

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS  
DECORRENTES DA SOLIDIFICAÇÃO DAS LIGAS Al-11%Si-xCu**

Bruno Monti Carmelo Donadoni

São Carlos-SP  
2018



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS  
DECORRENTES DA SOLIDIFICAÇÃO DAS LIGAS Al-11%Si-xCu**

Bruno Monti Carmelo Donadoni

Dissertação apresentada ao Programa  
de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia  
de Materiais como requisito parcial à  
obtenção do título de MESTRE EM CIÊNCIA  
E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Prof. Dr. José Eduardo Spinelli

São Carlos-SP

2018



## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho aos meus pais, Gisele Ap. Monti Carmelo Donadoni e Flávio Eduardo Donadoni, pelo amor e suporte em todos os momentos da minha vida.

## **VITAE DO CANDIDATO**

Especialista em Gestão da Produção pela UFSCar (2018), Bacharel em Engenharia de Materiais pela UFSCar (2015).

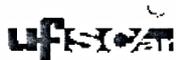


“Eu sou parte de uma equipe. Então, quando venço, não sou eu apenas quem vence. De certa forma termino o trabalho de um grupo enorme de pessoas.”

- Ayrton Senna



# FOLHA DE APROVAÇÃO



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

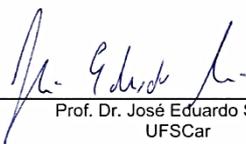
Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

## Folha de Aprovação

---

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Bruno Monti Carmelo Donadoni, realizada em 21/11/2018:



---

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli  
UFSCar



---

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi  
UFSCar



---

Prof. Dr. Luiz Carlos Casteletti  
USP



## AGRADECIMENTOS

Agradeço a todos que me ajudaram de alguma forma para a conclusão deste trabalho.

Agradeço à minha família, que sempre me deu as melhores condições para que eu me desenvolvesse pessoal e profissionalmente, meus pais Gisele e Flávio, meu irmão, Vitor, meus avós, Luiza Monti e Odayr Carmelo, e meu tio Odair Luiz Monti Carmelo.

Agradeço à minha namorada, Mayra Mitie Ishizuka, por todo amor e compreensão durante o período dedicado a este trabalho.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. José Eduardo Spinelli, pelas reuniões, discussões, dedicação e por todo aprendizado neste período, indispensáveis para o desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço aos funcionários do Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa – Diego Davi Coimbrão, Edson Roberto D’Almeida, Geraldo Biason Gomes, Itame de Paula, Leomar Scarpa, Marcelo Cesar, Maria Cristina Romano, Rover Belo e tantos outros que colaboraram para a conclusão desta pós-graduação.

Agradeço a todos amigos que fiz durante este período de mestrado, pessoas que me ajudaram muito para a conclusão deste trabalho, César Mangualde, Chaiane Caneda, David Gonzalez, Guilherme Lisboa, Leonardo Gomes, Marcella Gautê, Rodrigo Reyes e Vitor Covre, por todo convívio e troca de experiência.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001



## RESUMO

Ligas ternárias Al-Si-Cu são altamente empregadas e recomendadas para a união de ligas de alumínio por brasagem, além da união dissimilar entre essas ligas e aços inoxidáveis, aços carbono e aços baixa liga. Mais especificamente, as ligas Al-Si-Cu compreendem a classe BAISI-3 de ligas para brasagem. Contudo, faz-se necessário um estudo mais aprofundado das relações existentes entre parâmetros térmicos de solidificação, parâmetros microestruturais e propriedades mecânicas, devido à escassez de resultados na literatura. Neste trabalho serão determinadas relações experimentais entre propriedades mecânicas e parâmetros térmicos e microestruturais das ligas ternárias Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu. Lingotes de ambas as ligas foram produzidos sob condições transitórias de fluxo de calor, as quais foram obtidas graças a um sistema de solidificação unidirecional, conferindo às amostras um apreciável gradiente microestrutural devido ao extenso espectro de taxas de resfriamento ao qual foram submetidas. Foram realizadas simulações termodinâmicas com a utilização do software Thermo-Calc® para assistir à preparação dos lingotes. De forma complementar, foram realizadas análises de Difração de Raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) a fim de comprovar as fases e os elementos químicos presentes. Este trabalho propõe o desenvolvimento de relações de crescimento experimentais de espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ), terciários ( $\lambda_3$ ) e eutéticos ( $\lambda_e$ ) em função das propriedades mecânicas. Resultados experimentais demonstraram que o aumento de 50% na quantidade de Cu (de 3,0% para 4,5% em peso) é suficiente para se obter variações significativas nos espaçamentos dendríticos ao longo dos lingotes. As microestruturas se caracterizam por uma matriz Al- $\alpha$  envolvida por um microconstituente eutético ternário Al- $\alpha$  + Al<sub>2</sub>Cu + Si. Medições dos espaçamentos da fase eutética Al<sub>2</sub>Cu demonstram que o aumento da quantidade de Cu possui um papel crítico no refinamento do eutético ternário.

**Palavras-chave:** Ligas Al-Si; Ligas Al-Si-Cu; BAISI-3; Brasagem; Solidificação; Microestrutura; Propriedades mecânicas.



**ABSTRACT**  
**MICROSTRUCTURAL EVOLUTION AND MECHANICAL PROPERTIES**  
**ARISING FROM SOLIDIFICATION OF AL-11% Si-xCu**

Al-Si-Cu ternary alloys are highly used and recommended to produce joints of aluminum alloys using brazing process. Dissimilar joints between these alloys and stainless steels, carbon steels and low alloy steels can also be fabricated. More specifically, the Al-Si-Cu alloys comprehend the BAISi-3 brazing class. However, the relationships between the solidification thermal parameters, microstructural parameters and mechanical properties remains undetermined in the literature. In this manuscript the experimental relationships between the mechanical properties and the thermal and microstructural parameters of Al-11%Si-3,0%Cu and Al-11%Si-4,5%Cu ternary alloys will be outlined. Both casting alloys were solidified under transitory heat flow conditions which could be achieved thanks to the unidirectional solidification system. Samples were subjected to a representative range of microstructures due to the broad cooling rate range. Thermodynamics simulations were performed using the Thermo-Calc® software and other analysis have been made to complement the characterization such as X-Ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy. At the end, a better comprehension of the formed phases and their chemical composition has been attained. The present work proposes to develop experimental growth relationships for primary, secondary and tertiary dendrite arm spacing,  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$  and  $\lambda_3$  and eutectic spacing,  $\lambda_e$  impacting the mechanical properties. The experimental results demonstrated that 50% increase in the Cu alloying (from 3.0 to 4.5 wt.%) could be operated to obtain significant variations in the dendritic length-scale of the microstructure across the produced parts. Overall the microstructures is constituted by an  $\alpha$ -Al dendritic matrix surrounded by a ternary eutectic consisting of  $\alpha$ -Al + Al<sub>2</sub>Cu + Si. The scale measurements committed to the Al<sub>2</sub>Cu eutectic phase pointed out that the increase in Cu alloying has a critical role on refining the ternary eutectic.

**Key-Words:** Al-Si Alloys; Al-Si-Cu Alloys; BAISi-3; Brazing; Solidification; Microstructure; Mechanical properties.



**PUBLICAÇÕES**

DONADONI, B.M.C.; GOMES, L.F.; GARCIA, A.; SPINELLI, J.E. Tailoring of Microstructures and Tensile Properties in the Solidification of Al-11Si(-xCu) Brazing Alloys, **MDPI Metals Journal** – 2018

DONADONI, B.M.C.; GOMES, L.F.; REYES, R.A.V.; SPINELLI, J.E. Caracterização Microestrutural, Parâmetros Térmicos de Solidificação e Propriedades Mecânicas da Liga Ternária Al-11%Si-4,5%Cu, **23° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECiMat 2018)** - 2018.



## SUMÁRIO

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS .....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT .....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS .....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xv
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xxi
1 INTRODUÇÃO .....	1
2 OBJETIVOS .....	5
3 REVISÃO DA LITERATURA .....	7
3.1 Macroestruturas e Microestruturas de Solidificação.....	7
3.2 Leis de crescimento celular e dendrítico .....	14
3.2.1 Modelos de crescimento celular e dendrítico primário .....	14
3.2.2 Modelos de crescimento dendrítico secundário .....	15
3.2.3 Modelos de crescimento dendrítico terciário.....	16
3.2.4 Validação experimental.....	16
3.3 Ligas Al-Si: microestruturas e propriedades mecânicas .....	18
3.4 Eutético Al-Si.....	21
3.5 Eutético ternário Al-Cu-Si.....	23
3.6 Ligas de brasagem Al-Si-Cu: microestruturas, molhabilidade e propriedades mecânicas .....	26
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	35
4.1 Equipamentos e Materiais.....	38

4.2 Dispositivo de solidificação direcional vertical ascendente .....	38
4.3 Determinações das Variáveis Térmicas de Solidificação .....	42
4.3.1 Determinação da Temperatura <i>Liquidus</i> ( <i>TL</i> ) .....	42
4.3.2 Tempo de Passagem da Isotherma <i>Liquidus</i> ( <i>tL</i> ) .....	44
4.3.3 Velocidade de Deslocamento da Isotherma <i>Liquidus</i> ( <i>VL</i> ) .....	45
4.3.4 Taxas de Resfriamento ( <i>TL</i> ) .....	46
4.3.5 Gradiente de Temperatura ( <i>GL</i> ) .....	47
4.3.6 Variáveis Térmicas Relacionadas às Frentes Eutéticas .....	48
4.4 Simulação Termodinâmica .....	49
4.5 Caracterizações das Microestruturas de Solidificação .....	49
4.5.1 Análise Macrográfica .....	49
4.5.2 Análise Micrográfica .....	50
4.6 Caracterização das fases .....	52
4.6.1 Difração de Raios-X (DRX) .....	52
4.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	53
4.7 Ensaio De Tração .....	53
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	55
5.1 Determinação das Variáveis Térmicas de Solidificação e Efeitos decorrentes .....	55
5.2 Evolução Microestrutural, Leis de crescimento e identificação das fases presentes .....	61
5.3 Caracterização dos Microconstituintes Eutéticos .....	74
5.4 Propriedades Mecânicas .....	84
6 CONCLUSÕES .....	95
7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS .....	97
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	99

**ÍNDICE DE TABELAS**

Tabela 1 - Composição dos metais de adição mais comuns utilizados nas operações de brasagem de ligas de alumínio. Tabela adaptada de [3]. .....	27
Tabela 2 – Intervalo ótimo para brasagem de ligas da classe BAISi. Adaptada de [3, 33]. .....	29
Tabela 3 – Composição química (% em peso) das ligas investigadas por Gariboldi comparadas com os limites composicionais de acordo com a norma EN 1706. Tabela adaptada de [36].....	31



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Variação do perfil de concentração de soluto para diferentes velocidades de avanço da frente de solidificação. Para uma velocidade $V_2$ , sendo $V_2 > V_1$ , há um maior acúmulo de soluto próximo à interface de solidificação [8].	9
Figura 2 - Correlação entre a concentração de soluto e a redução da temperatura na região super-resfriada constitucionalmente a partir da interface sólido-líquido [8].	10
Figura 3- Correlação entre a concentração de soluto e a redução da temperatura na região super-resfriada constitucionalmente a partir da interface sólido-líquido [8].	11
Figura 4 - (a) Interface de solidificação estabilizada uma vez que o gradiente térmico é maior que a temperatura <i>liquidus</i> da fase líquida e (b) Surgimento de estruturas dendríticas na região do SRC [8].	11
Figura 5 - Interferência de fatores como concentração de soluto ( $C_0$ ), velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i> ( $V_L$ ), gradiente térmico ( $GL$ ) e o SRC na formação de estruturas de solidificação [4].	13
Figura 6 - Identificação dos espaçamentos interdendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ ) [4].	13
Figura 7 – Efeito da adição de sódio (Na) na transformação eutética de ligas Al-Si [27].	19
Figura 8 – Efeito da adição de sódio (Na) nas propriedades mecânicas de ligas Al-Si [27].	20
Figura 9 – (a) Variação dos espaçamentos eutéticos x elemento de liga para ligas Al-12,6%Si. (b) Variação dos espaçamentos de Si x velocidade de avanço da interface eutética de solidificação [31].	24
Figura 10 – Região rica em Al do diagrama de fases ternário Al-Si-Cu. As linhas tracejadas mostram as reações eutéticas de caráter binário univariantes Al-Si e Al-Cu. As ligas Al-9%Si-5%Cu e Al-12,5%Si-5%Cu são representadas pelos pontos 4 e 6, respectivamente [32].	25
Figura 11 – Microestruturas longitudinais das ligas Al-9%Si-5%Cu (a) e Al-12,5%Si-5%Cu (b). As fases brancas, cinzas e pretas são Al-□, Si e Al <sub>2</sub> Cu, respectivamente [32].	26

