNIO AA5086 PELO PROCESSO GTAW. **8º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação**, p. 16, 2015.

MENDES, M. W. D. **OBTENÇÃO DE PÓS DE Nb A PARTIR DA REDUÇÃO ALUMINOTÉRMICA COM IGNIÇÃO POR PLASMA**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2005.

MILLER, J. D.; POLLOCK, T. M. Stability of dendrite growth during directional solidification in the presence of a non-axial thermal field. **Acta Materialia**, v. 78, p. 23–36, 2014.

MORAIS, T. A. A. **Processamento de uma liga de alumínio: efeitos da modificação e do tratamento térmico t6**. [s.l.] Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 2015.

MOTTA, F. P. Propriedades de revestimentos de nióbio obtidos por aspersão térmica a plasma sobre aço API 5L X65. **Journal of Chemical Information and Modeling**, v. 53, p. 1689–1699, 2013.

MUNITZ, A.; GOKHALE, A. B.; ABBASCHIAN, R. Effect of supercooling on the microstructure of Al-Nb alloys. **Journal of Materials Science**, v. 35, n. 9, p. 2263–2271, 2000.

NASCIMENTO, L.; ANASTASIA, M. Propiedades microestructuras de la refinación de la aleación amorfa Al 54 Nb 45 B 5 mediante aleación mecánica Propriedade microestrutural do refinamento da liga amorfa Al54Nb45B5 por moagem mecânica Resumen. **Resvita Cubana Química**, v. 29, n. 2, p. 243–254, 2017.

OKAMOTO, T.; KISHITAKE, K. Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys. **Journal of Crystal Growth**, v. 29, n. 2, p. 137–146, 1975.

OLIVEIRA, T. F. DE. **A influência do tratamento térmico em óxidos mistos de nióbio e tântalo nanoestruturados a partir da columbita**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2016.

QUARESMA, J. M. V; SANTOS, C. A.; GARCIA, A. Correlation between unsteady-state solidification conditions, dendrite spacings, and mechanical properties of Al-Cu alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 31, n. 12, p. 3167–3178, 2000.

REIS, B. P. **DE SOLIDIFICAÇÃO EM LIGAS LEVES DE Al-Zn-Mg COM VARIAÇÕES NO CONDIÇÕES DE SOLIDIFICAÇÃO EM LIGAS LEVES DE Al-Zn-Mg**. [s.l.] Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2017.

RIZZO, E. M. S.; SANTOS, R. G. Predicting dendrite arm spacing and their effect on microporosity formation in directionally solidified Al-Cu alloy. v. 0, p. 1599–1609, 2005.

ROAD, P. COLUMNAR AND EQUIAXED GROWTH I. A model of a columnar front with a temperature dependent velocity S.C. FLOOD and J.D. HUNT. v. 82, p. 543–551, 1987.

ROCHA, J. C. . V. . B. . F. F. M. . B. N. J. A. . R. O. F. . **MACROESTRUTURAS, MICROESTRUTURAS E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE HÉLICES NAVAIS**

FABRICADOS NO ESTADO DO PARÁ. **Society**, n. 1, p. 8420–8430, 2006.

ROSA, D. M. Estruturas Celulares , Transição Celular / Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória Estruturas Celulares , Transição Celular / Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória. **Tese**, p. 171, 2007.

ROSA, D. M. et al. Cellular/dendritic transition and microstructure evolution during transient directional solidification of Pb-Sb alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 39, n. 9, p. 2161–2174, 2008.

RUAN, Y. et al. Rapid eutectic growth and applied performances of Fe[ $\text{sbn}$ ]Al[ $\text{sbn}$ ]Nb alloy solidified under electromagnetic levitation condition. **Materials and Design**, v. 112, p. 239–245, 2016.

SHAFII, M. B. et al. Using nucleators to control freckles in unidirectional solidification. **Experimental Thermal and Fluid Science**, v. 33, n. 8, p. 1209–1215, 2009.