Figura 12 – Comparação entre os intervalos de temperatura de brasagem de ligas à base de alumínio e metais de adição da classe BAISi [3].....	28
Figura 13 – Fluxograma do procedimento experimental utilizado nesta dissertação de Mestrado. ....	37
Figura 14 – Esquema ilustrativo do sistema de solidificação direcional para condições transientes de fluxo de calor [42].....	39
Figura 15 - (a) Fotografia da lingoteira aberta em processo de montagem, (b) fotografia superior das partes encaixadas, com detalhe para a espessura da camada isolante de alumina recobrimdo a parede interna e (c) foto com escala. ....	41
Figura 16 - (a) Fotografia da parte inferior usada para fechamento do molde (chapa-molde) com escala; (b) corte da vista isométrica e (c) corte da vista frontal dos desenhos técnicos desta peça gerados em CAD. ....	42
Figura 17 – Curva de resfriamento esquemática utilizada para identificação da temperatura <i>liquidus</i> de uma liga metálica. ....	43
Figura 18 – Identificação do tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> ( $t_L$ ). Conforme os termopares se distanciam da interface metal/molde (de 1 a 6), maior é o tempo de passagem da temperatura <i>liquidus</i> ( $t_{L1} < t_{L2} < t_{L3} < t_{L4} < t_{L5} < t_{L6}$ ). ....	44
Figura 19 – Gráfico esquemático do tipo de ajuste utilizado para representar posição dos termopares (P) em função do tempo (t) ao longo de um lingote solidificado direcionalmente. ....	45
Figura 20 – Esquema representativo da forma de determinação da velocidade de avanço da isoterma <i>liquidus</i> (V) em função da posição (P) ao longo do comprimento de um lingote solidificado direcionalmente. ....	46
Figura 21 – Esquema representativo da forma de determinação da taxa de resfriamento (T) em função da posição (P) ao longo do comprimento de um lingote solidificado direcionalmente. ....	47
Figura 22 – Gráfico representativo do comportamento do gradiente térmico (G) em função da posição (P) ao longo do comprimento de um lingote solidificado direcionalmente. ....	48
Figura 23 – “Método do triângulo”, utilizado para medição de $\lambda_1$ [42].....	51

Figura 24 – “Método do intercepto”, utilizado para medição de $\lambda_2, \lambda_3$ (a) [42] e <i>leutético</i> (b).....	52
Figura 25 – Posições de retirada dos corpos de prova para ensaio de tração [42]. Desenho técnico do corpo de prova utilizado no ensaio de tração: dimensões em mm (b).....	54
Figura 26 – Curvas de resfriamento das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu para determinação das respectivas temperaturas de transformação. ....	56
Figura 27 – Perfis térmicos experimentais das ligas Al-11%Si-3,0%Cu (a) e Al-11%Si-4,5%Cu (b) registrados pelo sistema de aquisição de dados em diversas posições ao longo dos lingotes solidificados direcionalmente.....	57
Figura 28 – Tempos de passagem da isoterma <i>liquidus</i> ao longo do comprimento dos lingotes das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu solidificadas direcionalmente. $R^2$ é o coeficiente de determinação. ....	58
Figura 29 – Velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i> em função da posição a partir da base refrigerada das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu.....	59
Figura 30 –Taxa de resfriamento em função da posição a partir da base refrigerada das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu.....	60
Figura 31 – Macrografias dos lingotes das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu solidificadas direcionalmente. ....	61
Figura 32 – Microscopias ópticas das amostras transversais localizadas a 88 mm da base dos lingotes das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu, com ampliação de 1000x. As setas 1 e 2 indicam, respectivamente, as regiões onde se localizam os eutéticos binário e ternário, sendo que o Si é a fase mais acinzentada e o intermetálico $Al_2Cu$ é a fase mais escura, ambos envolvidos pela matriz $\alpha$ -Al.....	62
Figura 33 – Microestruturas ópticas longitudinais (esquerda) e transversais (direita) da liga Al-11%Si-3,0%Cu solidificada direcionalmente: (a,b) P=3mm, (c,d) P=18mm, (e,f) P=48mm e (g,h) P=88mm a partir da base refrigerada. ...	63
Figura 34 – Microestruturas ópticas longitudinais (esquerda) e transversais (direita) da liga Al-11%Si-4,5%Cu solidificada direcionalmente: (a,b) P=3mm, (c,d) P=18mm, (e,f) P=48mm e (g,h) P=88mm a partir da base refrigerada. ...	64

Figura 35 – Diagrama de fases pseudo-binário do sistema Al-11%Si-XCu. ....	66
Figura 36 – Evolução da fração de sólido em relação à temperatura durante a solidificação das ligas Al-11%Si-3,0Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, figuras (a) e (b), respectivamente. Simulação realizada no <i>software</i> Thermo-Calc®. ....	67
Figura 37 – Difractogramas de raios-X referentes a diferentes taxas de resfriamento na solidificação ao longo do comprimento das ligas fundidas sob condições transientes de solidificação (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu. ....	68
Figura 38 – Variações experimentais de espaçamentos dendríticos primário (a,b), secundário (c,d) e terciário (e,f) ao longo dos lingotes das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu. $R^2$ é o coeficiente de determinação. ....	70
Figura 39 – Relações experimentais da evolução de $\lambda_1$ em função de $T$ para as ligas ternárias Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu.....	72
Figura 40 – Relações experimentais da evolução de $\lambda_2$ em função de $VL$ para as ligas ternárias Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu em comparação com a tendência proposta para liga binária Al-11%Si [11].....	73
Figura 41 – Relações experimentais da evolução de $\lambda_3$ em função de $T$ para as ligas ternárias Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu.....	73
Figura 42 – Imagens obtidas através do MEV de amostras transversais da liga Al-11% Si-3,0% Cu, variando a magnificação (100x, 200x, 500x e 1000x) e a taxa de resfriamento (14,4°C/s e 4,6°C/s). Valores de aumentos (x) apenas indicativos.....	76
Figura 43 – Imagens obtidas através do MEV de amostras transversais da liga Al-11% Si-4,5% Cu, variando a magnificação (100x, 200x, 500x e 1000x) e a taxa de resfriamento (20,8 °C/s e 5,7°C/s). Valores de aumentos (x) apenas indicativos.....	77
Figura 44 – Imagens de MEV com uso do sinal de elétrons secundários (SE) de amostras submetidas a taxas de resfriamento semelhantes, 0,4°C/s e 0,3°C/s, das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, respectivamente, e seus mapeamentos de elementos por EDS: Al-K (b, g), Si-K (c, h), Cu-K (d, i) e Fe-K (e, j). ....	78
Figura 45 – Imagens de MEV com uso do sinal de elétrons secundários (SE) de amostras submetidas a taxas de resfriamento de 14,4°C/s e 21,1°C/s, das ligas	

Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, respectivamente, e seus mapeamentos de elementos por EDS: Al-K (b, g), Si-K (c, h), Cu-K (d, i) e Fe-K (e, j). .....	79
Figura 46 – Análise química pontual por EDS (em %atômica) de aspectos microestruturais representativos da liga Al-11%Si-3,0%Cu. As amostras são das posições que distam 8mm (a) e 48mm (b) da face de contato metal/molde arrefecida durante a solidificação.....	80
Figura 47 – Análise química pontual por EDS (em %atômica) de aspectos microestruturais representativos da liga Al-11%Si-4,5%Cu. As amostras são das posições que distam 8mm (a) e 48mm (b) da face de contato metal/molde arrefecida durante a solidificação.....	81
Figura 48 – Espaçamento do Si presente no microconstituente eutético binário Al-Si, $\lambda_{Si}$ , em função da velocidade de avanço da frente eutética (a) Al-Si e espaçamento do $Al_2Cu$ presente no microconstituente eutético ternário Al-Si-Cu, $\lambda_{Al_2Cu}$ , em função da velocidade de avanço da frente eutética (b) Al-Si-Cu para as ligas Al-11%Si-X%Cu. ....	83
Figura 49 – Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-11%Si-3,0%Cu.....	87
Figura 50 – Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-11%Si-4,5%Cu.....	89
Figura 51 – Valores determinados experimentalmente do (a) limite de resistência à tração, (b) alongamento específico e (c) limite de escoamento versus $\lambda_1$ para as ligas ternárias Al-Si-Cu.....	92
Figura 52 – Gráficos da variação do (a) limite de resistência à tração, (b) alongamento específico e (c) limite de escoamento em relação à raiz quadrada do inverso do espaçamento dendrítico primário, $\lambda_2$ .....	93
Figura 53 – Evolução da Microdureza Vickers (HV) em função do espaçamento dendrítico primário, $\lambda_1$ para as ligas ternárias Al-Si-Cu. ....	94



**SÍMBOLOS E ABREVIATURAS**

<b>A4</b>	Estrutura do diamante
<b>ASTM</b>	American Standard for Testing of Materials
<b>AISI</b>	American Iron and Steel Institute
<b>AWS</b>	American Welding Society
<b>BAISi</b>	Classe de ligas Al-Si para brasagem
<b>BSE</b>	Sinal de elétrons retroespalhados
<b>CAD</b>	Computer aided design
<b>C<sub>0</sub></b>	Concentração de soluto
<b>C16</b>	Estrutura tetragonal de corpo centrado
<b>DRX</b>	Difração de raios-X
<b>EDS</b>	Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva
<b>FCC</b>	Estrutura cúbica de face centrada
<b>G<sub>L</sub> ou G</b>	Gradiente térmico na frente liquidus
<b>G<sub>EB</sub></b>	Gradiente térmico na frente eutética binária
<b>G<sub>ET</sub></b>	Gradiente térmico na frente eutética ternária
<b>HV</b>	Vickers hardness
<b>MEV</b>	Microscopia eletrônica de varredura
<b>P</b>	Posição dos termopares ao longo do lingote
<b>R<sup>2</sup></b>	Coeficiente de determinação
<b>SE</b>	Sinal de elétrons secundários
<b>SRC</b>	Super-resfriamento constitucional
<b>T<sub>q</sub></b>	Temperatura real do líquido na frente de solidificação
<b>Ḥ ou Ḥ<sub>L</sub></b>	Taxa de resfriamento da frente <i>liquidus</i>

$\dot{T}_{EB}$	Taxa de resfriamento da frente eutética binária
$\dot{T}_{ET}$	Taxa de resfriamento da frente eutética ternária
$T_L$	Temperatura <i>liquidus</i>
$T_s$	Temperatura <i>solidus</i>
$t_L$	Tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i>
$t_{SL}$	Tempo local de solidificação
<b>TCAL5</b>	Base de dados termodinâmicos para ligas de Al
$v$	Velocidade de solidificação
$V_L$ ou $V$	Velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i>
$V_{EB}$	Velocidade de deslocamento da isoterma de transformação eutética binária
$V_{ET}$	Velocidade de deslocamento da isoterma de transformação eutética ternária
$\lambda_e$	Espaçamento eutético
$\lambda_{EB}$	Espaçamento eutético binário
$\lambda_{ET}$	Espaçamento eutético ternário
$\alpha$	Alfa
$\propto$	Símbolo de proporcionalidade
$\beta$	Beta
$\delta$	Alongamento específico
$\varepsilon$	Epsilon
$\gamma$	Gama
$\eta$	Eta
$\lambda_1$	Espaçamento dendrítico primário

$\lambda_2$	Espaçamento dendrítico secundário
$\lambda_3$	Espaçamento dendrítico terciário
$\mu$	Mícron
$\theta$	Teta
$\sigma_e$	Limite de escoamento
$\sigma_u$	Limite de resistência à tração
$\sigma_y$ ou $\sigma_{0,2}$	Tensão de escoamento
$\zeta$	Zeta



## 1 INTRODUÇÃO

Ligas de alumínio são de grande interesse industrial graças às suas propriedades como boa relação resistência/peso, boa resistência à corrosão, elevadas condutividades elétrica e térmica e boa trabalhabilidade em processos de usinagem e conformação mecânica, assim, sendo muito empregadas pelas indústrias automobilística e aeroespacial [1–4].

As ligas ternárias Al-Si-Cu das séries 319.1 e 333.1 (5,5-10%Si e 3,0-4,0%Cu) possuem crescente importância na indústria automobilística e aeronáutica devido ao seu baixo peso relativo, boa fundibilidade, boa resistência mecânica a temperaturas relativamente elevadas, baixo coeficiente de expansão térmica e boa resistência à abrasão e soldabilidade [2, 5, 6]. De um modo geral, as ligas ternárias Al-Si-Cu possuem uma maior resistência mecânica que as ligas Al-Si e maior resistência à corrosão que as ligas Al-Cu [2, 5].

As ligas ternárias Al-Si-Cu também estão incluídas entre as ligas da série 4xxx, nas quais o Si é o principal elemento de liga. Essa classe inclui ligas utilizadas como metal de adição em soldagem e chapas de brasagem e não são endurecíveis por solubilização e precipitação. As ligas deste trabalho se encontram no intervalo de composição da liga 4145: 9,3-10,7%Si e 3,3-4,7%Cu [3].

Insistindo na abrangência de aplicações das ligas ternárias Al-Si-Cu, estas ainda se classificam entre as ligas utilizadas para brasagem. De um modo geral, as ligas à base de alumínio-silício são utilizadas para operações de brasagem em forno, por imersão ou por chama. A classe de ligas Al-Si para brasagem segue a nomenclatura BAISi seguida de um número referente à sua faixa de composição, na qual a letra “B” se refere à *brazing* (brasagem). A liga 4145 se encontra na classificação AWS BAISi-3 [3].

Seus elementos de liga majoritários, Si e Cu, exercem grande influência nas suas propriedades. A adição do silício como elemento de liga interfere diretamente na fundibilidade da liga, elevando a fluidez, melhorando a resistência a defeitos resultantes da fundição e contribuindo para reduzir o peso

específico e o coeficiente de expansão térmica [3, 6, 7]. Até 12%Si é adicionado em ligas trabalhadas plasticamente, utilizadas como revestimento de chapas para brasagem. O cobre, por sua vez, é o elemento de liga mais importante das ligas Al-Si para fusão, pois eleva a resistência a baixas temperaturas após o tratamento de solução sólida e a elevadas temperaturas devido a formação de compostos com ferro, níquel, manganês, etc.; além de melhorar a dureza, as resistências à fadiga e fluência e a usinabilidade. Em contrapartida, reduz a resistência à corrosão e a fundibilidade [6, 7]. As ligas ternárias Al-Si-Cu contendo mais que 3-4% de cobre são tratáveis termicamente, mas geralmente esse tratamento só é realizado em ligas que também possuem Mg, elemento que eleva a resposta do tratamento térmico de endurecimento [3].

O aumento da demanda de materiais com propriedades como as das ligas Al-Si-Cu gerou a necessidade de se controlar as especificações microestruturais de maneira mais rígida [2]. Portanto, é imprescindível o bom controle do processo de solidificação, pois sua influência pode ser notada mesmo no produto acabado e a estrutura de solidificação e seus defeitos associados são de difícil remoção uma vez criados [8]. Isso é ainda mais crítico para o caso de ligas multicomponentes, cujas reações intermediárias e precipitação de fases no transcorrer da solidificação tornam o controle microestrutural ainda mais complexo.

A morfologia predominante observada durante a solidificação de ligas metálicas é o arranjo dendrítico, que pode ser caracterizado pelos espaçamentos entre braços primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ ) das dendritas que o compõem. Essas características microestruturais afetam o padrão de microsegregação, o que influencia o tamanho e a distribuição de porosidades, resistência, ductilidade, tensão de escoamento, limite de resistência à tração e a cinética de homogeneização das ligas solidificadas [6]. Quanto menores os espaçamentos dendríticos mais refinada é a microestrutura apresentada, melhorando o desempenho mecânico dos produtos fundidos, respeitando as fórmulas denominadas do tipo Hall-Petch [4]. Diz-se que são “do tipo”, pois Hall-Petch se refere, originalmente, a tamanho de grãos cristalinos.

A literatura apresenta muitos estudos sobre solidificação, experimentais e teóricos, com foco na evolução microestrutural de ligas de alumínio binárias e ternárias. Relações de predição do crescimento celular e dendrítico, teóricas e experimentais, foram propostas e validadas [1, 2, 12-26].

Desta forma, sendo possível prever propriedades finais da peça produzida a partir de relações experimentais com parâmetros de processo, faz-se importante o estudo das ligas propostas neste trabalho, relacionando refinamento estrutural tanto com parâmetros térmicos de solidificação quanto com propriedades mecânicas, contribuindo, desta forma, com o desenvolvimento das ligas para brasagem. As ligas selecionadas para este trabalho foram Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu e localizam-se no intervalo de composição tolerado para ligas de aplicação em brasagem. Portanto, através dessas composições foi possível investigar as alterações microestruturais e de propriedades de ligas dentro da especificação considerada comercialmente aplicável.



## 2 OBJETIVOS

Realizar a caracterização microestrutural durante a solidificação transitória das ligas ternárias Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, no sentido de derivar relações representativas da evolução microestrutural em função dos parâmetros térmicos de solidificação para estas ligas. A partir dessas, poderão ser programadas propriedades adequadas conforme aplicação desejada a partir do controle de parâmetros de processo.



### 3 REVISÃO DA LITERATURA

#### 3.1 Macroestruturas e Microestruturas de Solidificação

A macroestrutura de solidificação, de um modo geral, pode ser dividida em três zonas distintas: zona coquilhada, colunar e equiaxial. Ao verter uma liga fundida, assim que o metal líquido toca a parede do molde, a taxa de resfriamento imposta por esse contato é a mais elevada do processo, pois a temperatura do molde neste instante é relativamente baixa, dando início à nucleação de pequenos grãos orientados aleatoriamente na parede do molde, formando uma zona coquilhada mais externa. Esses grãos, então, competirão pelo crescimento, gerando grãos dendríticos, mais alongados e paralelos uns aos outros, que se desenvolvem no sentido oposto ao de extração de calor, seguindo direções cristalinas preferenciais, formando uma zona colunar [8]. Essa direção de crescimento dendrítico não é necessariamente paralela à direção de extração de calor, seguindo uma direção cristalográfica preferencial. No caso do alumínio, que possui estrutura cúbica de face centrada, essa direção preferencial refere-se àquelas da família  $\langle 100 \rangle$  [8–10]. E, como resultado de braços dendríticos rompidos, devido ao fluxo convectivo de metal líquido, o final da solidificação é caracterizado por uma região composta por grãos equiaxiais, nucleados a partir desses fragmentos. Essa microestrutura resultante da solidificação não depende apenas dos parâmetros de resfriamento, mas também é dependente da composição da liga. Além da morfologia dendrítica de crescimento, também é comum a microestrutura eutética ou uma mistura de ambas as estruturas presentes como subestruturas dos grãos formados [8].

A microestrutura resultante do processo de solidificação é determinada pela interface entre o sólido recém-formado e o metal líquido. Idealmente a interface sólido/líquido deveria ser plana, mas diferentes microestruturas se desenvolvem durante a solidificação graças às instabilidades que surgem nessa interface devido às alterações nos parâmetros constitucionais e térmicos locais [4]. Essas instabilidades podem ser mais facilmente compreendidas para o caso de substâncias puras, as quais possuem a estabilidade dependente da direção do fluxo de calor. Para a condição de gradiente de temperatura positivo, na

solidificação direcional, por exemplo, ou durante a evolução da zona colunar de um lingote, quando a temperatura se eleva da interface para dentro do líquido, a direção do fluxo de calor é oposta à de solidificação. A interface se encontrará à temperatura  $T_q$ , imposta pelo fluxo de calor, igual ao ponto de fusão da liga. Quando uma perturbação surge em uma superfície plana, o gradiente do líquido aumenta, enquanto que o do sólido reduz, e, portanto, como o fluxo é proporcional ao gradiente, mais calor flui para a ponta da perturbação, e menos para dentro do sólido, de maneira que esse calor concentrado acaba por refundir a perturbação e restabelece a superfície plana inicial. O oposto também é válido, quando há o surgimento de vales [8].

Já no caso de ligas, caso a solidificação ocorra sob condições de equilíbrio termodinâmico, há tempo suficiente para que haja uma distribuição homogênea de todo o soluto rejeitado pela frente de solidificação, por difusão e convecção, enquanto que a concentração da fase sólida se mantém uniforme e em equilíbrio com a composição do metal fundido, pois é proporcionado um avanço lento o suficiente da frente de solidificação, permitindo que haja essa estabilidade [11]. Caso contrário, para velocidades maiores (condições fora de equilíbrio, portanto), é gerada uma instabilidade logo à frente da interface sólido/líquido a uma concentração localizada desse soluto, rejeitado pela fase sólida. Isso se deve à menor solubilidade de soluto em condições fora do equilíbrio termodinâmico, quando a interface de solidificação avança a uma velocidade maior do que a velocidade na qual o soluto é capaz de se redistribuir pela fase líquida [4, 8, 9, 11]. O resultado é a distribuição não uniforme de soluto à frente dessa interface. De um modo geral, quanto maior a taxa de crescimento da fase sólida, maior é a rejeição de soluto. A curva de concentração de soluto possui, portanto, uma concentração máxima no líquido logo à frente da interface de solidificação que se redistribui pelo volume líquido, por difusão. Quanto maior a velocidade de avanço da frente de solidificação mais íngreme é essa curva, como é ilustrado na Figura 1, para  $V_2 > V_1$ . Essa rejeição de soluto dá origem a um fenômeno que favorece a nucleação, conhecido como super-resfriamento constitucional (SRC) [4, 8].

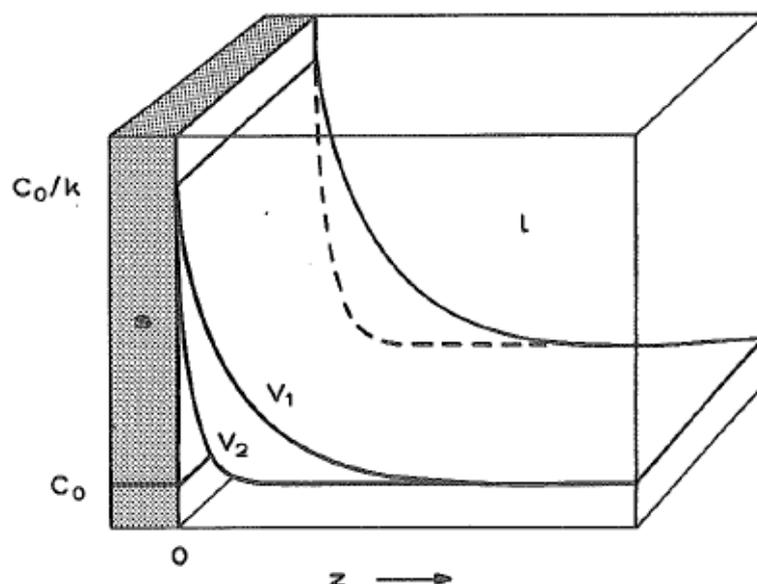


Figura 1 - Variação do perfil de concentração de soluto para diferentes velocidades de avanço da frente de solidificação. Para uma velocidade  $V_2$ , sendo  $V_2 > V_1$ , há um maior acúmulo de soluto próximo à interface de solidificação [8].

Para o caso de ligas hipoeutéticas, durante a solidificação formam-se uma fase sólida menos rica em soluto e uma fase líquida mais enriquecida. Como a temperatura de solidificação é relativa à composição química da liga, a temperatura *liquidus* dessa nova fase líquida, agora mais rica em soluto, é menor que a do volume líquido, que possui a composição nominal, e, portanto, a região enriquecida se encontra sob efeito do SRC [8, 9, 11]. A Figura 2 mostra a relação entre o aumento da concentração de soluto na interface de solidificação e a redução da temperatura *liquidus* no diagrama de equilíbrio de fases.

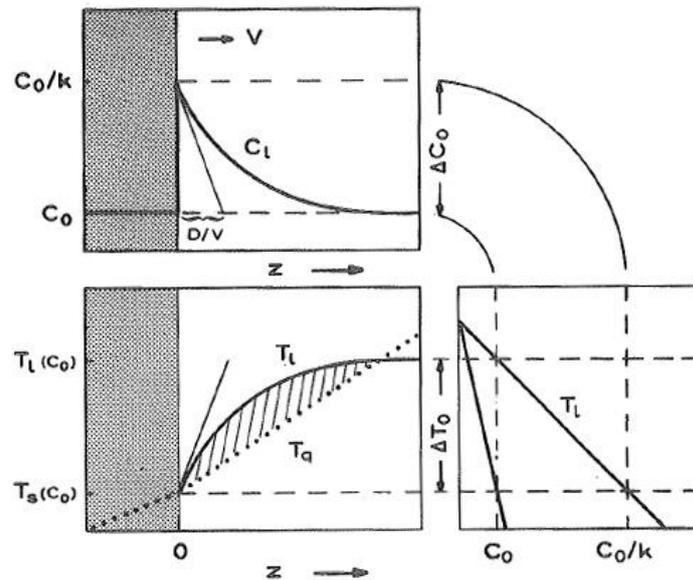


Figura 2 - Correlação entre a concentração de soluto e a redução da temperatura na região super-resfriada constitucionalmente a partir da interface sólido-líquido [8].

A interface, portanto, será estável quando o gradiente de temperatura devido ao fluxo de calor for maior que o gradiente de temperatura *liquidus*. Caso contrário, há alteração na interface devido à sua instabilização, conforme mostram as Figuras 3 e 4. Assim que a microestrutura dendrítica se forma na zona instabilizada, a região resfriada constitucionalmente é praticamente eliminada [4, 8–10].

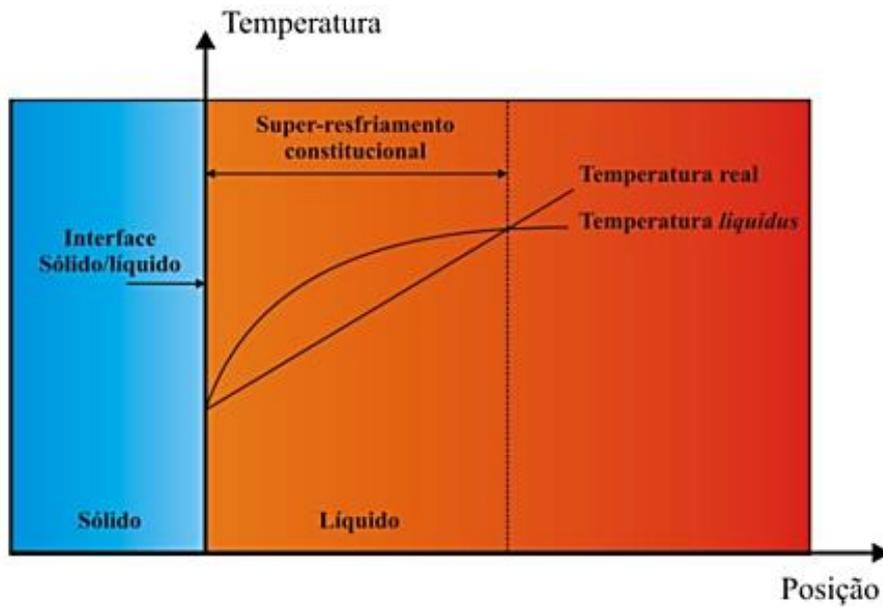


Figura 3- Correlação entre a concentração de soluto e a redução da temperatura na região super-resfriada constitucionalmente a partir da interface sólido-líquido [8].