SILVA, B. L. et al. Correlation between dendrite arm spacing and microhardness during unsteady-state directional solidification of Al-Ni alloys. **Philosophical Magazine Letters**, v. 91, n. 5, p. 337–343, 2011.

SIMÕES, T. M. S. et al. AVALIAÇÃO DA MICRODUREZA VICKERS DE DOIS COMPÓSITOS VARIANDO A COMPOSIÇÃO E DISTÂNCIA DE FOTOPOLIMERIZAÇÃO. **Revista saber Científico**, v. 4, p. 46–54, 2015.

SIQUEIRA, M. L. **Influência do Grau de Deformação Plástica no Tempo de Envelhecimento e nas Propriedades Mecânicas da Liga de Alumínio 2024**. [s.l.] UFI - MG, 2015.

SPINELLI, J. E. et al. Influence of melt convection on dendritic spacings of downward unsteady-state directionally solidified Al-Cu alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 383, n. 2, p. 271–282, 2004.

STEFAN-KHARICHA, M. et al. Observation of flow regimes and transitions during a columnar solidification experiment. **Fluid Dynamics Research**, v. 46, n. 4, 2014.

TAKEYAMA, M. B.; NOYA, A. Application of Al – Nb alloy film to metal capping layer on Cu Application of Al – Nb alloy film to metal capping layer on Cu. **Japanese Journal of Applied Physics**, v. 55, p. 02BC22, 2016.

TOLEDO, R. C. Estudo da influência da gravidade na solidificação de ligas metálicas eutéticas. n. May, 2014.

VAN HUMBEECK, J. Damping capacity of thermoelastic martensite in shape memory alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 355, n. 1–2, p. 58–64, 2003.

WANG, C. et al. Microstructure evolutions of Ni-Ti-Nb-Al alloys with different Al addition. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 695, p. 2923–2929, 2017.

WANG, C. Y.; BECKERMANN, C. Prediction of Columnar to Equiaxed Transition during

Diffusion-Controlled Dendritic Alloy Solidification. v. 25, n. May, p. 1081–1093, 1994.

WANG, F. et al. A high thermal gradient directional solidification method for growing superalloy single crystals. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 214, n. 12, p. 3112–3121, 2014.

WANG, X. L.; ZHANG, K. F. Mechanical alloying, microstructure and properties of Nb-16Si alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 490, n. 1–2, p. 677–683, 2010.

WU, M.; FJELD, A.; LUDWIG, A. Modelling mixed columnar-equiaxed solidification with melt convection and grain sedimentation – Part I: Model description. v. 50, p. 32–42, 2010.

XAVIER, M. G. C. et al. Directional solidification of a Sn-0.2Ni solder alloy in water-cooled copper and steel molds: Related effects on the matrix micromorphology, nature of intermetallics and tensile properties. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 723, p. 1039–1052, 2017.

YILDIRIM, M.; AKDENIZ, M. V.; MEKHRABOV, A. O. Microstructural evolution and room-temperature mechanical properties of as-cast and heat-treated Fe<sub>50</sub>Al<sub>50-n</sub>Nb alloys (n=1, 3, 5, 7, and 9 at%). **Materials Science and Engineering A**, v. 664, p. 17–25, 2016.

YU, L. et al. Cellular/dendritic array tip morphology during directional solidification of Pb-5.8 Wt Pct Sb alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 30, n. 9, p. 2463–2472, 1999.

ZHANG, J. et al. Microstructure and property of Czochralski-grown Si–TaSi<sub>2</sub> eutectic in situ composite for field emission. **Journal of Crystal Growth**, v. 276, n. 1–2, p. 92–96, 2005.

ZHU, Z. et al. Experimental identification of the degenerated equilibrium and thermodynamic modeling in the Al-Nb system. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 460, n. 1–2, p. 632–638, 2008.

ZUEV, L. B.; ZARIKOVSKAYA, N. V.; FEDOSOVA, M. A. Hall-petch relation and the localization of plastic deformation in aluminum. **Russian Metallurgy (Metally)**, v. 2011, n. 4, p. 285–289, 2011.