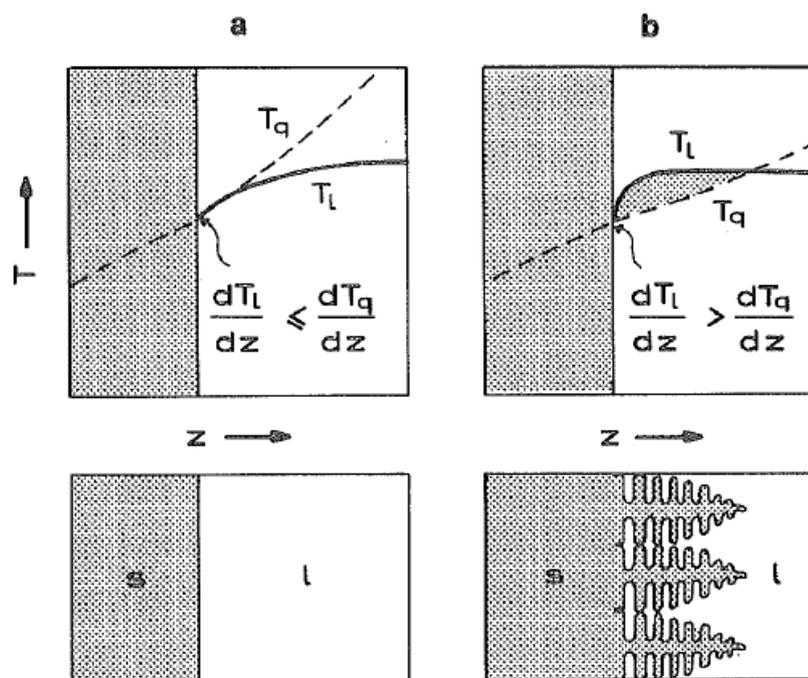


Figura 4 - (a) Interface de solidificação estabilizada uma vez que o gradiente térmico é maior que a temperatura *liquidus* da fase líquida e (b) Surgimento de estruturas dendríticas na região do SRC [8].

As instabilidades da frente de solidificação podem fazer com que a interface planar não consiga se manter estável, promovendo o crescimento de estruturas celulares ou dendríticas, dependendo, respectivamente, do quão mais intenso é o SRC, o que é diretamente relacionado com maiores velocidades da frente de solidificação, como visto anteriormente. Portanto, quanto menor for o valor da razão  $G_L/V_L$ , maior é o intervalo da região super-resfriada constitucionalmente [4, 9, 11].

Um esquema apresentando a influência de diversos fatores na instabilidade da interface sólido/líquido as microestruturas resultantes, pode ser visto na Figura 5 [4]. Além do mais, o aumento do SRC promove maiores instabilidades, permitindo o surgimento de ramificações de maior grau, perpendiculares à célula, formando braços secundários, caracterizando uma rede dendrítica, de seção transversal em forma de cruz de malta [4, 9, 11].

As distâncias entre os centros de células, ramificações primárias e de ramificações de maiores ordens são definidas como espaçamentos intercelulares e interdendríticos, muito importantes para a caracterização microestrutural e conseqüente estudo dos efeitos das condições de solidificação sobre essa estrutura resultante. A Figura 6 exemplifica a identificação dos espaçamentos [4, 8]. A distância entre braços primários é dita espaçamento dendrítico primário, entre braços secundários, dita espaçamento dendrítico secundário, e assim por diante, conforme o grau de ramificações se eleva. A imposição de altas taxas de resfriamento confere espaçamentos microestruturais reduzidos, o que influencia, por sua vez, nas propriedades mecânicas do material [11].

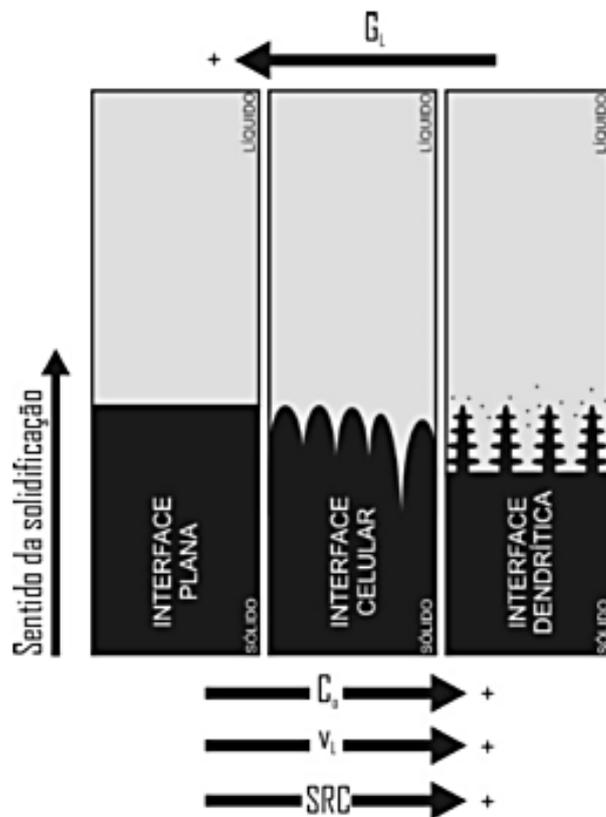


Figura 5 - Interferência de fatores como concentração de soluto ( $C_0$ ), velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $v_L$ ), gradiente térmico ( $G_L$ ) e o SRC na formação de estruturas de solidificação [4].

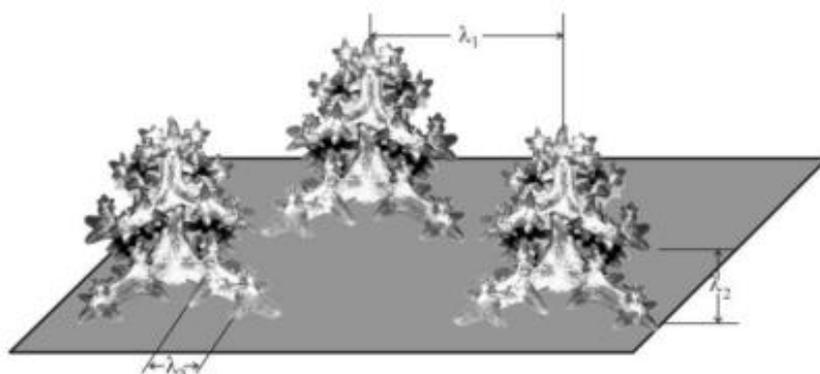


Figura 6 - Identificação dos espaçamentos interdendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ ) [4].

### 3.2 Leis de crescimento celular e dendrítico

Expressar quantitativamente a interdependência entre as condições térmicas de solidificação e os espaçamentos celular ou interdendrítico é de extrema importância, pois os parâmetros de solidificação controlam a microestrutura resultante, e esta, por consequência, exerce elevada influência sobre as propriedades mecânicas da liga metálica em seu estado bruto de fusão.

Modelos teóricos foram desenvolvidos a partir do sistema de solidificação unidirecional para examinar a influência de parâmetros térmicos de solidificação sobre os espaçamentos celulares, dendríticos primários e secundários [4].

#### 3.2.1 Modelos de crescimento celular e dendrítico primário

O modelo de Okamoto e Kishitake [12], assim como o modelo de Bouchard e Kirkaldy [13], correlacionam o espaçamento dendrítico primário com a taxa de resfriamento. O primeiro modelo foi desenvolvido a partir do estudo do regime estacionário de troca de calor, enquanto que o segundo o desenvolveu com base no regime transitório. O modelo proposto é o mesmo:

$$\lambda_1 \propto \dot{T}^{-1/2} \quad (\text{Eq. 3.1})$$

Da mesma forma, outros estudos também convergiram para uma mesma relação. Hunt [14], Kurz e Fisher [15] e Trivedi [16] desenvolveram modelos, a partir do estudo do regime estacionário de fluxo de calor, nos quais tanto o espaçamento celular quando o dendrítico primário são definidos e dependentes da mesma relação:

$$\lambda_c \propto G_L^{-1/2} V^{-1/4} \quad (\text{Eq. 3.2})$$

$$\lambda_1 \propto G_L^{-1/2} V^{-1/4} \quad (\text{Eq. 3.3})$$

O modelo de Hunt [14] foi o primeiro desenvolvido para previsão teórica de espaçamentos celulares e dendríticos primários.

Hunt e Lu [17], por sua vez, distinguiram as equações para os espaçamentos celular e dendrítico primário, mantendo para o espaçamento primário a dependência de  $G_L$  e  $V$ , mas para o celular a relação se dá apenas com a velocidade de solidificação.

### 3.2.2 Modelos de crescimento dendrítico secundário

Os espaçamentos secundários, assim como os celulares e primários, também são fortemente influenciados pelas condições térmicas e constitucionais. Diminuem com o aumento da taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e aumentam com o tempo local de solidificação ( $t_{SL}$ ) [4].

Para descrever o modelo que abrange as condições permanente e transiente de solidificação, Bouchard e Kirkaldy [13] basearam-se na seguinte proporção:

$$\lambda_2 \propto V^{-2/3} \quad (\text{Eq. 3.4})$$

Feurer [18], Mortensen [19] e Kurz e Fisher [15] descreveram a distância dendrítica secundária, estudando a solidificação em regime permanente, em função do tempo local de solidificação ( $t_{SL}$ ) e propuseram:

$$\lambda_2 \propto t_{SL}^{1/3} \quad (\text{Eq. 3.5})$$

Seguindo uma equação semelhante, Rappaz e Boettinger [20] desenvolveram para um modelo de crescimento para ligas multicomponentes, sendo  $M$  um fator que agrega a contribuição de cada elemento de liga à equação:

$$\lambda_2 = 5,5(Mt_{SL})^{1/3} \quad (\text{Eq. 3.6})$$

### 3.2.3 Modelos de crescimento dendrítico terciário

São escassos na literatura estudos experimentais que visam a caracterização e quantificação dos espaçamentos dendríticos terciários ( $\lambda_3$ ). Da mesma forma que as ramificações primárias e secundárias, as terciárias, que crescem segundo a mesma orientação das primárias, exercem uma forte influência nas propriedades dos materiais fundidos. Grugel [21], Sá [22] e Freitas [23] relacionaram o espaçamento terciário com o tempo local de solidificação:

$$\lambda_3 \propto t_{SL}^{1/3} \quad (\text{Eq. 3.7})$$

Rosa e colaboradores [24] investigaram a solidificação em regime transiente de ligas hipoeutéticas dos sistemas Al-Si e Al-Cu, observando uma melhor correlação com o expoente 0,55:

$$\lambda_3 \propto t_{SL}^{0,55} \quad (\text{Eq. 3.8})$$

### 3.2.4 Validação experimental

Segundo Bouchard e Kirkaldy [13], após compilarem os expoentes propostos para diversas composições de ligas binárias, para os estados estacionário e transitório de fluxo de calor, o expoente que prevalece na relação entre  $\lambda_1$  e a taxa de resfriamento, segundo uma aproximação por lei de potência, é  $-1/2$ .

$$\lambda_1 \propto \dot{T}^{-1/2} \quad (\text{Eq. 3.9})$$

De acordo com o mesmo estudo,  $\lambda_2$  se relaciona satisfatoriamente com a taxa de resfriamento pelo expoente  $-1/3$ , tanto no estado estacionário quanto no transitório. Com os coeficientes sugeridos é obtida uma boa concordância com os dados experimentais, resultando em dados confiáveis para ligas binárias quando há falta de informação.

$$\lambda_2 \propto \dot{T}^{-1/3} \quad (\text{Eq. 3.10})$$

Segundo Feurer [25], para a solidificação direcional ascendente em condições transientes de fluxo de calor de ligas Al-Si hipoeutéticas, a distância interdendrítica primária se relaciona satisfatoriamente à taxa de resfriamento pelo expoente  $-0,55$ , e também serve para ligas Al-Cu e Sn-Pb [26]. Já a distância secundária pode ser relacionada à velocidade de avanço da frente de solidificação através do expoente  $-2/3$ .

$$\lambda_1 \propto \dot{T}^{-0,55} \quad (\text{Eq. 3.11})$$

$$\lambda_2 \propto V_L^{-2/3} \quad (\text{Eq. 3.12})$$

Gomes *et al.* [1] mostraram que para ligas Al-Si-Cu hipoeutéticas, em condições transitórias de fluxo de calor, fazem-se válidas as leis de potência que relacionam a variação de  $\lambda_2$  em função da velocidade de avanço da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ) com o expoente  $-2/3$ , e em função da taxa de resfriamento com o expoente  $-1/3$ , esta última também validada por Costa *et al.* [2]. As leis experimentais propostas podem ser utilizadas para predizer a escala do arranjo dendrítico a partir do controle de variáveis operacionais do processo de solidificação [1].

### 3.3 Ligas Al-Si: microestruturas e propriedades mecânicas

Aproximadamente 50% das ligas de alumínio utilizadas na indústria de fundição consistem de ligas do sistema alumínio-silício, englobando tanto a composição eutética quanto ligas hipoeutéticas e hipereutéticas. As ligas desse sistema possuem características físicas e mecânicas, como: elevada fluidez, pequena contração na solidificação, resistência à corrosão, soldabilidade e boa relação resistência/peso, dentre outras, que as fazem adequadas para essa aplicação [9]. De um modo geral, as ligas Al-Si são utilizadas quando são exigidas características tais como boa fundibilidade e resistência à corrosão, sendo muito utilizadas para substituir várias ligas ferrosas nas indústrias automotiva, de transportes e aeroespacial. Se for necessária alta resistência mecânica, a adição de Mg torna a liga tratável termicamente.

Ligas contendo a partir de 2%Si (em peso) são utilizadas para fundição, mas o convencional são ligas contendo entre 5 e 10%. A resistência mecânica e ductilidade dessas ligas, principalmente as contendo alto teor de Si, podem ser melhoradas significativamente pela modificação morfológica do eutético Al-Si. Isso se dá, pois as propriedades mecânicas não dependem apenas da composição química da liga, mas também são afetadas por características microestruturais, como a morfologia da fase Al- $\alpha$  e das partículas de Si eutético [3, 7].

A modificação do eutético de ligas hipoeutéticas (<12%Si) é particularmente vantajosa para fundição em molde de areia e pode ser obtida pela adição controlada de Na ou Sr, refinando a fase eutética. Ca e Sb também podem ser utilizados. Pseudo-modificações podem ser obtidas pelo controle de taxa de solidificação, refinando o eutético. Já nas ligas hipereutéticas (>12%Si) o refinamento da fase de silício proeutético com a adição de P é essencial para o bom desempenho de produtos fundidos [3].

Como pode ser visto na Figura 7, por exemplo, a adição de sódio à liga Al-Si promove o deslocamento do ponto da transformação invariante eutética para a direita do diagrama de fases Al-Si, se deslocando de concentrações de 11,6%Si para 14%Si; e de temperaturas de 577°C para 564°C. Essa nova

configuração permite o crescimento do eutético fibroso no lugar do eutético na forma de “*flakes*”. Além do mais, de acordo com a Figura 8, as propriedades de resistência e alongamento específico são melhoradas graças à nova morfologia do Si proporcionada pela adição de Na.

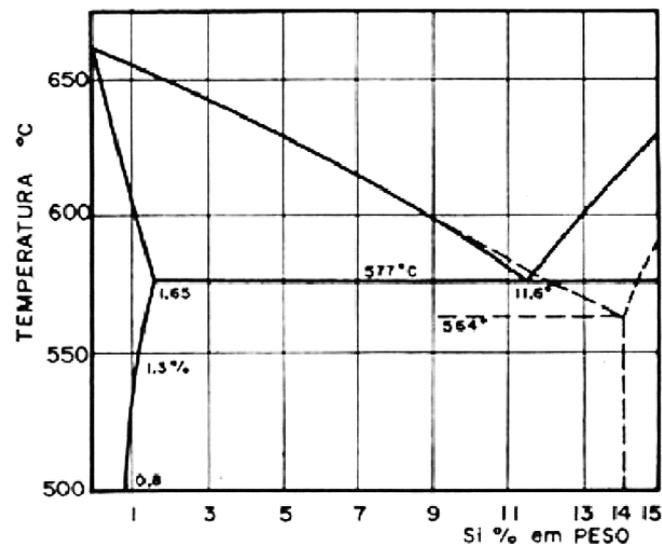


Figura 7 – Efeito da adição de sódio (Na) na transformação eutética de ligas Al-Si [27].

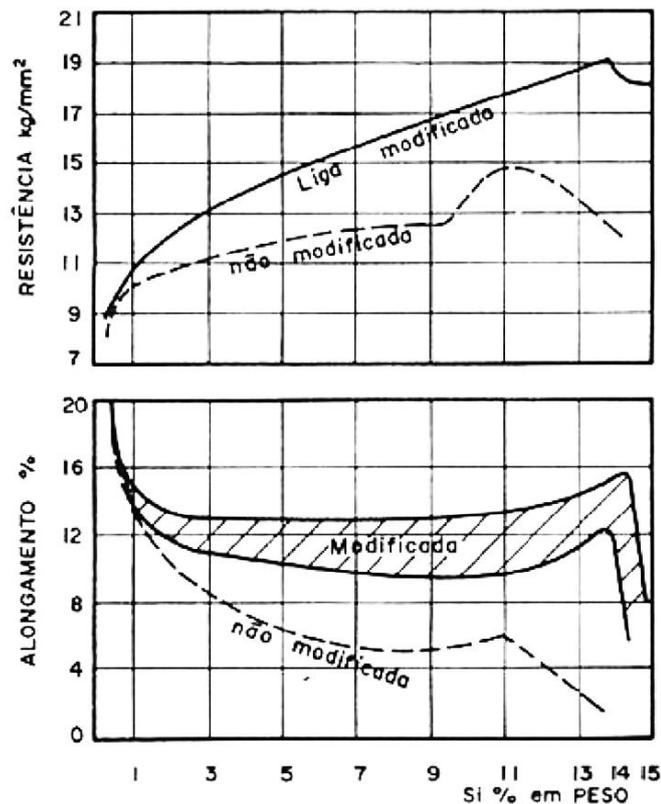


Figura 8 – Efeito da adição de sódio (Na) nas propriedades mecânicas de ligas Al-Si [27].

No que se refere ao quesito de resistência à corrosão, espaçamentos dendríticos secundários mais finos promovem uma maior resistência à corrosão, o que está relacionado com uma fase eutética mais refinada e melhor distribuída. O acréscimo de Si nas ligas binárias Al-Si reduz a resistência à corrosão devido ao aumento da fração volumétrica de eutético [7].

Spinelli e coautores [28] estudaram os aspectos microestruturais de pós atomizados da liga Al-18%Si produzidos por solidificação rápida. Foram calculadas a taxa de resfriamento e a velocidade de avanço da frente eutética, sendo que ambos parâmetros diminuem conforme a solidificação ocorre, no sentido do ponto de nucleação para a superfície do pó, enquanto que o espaçamento eutético aumenta. Também demonstraram que, devido às altas taxas de resfriamento, há o predomínio de Si na forma globular dentro de regiões eutéticas, ao passo que nas regiões fora da zona eutética primária, notou-se a presença de estruturas de Si fibrosas. A morfologia globular fina do silício

eutético demonstrou ser um inibidor eficaz do avanço de linhas de discordância, devido aos maiores valores de resistência obtidos.

Reyes et al. [29] estudaram o crescimento eutético em duas ligas Al-Si hipereutéticas, Al-15%Si e Al-18%Si, solidificadas direcionalmente, e demonstraram que as propriedades mecânicas se elevam com a redução dos espaçamentos eutéticos, sendo que variações mais significativas de resistência mecânica e ductilidade ocorrem no intervalo de espaçamentos entre 1,0  $\mu\text{m}$  e 2,3  $\mu\text{m}$  para a liga Al-15%Si.

### 3.4 Eutético Al-Si

A transformação eutética é uma reação invariante, na qual o líquido se transforma em duas ou mais fases sólidas, presente em grande parte das ligas utilizadas em fundição e soldagem [11]. A composição eutética consiste, se considerado um sistema binário simples, em uma composição única que possui temperatura de fusão menor que a dos dois constituintes, justificando a origem do próprio termo, que é a derivação de uma palavra grega que significa “de fusão mais fácil” [9].

A solidificação do líquido é dada pela deposição simultânea das duas soluções sólidas, alfa e beta, sendo definida por:  $L \rightarrow \alpha + \beta$ . O sólido resultante é formado por uma mistura íntima de duas soluções sólidas ( $\alpha$  e  $\beta$ ), embora a microestrutura que decorre dessa mistura dependa da forma de crescimento atômico de cada fase individualmente; facetada ou difusa. As morfologias dos eutéticos podem assumir diversos formatos e podem ser classificadas em três categorias: Estruturas regulares, regulares complexas e irregulares [9].

As estruturas regulares consistem em dois tipos de microestruturas: lamelares ou fibrosas. No caso de elevadas frações volumétricas de ambas as fases ( $f \sim 0.5$ ), formam-se estruturas lamelares, constituídas de placas paralelas e alternadas das duas fases sólidas que compõem o eutético. Para frações volumétricas menores a microestrutura é fibrosa, constituída de barras finas, ou lâminas, de uma das fases, envolvida pela fase matriz. Uma terceira forma de

eutéticos regulares são os eutéticos globulares, que, embora não sejam muito comuns, ocorrem em algumas ligas de importância comercial. A regularidade do eutético possui um efeito importante sobre as propriedades mecânicas, pois caso haja necessidade de se controlar a orientação das fases, isso se torna possível [8, 9].

As estruturas regulares complexas apresentam duas regiões de aspectos distintos: uma com um padrão regular repetitivo e outra com orientação ao acaso das duas fases que constituem o eutético. Por fim, as estruturas irregulares consistem essencialmente de orientações ao acaso das duas fases que constituem o eutético [9].

Ligas Al-Si possuem uma morfologia de crescimento das fases do eutético que pode ser tanto difusa quanto facetada e resultam microestruturas eutéticas do tipo regular complexa ou irregular [9]. O eutético irregular é típico das ligas Al-Si, caracterizadas pelo silício acicular (*flakes*), sem orientação definida, em uma matriz  $\alpha$ -Al [11].

Em uma liga hipoeutética solidificada fora do equilíbrio termodinâmico, a estrutura eutética se forma a partir do líquido retido entre os braços dendríticos. A dendrita formada é nomeada fase primária ou pró-eutética, já que se formou antes da estrutura eutética [11].

As ligas Al-Si solidificam de modo que uma das fases tenham uma interface sólido-líquido facetada e a outra não. A interface sólido/líquido não é planar na escala do espaçamento entre as fases, portanto, não é isotérmica. A fase facetada cresce rapidamente para fora da interface com uma morfologia de placas, seguida pelo crescimento da fase não facetada, que cobre a fase facetada, mas não chega a alcançar as pontas da primeira fase, deixando que haja camadas de fase líquida para trás da fase facetada [10].

### 3.5 Eutético ternário Al-Cu-Si

Para uma liga eutética ternária, as três fases existentes podem se manifestar simplesmente como lamelas alternadas de cada fase ou em configurações mais complexas. Por exemplo, duas fases formam uma morfologia regular e a terceira sendo a matriz ou as três fases são lamelares, com a terceira fase perpendicular às outras duas fases. E assim, como nas ligas binárias eutéticas, dendritas podem surgir nos eutéticos ternários por conta da instabilidade provocada pelas condições fora do equilíbrio termodinâmico [11].

Podem-se esperar alterações significativas no comportamento da nucleação do eutético Al-Si devido à segregação de um soluto ternário. O Cu ternário segrega à frente da interface eutético-líquido, durante a solidificação do eutético Al-Si, criando uma zona de SRC que propicia a ocorrência de eventos de nucleação. Entretanto, em ligas Al-Si-xCu comerciais não-modificadas, o super-resfriamento necessário para que haja uma grande densidade de eventos de nucleação é relativamente baixo e, desta forma, a adição de Cu não possui um grande efeito sobre o refinamento granular. Porém, ligas Al-Si com adições de Sr possuem um potencial de nucleação reduzido, exigindo um maior SRC e, neste caso, adições de Cu proporcionariam as condições de super-resfriamento necessárias para que os núcleos se desenvolvam, refinando a microestrutura [30].

Elementos de liga podem mudar a morfologia dos “*flakes*” de Si que formam o eutético Al-Si, formando “*flakes*” mais finos, por exemplo, quando se adiciona Cu, Co, Ni, Sb ou Bi à liga Al-12,6%Si, conforme Figura 9 [31].

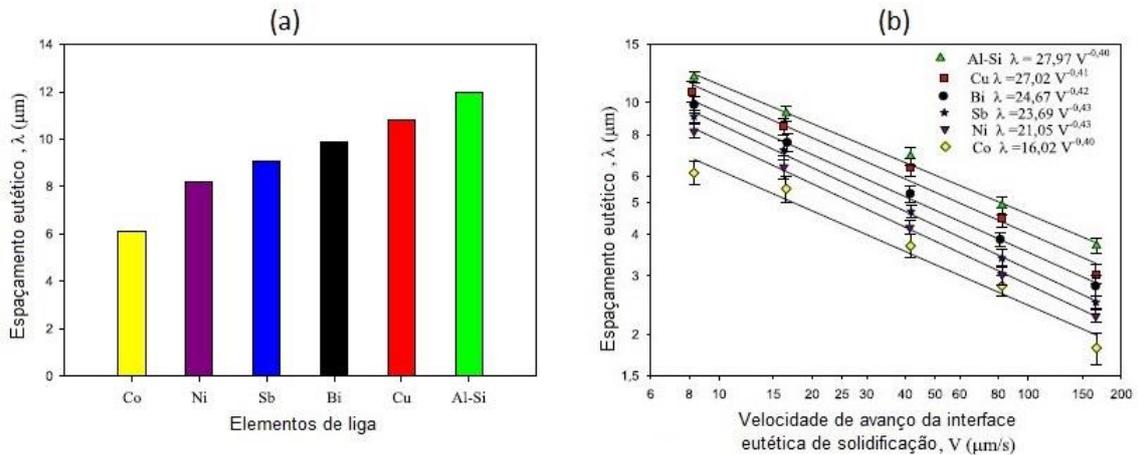


Figura 9 – (a) Variação dos espaçamentos eutéticos x elemento de liga para ligas Al-12,6%Si. (b) Variação dos espaçamentos de Si x velocidade de avanço da interface eutética de solidificação [31].

O sistema Al-Si-Cu mostra uma combinação de morfologias eutéticas não facetada-não facetada AlCu e facetada-não facetada AlSi em meio à matriz Al- $\alpha$ . A liga hipoeutética Al-9%Si-5%Cu solidifica formando, a princípio, dendritas proeutéticas de Al- $\alpha$ , seguido da formação dos eutéticos binário Al- $\alpha$  + Si e ternário Al- $\alpha$  + Al<sub>2</sub>Cu + Si, respectivamente. Já, a liga hipereutética Al-12,5%Si-5%Cu forma, inicialmente, silício primário, também seguido da formação dos eutéticos binário Al- $\alpha$  + Si e ternário Al- $\alpha$  + Al<sub>2</sub>Cu + Si, respectivamente. O diagrama de fases ternário Al-Si-Cu indica as ligas hipo e hipereutéticas citadas e indicadas pelos pontos 4 e 6, respectivamente, na Figura 10. Os pontos 9 e 10, em vermelho, indicam as ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, respectivamente, estudadas neste trabalho.

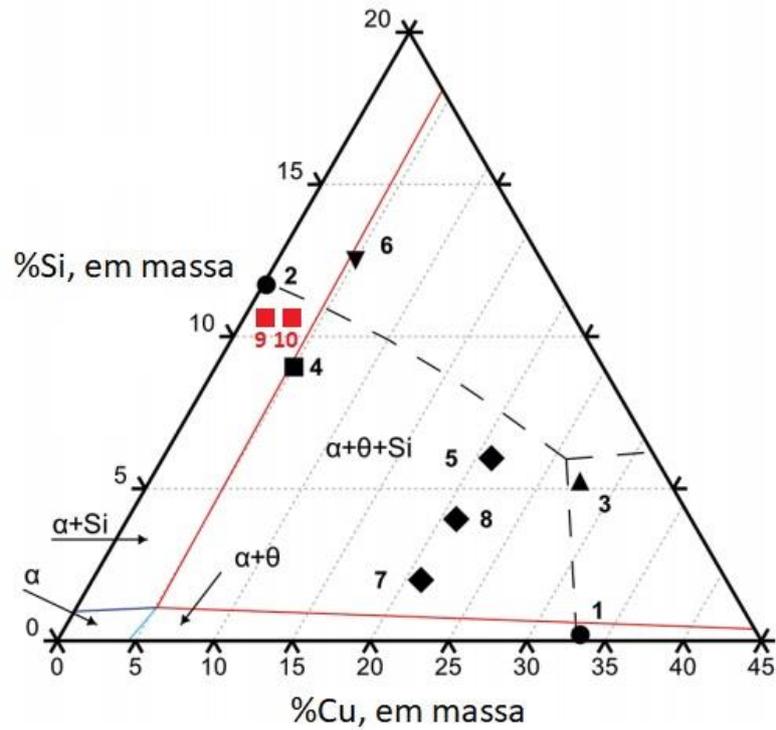


Figura 10 – Região rica em Al do diagrama de fases ternário Al-Si-Cu. As linhas tracejadas mostram as reações eutéticas de caráter binário univariantes Al-Si e Al-Cu. As ligas Al-9%Si-5%Cu e Al-12,5%Si-5%Cu são representadas pelos pontos 4 e 6, respectivamente [32].

As microestruturas características de ambas as ligas, Al-9%Si-5%Cu e Al-12,5%Si-5%Cu, podem ser vistas na Figura 11.

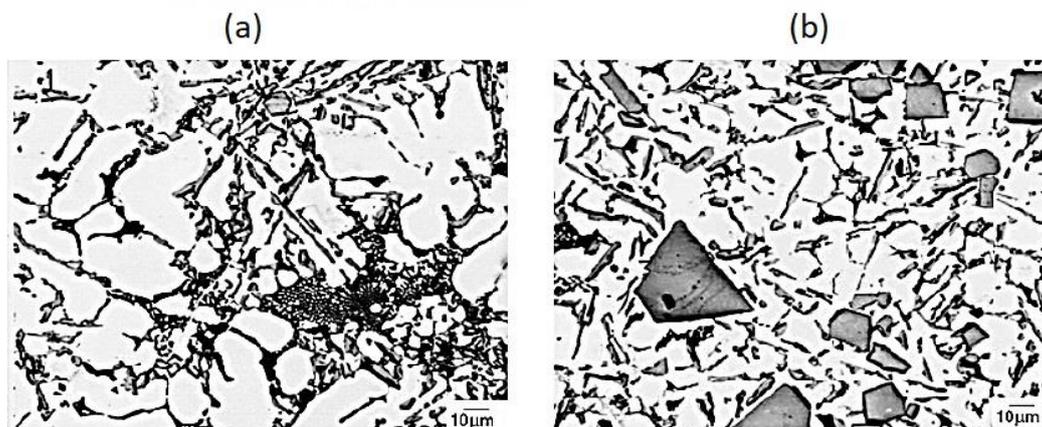


Figura 11 – Microestruturas longitudinais das ligas Al-9%Si-5%Cu (a) e Al-12,5%Si-5%Cu (b). As fases brancas, cinzas e pretas são Al- $\alpha$ , Si e Al<sub>2</sub>Cu, respectivamente [32].

### 3.6 Ligas de brasagem Al-Si-Cu: microestruturas, molhabilidade e propriedades mecânicas

A brasagem é utilizada para união, principalmente, de peças finas, peças tratadas termicamente, metais dissimilares, etc.; encontrando hoje grande aplicação industrial [33]. Brasagem, por definição, emprega um metal de adição com a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) acima de 450°C e abaixo da temperatura *solidus* ( $T_S$ ) do metal-base. Já na solda branda o metal de adição funde abaixo de 450°C. A brasagem se difere da soldagem, pois o intervalo de temperatura de brasagem deve conter temperaturas abaixo da temperatura *solidus* do metal-base, não havendo fusão substancial deste último, como ocorre na soldagem [3, 33–35].

A escolha de um metal de adição para uma determinada operação de brasagem é crítica para se obter uma junta com características adequadas a uma dada aplicação. Essa escolha é feita em função do metal-base, do método de aquecimento, do desenho da junta e da proteção. Além disso, o metal de adição deve ter um intervalo de brasagem adequado, boa molhabilidade, boa capilaridade, boa fluidez e propriedades mecânicas compatíveis com a aplicação [33, 34].

As ligas à base de alumínio-silício são adequadas à brasagem em forno e por imersão e, em certos casos, por chama. As ligas a serem examinadas no

presente estudo se enquadram entre as ligas utilizadas como metal de adição para brasagem, sendo as ligas BAISi-3 (4145) utilizadas entre 571°C e 604°C, como pode ser observado na Tabela 1. Na terminologia da norma AWS, o “B” em BAISi se refere a classe *brazing* (brasagem) [3].

Tabela 1 - Composição dos metais de adição mais comuns utilizados nas operações de brasagem de ligas de alumínio. Tabela adaptada de [3].

Classificação AWS	Composição em peso (%)						
	Si	Cu	Mg	Zn	Mn	Fe	Al
BAISi-2	6,8-8,2	0,25	---	0,20	0,10	0,8	bal.
BAISi-3(b)	9,3-10,7	3,3-4,7	0,15	0,20	0,15	0,8	bal.
BAISi-4	11,0-13,0	0,30	0,10	0,20	0,15	0,8	bal.
BAISi-5(c)	9,0-11,0	0,30	0,05	0,10	0,05	0,8	bal.
BAISi-6(d)	6,8-8,2	0,25	2,0-3,0	0,20	0,10	0,8	bal.
BAISi-7(d)	9,0-11,0	0,25	1,0-2,0	0,20	0,10	0,8	bal.
BAISi-8(d)	11,0-13,0	0,25	1,0-2,0	0,20	0,10	0,8	bal.
BAISi-9(d)	11,0-13,0	0,25	0,10-0,5	0,20	0,10	0,8	bal.
BAISi-10(d)	10,0-12,0	0,25	2,0-3,0	0,20	0,10	0,8	bal.
BAISi-11(d)(e)	9,0-11,0	0,25	1,0-2,0	0,20	0,10	0,8	bal.

(a) Principais elementos de liga, (b) Contém 0,15%Cr, (c) Contém 0,20%Ti, (d) O intervalo entre as temperaturas *solidus* e *liquidus* varia quando utilizado em vácuo, (e) Contém 0,02-0,20%Bi

As ligas Al-Si utilizadas como metal de adição contém entre 7 e 12% de Si. Reduções nos pontos de fusão podem ser obtidas adicionando-se Cu e Zn, mas, em contrapartida, há perda na resistência a corrosão [3].

As juntas brasadas com ligas Al-Si geralmente são sujeitas à serviço contínuo em temperaturas de até 150°C ou, então, costumam ser sujeitas à serviços mais curtos em temperaturas em torno de 205°C [35].

Metais de adição utilizados para brasagem de ligas de alumínio à vácuo não necessitam de fluxo e, geralmente, contêm Mg para melhorar a modificação do filme de óxido, aumentar a molhabilidade e reduzir as pressões parciais de gases que possuam oxigênio dentro da câmara [3].

O intervalo ótimo de temperatura de brasagem para um metal de adição com matriz de alumínio é determinado pelo intervalo de solidificação do metal adicionado e pela quantidade de metal fundido necessária para preencher a junta, o que ainda é limitado pela solubilidade entre o metal de adição e o metal-base. Como pode-se observar na Figura 12, deve haver uma intersecção entre o intervalo de temperatura recomendado para a brasagem do metal-base e o intervalo ótimo para brasagem dos metais de adição [3, 33]:

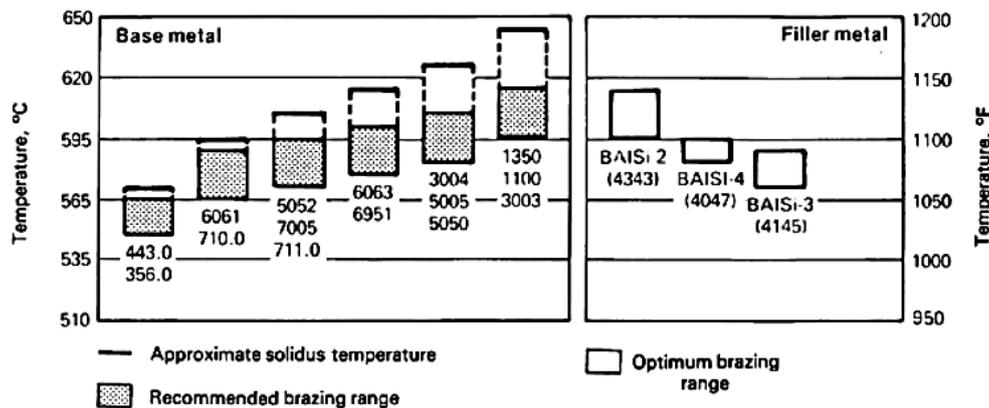


Figura 12 – Comparação entre os intervalos de temperatura de brasagem de ligas à base de alumínio e metais de adição da classe BAISI [3].

De um modo geral, se utilizam ligas de curto intervalo de solidificação para juntas curtas e ligas de amplo intervalo para juntas longas [33]. Os intervalos de temperatura ideais para utilização das principais ligas utilizadas na brasagem de alumínio podem ser conferidos na Tabela 2:

Tabela 2 – Intervalo ideal para brasagem de ligas da classe BAISi. Adaptada de [3, 33].

Classificação	<i>Solidus</i> (°C)	<i>Liquidus</i> (°C)	Temperatura (°C)
AWS			
BAISi-2	577	613	599-621
BAISi-3(b)	521	585	571-604
BAISi-4	577	582	582-604
BAISi-5(c)	577	591	588-604
BAISi-7(d)	599	696	588-504
BAISi-9(d)	562	582	582-604
BAISi-11(d)(e)	559	596	582-604

Os metais de adição podem ser disponibilizados como arames e chapas, mas a produção desses itens se torna mais complicada conforme a quantidade de Si é maior na liga [3].

As seguintes séries de ligas de alumínio podem, a princípio, ser brasadas com os metais de adição BAISi: 1060; EC; 1100; 1350; 3003; 3004; 3005; 5005; 5050; 6053; 6061; 6062; 6063; 6951; 7005, além das ligas fundidas A612, C612, A712.0 e C711.0 [34, 35]. De acordo com a literatura, melhores condições de processo podem ser obtidas quando estas ligas possuem temperatura *solidus* acima dos 590°C. Além do mais, as ligas BAISi que possuem intervalo útil de brasagem entre 566°C e 605°C são indicadas para brasagem de berílio e suas ligas [35].

A maioria das ligas Al-Si de brasagem são utilizadas para qualquer um dos métodos convencionais de brasagem, mas as ligas BAISi-6 a 11, as quais contêm adições de Mg e Mg-Bi, foram desenvolvidas exclusivamente para o uso em brasagem a vácuo, sem utilização de fluxo. Similarmente, a liga BAISi-4 é utilizada na forma de pó, exclusivamente, na brasagem sob imersão. As ligas BAISi são recomendadas para a união de alumínio e suas ligas entre si e para a união dissimilar entre esses materiais e aços inoxidáveis, aços carbono e aços baixa liga [3, 33–35].

As ligas BAISi-3, BAISi-4 e BAISi-5 possuem boa resistência à corrosão. Enquanto BAISi-3 e BAISi-4 são de uso geral, operação por qualquer método de aquecimento, a liga BAISi-5 é utilizada principalmente para brasagem em forno e por imersão. A liga BAISi-2 é utilizada exclusivamente para brasagem em forno ou por imersão, possui menor resistência que as demais, mas é mais adequada para o uso exposto à atmosfera [3, 34].

O sistema ternário Al-Si-Cu, no qual se enquadram as ligas BAISi-3, não possui componentes ternários. A maior parte do sistema é dominada pelo equilíbrio de fase com o Si, uma vez que as fases binárias apenas ocorrem com o enriquecimento de Cu [5].

No corte isotérmico a 400°C, por exemplo, a fase  $\gamma_1$  ( $Al_4Cu_9$ ) apresenta a maior solubilidade do sistema. Os componentes  $\delta$  ( $Al_4Cu_9$ , ~1%Si),  $\gamma$  ( $Cu_5Si$ , ~2%Si),  $\varepsilon$  ( $Cu_{15}Si_4$ , ~2%Al) e  $\eta''$  ( $Cu_3Si$ , ~5%Si) também mostram alguma solubilidade. Não há informação da solubilidade das fases  $\zeta_1/\zeta_2$  ( $Al_3Cu_4$ ),  $\eta_2$  ( $AlCu$ ) e  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ) uma vez que a seção isotérmica apenas inclui a seção com mais que 60at% Cu [5].

Um guia geral para a seleção do metal de adição, pode ser o seguinte [3]:

1. Para a brasagem com tocha ou por indução, devido ao fato de serem métodos de difícil controle de temperatura, é desejável selecionar um metal de adição com uma temperatura *liquidus* o mais abaixo possível da temperatura *liquidus* do metal-base, reduzindo a chance de fusão acidental do metal-base, permitindo um melhor controle.
2. Quando o operador precisa aproximar o metal de adição em uma junta distante, ou realizar a brasagem com utilização de tocha de uma junta muito longa, é ideal utilizar um metal de adição com um grande intervalo entre suas temperaturas *solidus* e *liquidus*.
3. Quando for importante produzir uma junta com alta integridade, é ideal selecionar um metal de adição com um intervalo estreito entre a temperatura *solidus* e *liquidus*.
4. Quando realizando brasagem por imersão, ou em forno, escolher um metal de adição com um curto intervalo de solidificação.

A junta unida pela brasagem é preenchida por ação capilar, assim, para a realização de uma junta brasada com boa qualidade, é necessário que haja um perfeito molhamento das faces a serem unidas pelo metal de adição fundido. Para isto, é imprescindível que o metal-base possua uma superfície isenta de óxidos, graxas, etc. Essa limpeza é realizada, normalmente, por decapagem química ou mecânica. Ainda assim, os metais precisam ser protegidos durante o aquecimento por um fluxo ou atmosfera adequada [33, 34].

O limite de resistência à tração de ligas ternárias Al-Si-Cu hipoeutéticas próximas do ponto eutético, segundo estudo realizado por Gariboldi [36], se encontra na faixa entre 270 e 290 MPa, sendo mais elevado conforme maior o teor de Zn e Cu. A liga com aproximadamente 3%Cu em peso atingiu o maior valor. O mesmo vale para a tensão de escoamento, sendo que o intervalo obtido se deu entre 150 e 180 MPa. Já o alongamento específico e a redução de área se mantiveram semelhantes para todas ligas do trabalho (Tabela 3), ambos em torno de 5%.

Tabela 3 – Composição química (% em peso) das ligas investigadas por Gariboldi comparadas com os limites composicionais de acordo com a norma EN 1706. Tabela adaptada de [36].

Liga		Si	Cu	Zn	Al
EN AC 46000	real	8,227	2,825	0,895	bal.
AlSi9Cu3Fe	limites	8,0-11,0	2,0-4,0	<1,20	bal.
EN AC 46100	real	10,895	1,746	1,274	bal.
AlSi11Cu2(Fe)	limites	10,0-12,0	1,5-2,5	<1,70	bal.
EN AC 47100	real	10,510	0,941	0,354	bal.
AlSi2Cu1(Fe)	limites	10,5-13,5	0,7-1,2	<0,55	bal.

Yu, Lu e Li [37] produziram fitas de ligas de brasagem Al-30%Cu-9%Si, Al-20%Cu-10%Si e Al-10%Cu-11%Si por *melt-spinning* com aproximadamente 100  $\mu$ m de espessura e avaliaram as propriedades mecânicas nas condições com e sem tratamento térmico de recozimento. As folhas não recozidas eram

frágeis devido à presença de fases metaestáveis, enquanto que após o tratamento térmico essas fases foram transformadas em partículas finas de  $\text{Al}_2\text{Cu}$  dispersas pela matriz  $\text{Al-}\alpha$  e as propriedades mecânicas foram consideravelmente melhoradas.

Ceschini et al. [38] realizaram um estudo no qual produziram lingotes da liga  $\text{Al-10\%Si-2\%Cu}$  sob condições de solidificação controladas com o objetivo de se obter espaçamentos dendríticos secundários da ordem de 10 e 50  $\mu\text{m}$ . Os resultados obtidos mostraram que a taxa de resfriamento imposta aos lingotes não afetou apenas os espaçamentos dendríticos, mas também a morfologia do Si eutético e tamanho e fração volumétrica de compostos intermetálicos. A redução do espaçamento dendrítico secundário resultou em maiores resistência a tração e alongamento até a fratura, atingindo valores de 374 Mpa e 12,1%, respectivamente.

Wang et al. [39] propuseram uma liga  $\text{Al-11\%Si-5\%Cu-0,8\%Fe}$  produzida por fundição e tratada termicamente por um tratamento T6 de precipitação. O limite de resistência à tração e o alongamento foram de 336 MPa e 0,72%, respectivamente. Mesmo que correlações óbvias entre essas propriedades e as características microestruturais tenham sido feitas, nenhuma correlação funcional foi proposta.

Buscando correlações funcionais entre resistência mecânica e espaçamento dendrítico, pode-se referenciar a pesquisa desenvolvida por Okayasu et al. [40]. Foram estudadas as propriedades mecânicas de ligas de alumínio para fundição  $\text{Al-10,6\%Si-2,5\%Cu}$  processadas por lingotamento contínuo com rolos gêmeos e do tipo Ohno. A resistência a tração e fadiga das amostras laminadas se mostraram em torno de duas vezes maiores que as apresentadas pelas mesmas ligas produzidas por fundição por gravidade, o que foi explicado devido à presença de grãos mais finos e menos defeitos de fundição. Foram obtidos valores de limite de resistência a tração e alongamento na fratura da ordem de 375 MPa e 10%, respectivamente. As amostras laminadas apresentaram microestrutura anisotrópica e, portanto, não houve grande diferença entre as propriedades mecânicas longitudinais e transversais, sendo que as longitudinais são pouco melhores. A tensão de escoamento foi

relacionada ao espaçamento dendrítico secundário pela seguinte equação do tipo Hall-Petch:  $\sigma_{y=0,2} = 6,1 \lambda_2^{-1/2} + 48,5$ , na qual a unidade de tensão está em MPa e o espaçamento em  $\mu\text{m}$ .



## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para que fosse possível o desenvolvimento de relações experimentais entre parâmetros de processo e propriedades microestruturais e mecânicas para as ligas deste estudo, foi empregada a seguinte metodologia, conforme os itens a seguir:

1. Fabricação de lingotes das ligas Al-11Si-3,0Cu e Al-11Si-4,5Cu (% em peso) solidificados unidirecionalmente sob condições transitórias de fluxo de calor, com a utilização de um sistema que possui uma base de aço carbono 1020 com 3 mm de espessura, refrigerada à água;
2. Determinação dos parâmetros térmicos de solidificação a partir dos dados térmicos obtidos durante a solidificação dos lingotes. Esses parâmetros são as taxas de resfriamento ( $\dot{T}_L$ ,  $\dot{T}_{EB}$  e  $\dot{T}_{ET}$ ) e as velocidades de avanço das isothermas *liquidus* e de transformação dos eutéticos binário e ternário ( $V_L$ ,  $V_{EB}$  e  $V_{ET}$ ), para ambas as ligas;
3. Análise dos compostos intermetálicos, identificando as fases presentes com o auxílio de difração de raios-X (DRX) e a distribuição qualitativa dos elementos químicos presentes nas ligas através da microscopia eletrônica de varredura (MEV);
4. Análise do efeito da adição de Cu nas evoluções macro e microestruturais de solidificação, através da quantificação de parâmetros microestruturais ( $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$  e  $\lambda_E$ ), por meio da microscopia óptica;
5. Quantificação das propriedades mecânicas de ambas as ligas por meio do ensaio de tração de corpos de prova de posições de interesse ao longo do comprimento do lingote. As propriedades estudadas foram o limite de resistência à tração ( $\sigma_u$ ), o limite de escoamento ( $\sigma_e$ ) e o alongamento específico ( $\delta$ ).
6. Análise da influência da adição de 3,0 e 4,5% em peso de Cu na liga binária Al-Si, com o teor de silício fixado em 11% em peso.
7. Estudo do efeito das variáveis térmicas de solidificação ( $V_L$  e  $\dot{T}$ ) e dos teores de Cu, na formação de intermetálicos  $Al_2Cu$  e do Si eutético.

8. Correlações das variáveis térmicas ( $V_L$  e  $\dot{T}$ ) com os parâmetros microestruturais ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ ) e as propriedades mecânicas ( $\sigma_u$ ,  $\sigma_e$  e  $\delta$ ) para ambas as ligas. Estabelecer leis experimentais e confrontá-las com a literatura.

O fluxo do procedimento experimental é apresentado na Figura 13.

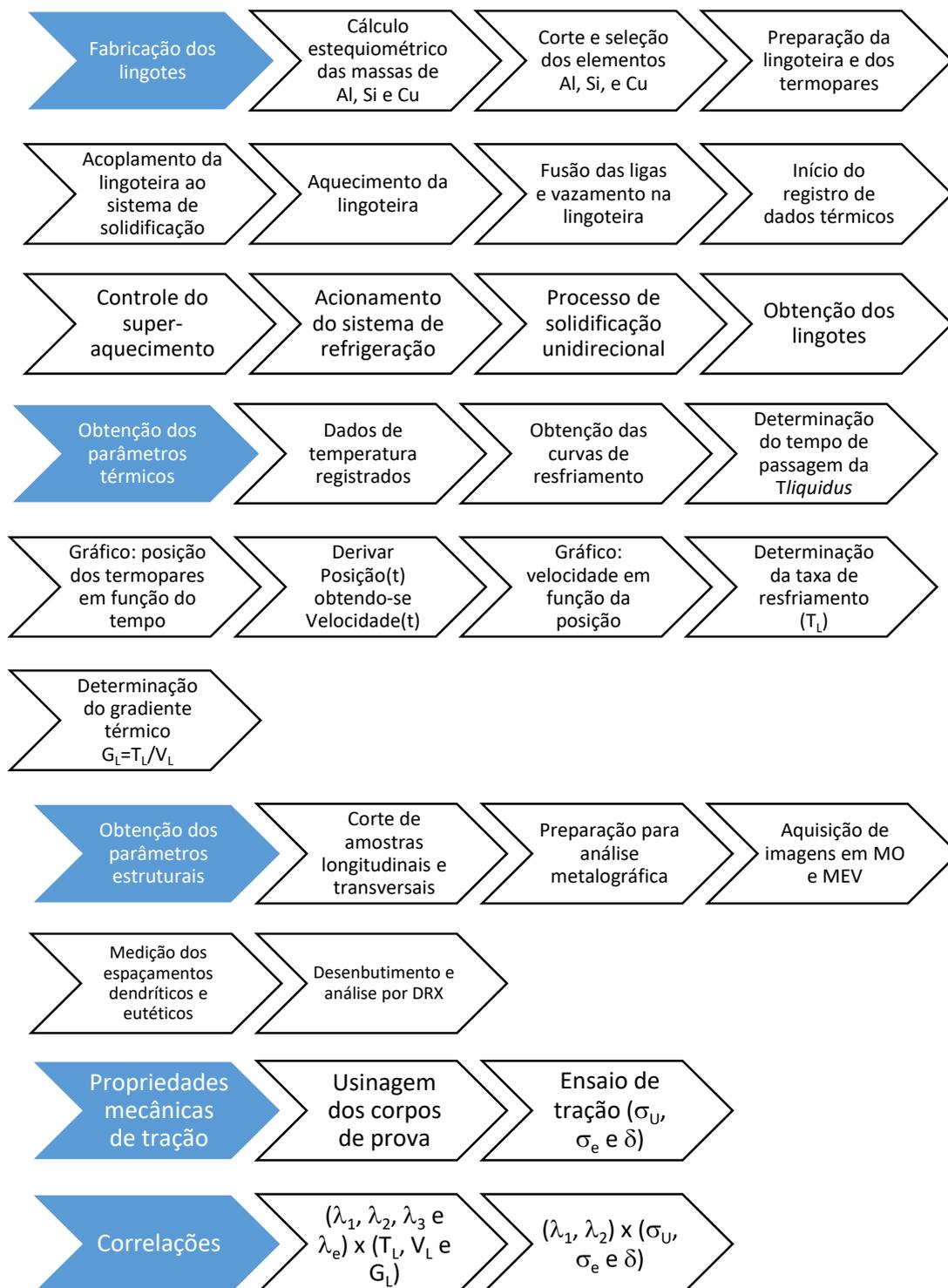


Figura 13 – Fluxograma do procedimento experimental utilizado nesta dissertação de Mestrado.

#### 4.1 Equipamentos e Materiais

Os cortes dos metais puros foram realizados em uma serra de fita horizontal da marca Starret e modelo S3220/H2 com refrigeração e as pesagens estequiométricas das ligas feitas em uma balança eletrônica de precisão, modelo AB-204 METTLER fabricada pela TOLEDO, com carga máxima 210 g e carga mínima 0,10 g.

As ligas Al-Si-Cu foram preparadas fundindo as quantidades predefinidas dos elementos alumínio, silício e cobre em um cadinho de carvão de silício fabricado pela Carbosil modelo AS 6, inserido dentro do forno de indução fabricação Inductotherm VIP modelo power-trak 50-30 R.

Antes do vazamento da liga dentro da lingoteira, posicionada no interior do dispositivo de solidificação direcional, houve o pré-aquecimento da lingoteira até que o termopar mais próximo da base indicasse uma temperatura próxima da temperatura *liquidus* da respectiva liga preparada, e, só então, houve a transferência do metal líquido a partir do forno de indução. Posteriormente, com a utilização do forno de resistência elétrica, atingiu-se a temperatura de superaquecimento predefinida, de 1% acima da  $T_L$ , e, assim que atingida, deu-se início ao processo de solidificação direcional, com o desligamento das resistências elétricas e o acionamento da bomba d'água. Durante a solidificação, as temperaturas foram registradas por meio de um sistema de aquisição de dados marca ALMEMO, modelo 2890-8, com o auxílio de termopares tipo K com bainha em aço inox 304 de 1 m de comprimento e diâmetro de 1,6 mm, posicionados ao longo do comprimento da lingoteira, sendo que as posições medidas foram referenciadas a partir da interface metal/molde.

#### 4.2 Dispositivo de solidificação direcional vertical ascendente

Um lingote solidificado unidirecionalmente em condições de fluxo de calor transiente é obtido utilizando-se um sistema refrigerado à água. O calor é extraído apenas pela chapa de aço posicionada em sua base. Desta forma, é

possível obter um intervalo amplo de taxas de resfriamento, proporcionando diferentes microestruturas ao longo do seu eixo de extração de calor [1, 2, 6, 41]. O dispositivo de solidificação possui um forno de resistência elétrica com potência controlada, o qual gera o *input* de calor necessário para se atingir o superaquecimento desejado. Este forno é envolvido por uma camada de cimento refratário para assegurar que não haja perda radial de calor pelo sistema, conforme mostra o esquema da Figura 14.

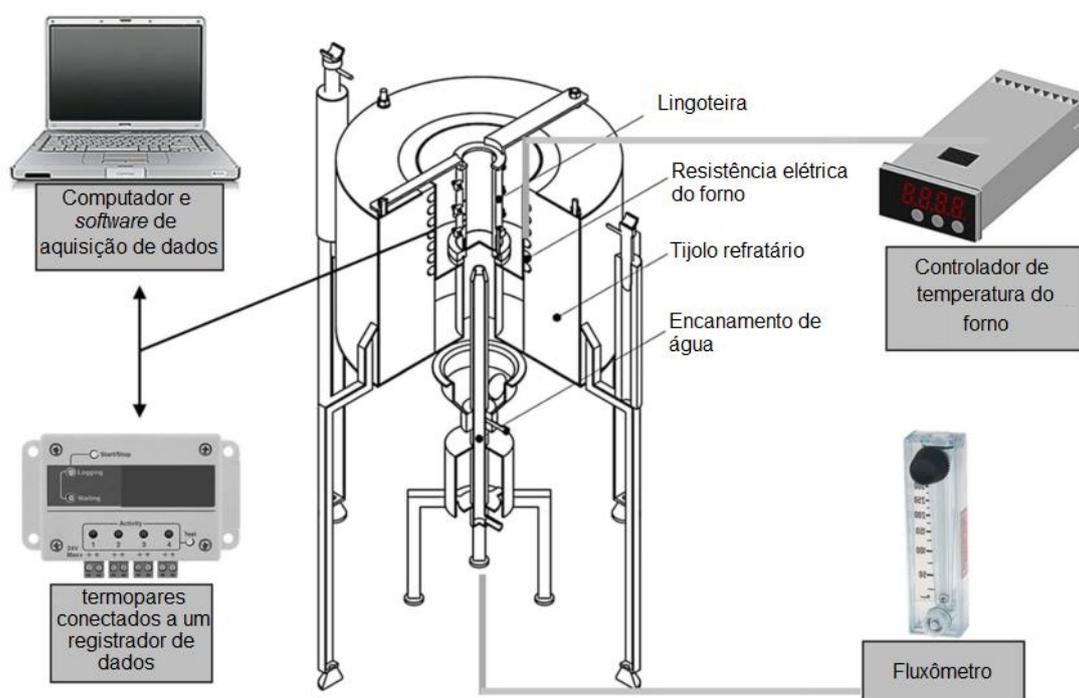


Figura 14 – Esquema ilustrativo do sistema de solidificação direcional para condições transientes de fluxo de calor [42].

O molde de aço (lingoteira) utilizado é feito de aço inoxidável AISI 310, possui 157 mm de altura, 60 mm de diâmetro interno e 5 mm de espessura. Um recobrimento no topo da lingoteira feito de material isolante foi utilizado para reduzir perdas de calor na interface metal/ar, e a superfície interna da lingoteira foi recoberta com uma camada isolante de alumina, de aproximadamente 1,5 mm, para minimizar ainda mais as perdas de calor radiais, além de vedar e facilitar a desmoldagem do lingote a partir do molde de aço inoxidável [1, 6, 42].

Este molde é bipartido, como mostrado na Figura 15. A parte inferior do molde foi fechada com uma fina chapa de aço carbono 1020 de 3mm de espessura com acabamento da superfície de contato com o metal fundido lixada com lixa de granulação 1020 *mesh* na superfície superior, que entrará em contato com o metal fundido, removendo rugosidades que possam interferir no processo de solidificação direcional (Figura 16) [1, 6]. A lingoteira possui, verticalmente, 8 furos de 1,5 mm de diâmetro em sua lateral para o posicionamento dos termopares [42].

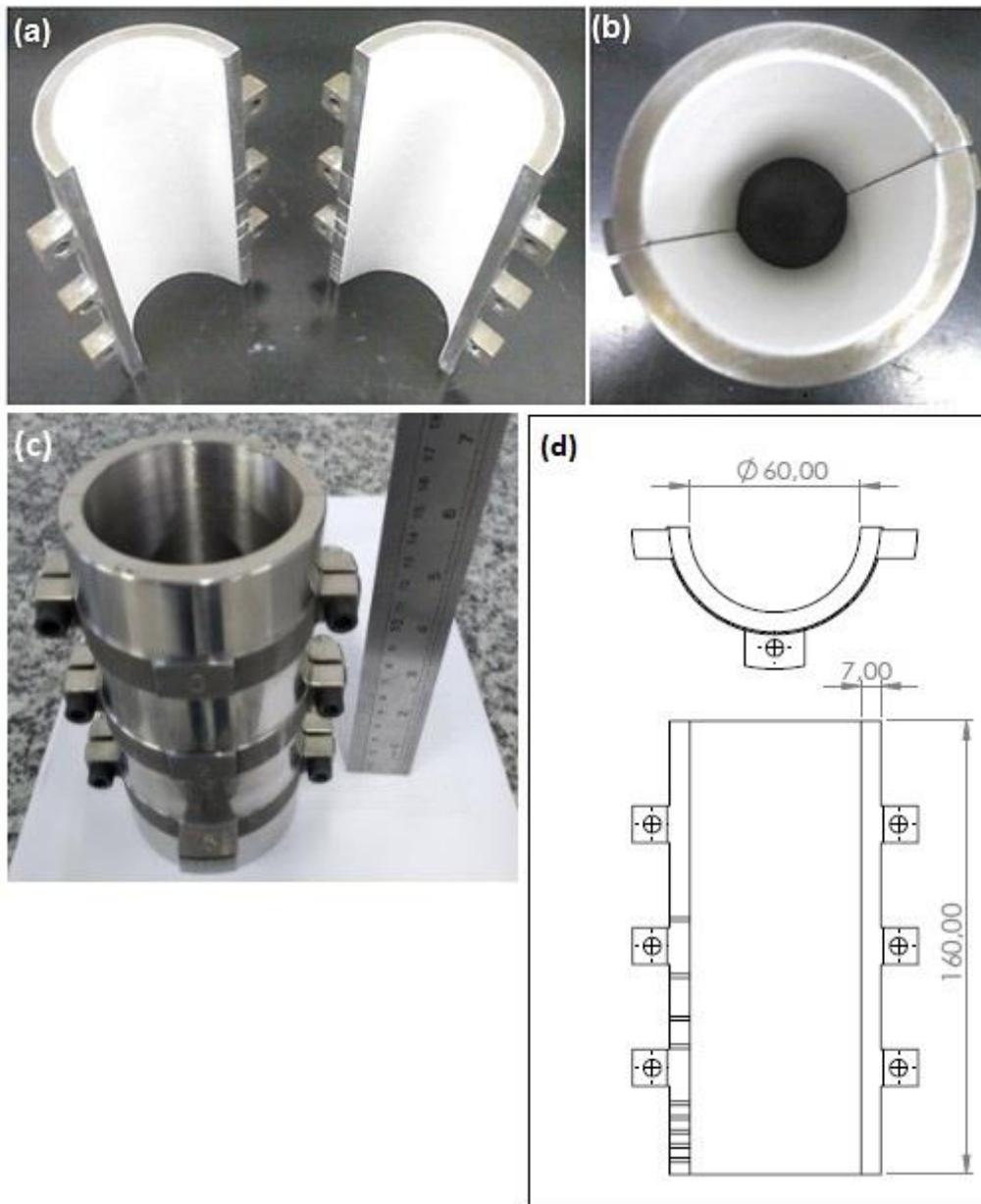


Figura 15 - (a) Fotografia da lingoteira aberta em processo de montagem, (b) fotografia superior das partes encaixadas, com detalhe para a espessura da camada isolante de alumina recobrimo a parede interna, (c) foto com escala e (d) desenho técnico da lingoteira (dimensões em milímetros).

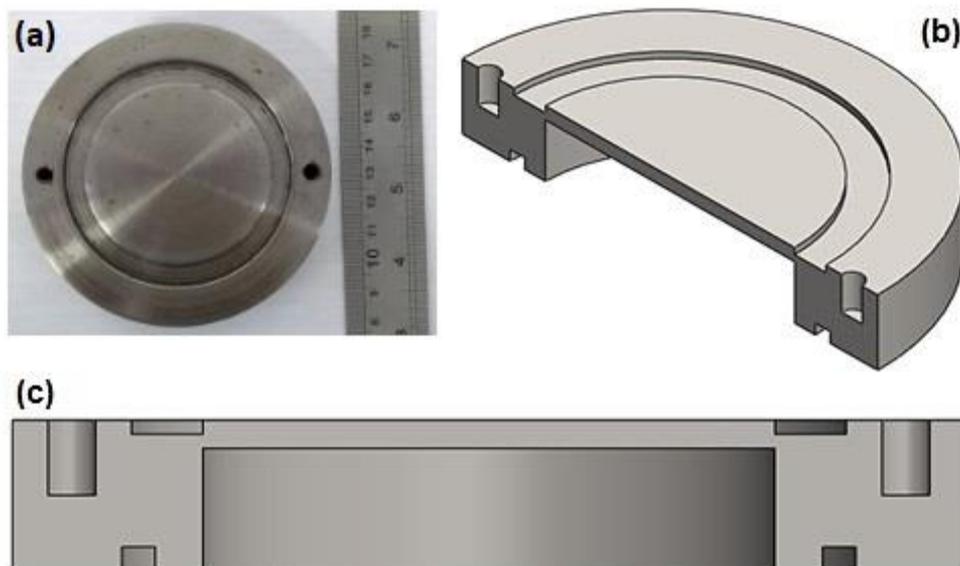


Figura 16 - (a) Fotografia da parte inferior usada para fechamento do molde (chapa-molde) com escala; (b) corte da vista isométrica e (c) corte da vista frontal dos desenhos técnicos desta peça gerados em CAD.

Os experimentos foram realizados para as ligas Al-11%Si-3,0%-Cu e 4,5%Cu. Ambas as ligas foram degaseificadas com injeção de argônio por 2 minutos e escorificadas antes de serem vertidas nas lingoteiras. Medições contínuas da temperatura foram monitoradas durante a solidificação através de termopares tipo K posicionados a partir da interface de extração de calor, na base do molde, nas posições 3mm, 8mm, 13mm, 18mm, 37mm, 51mm, 66mm e 96mm. Todos os termopares foram conectados, através de cabos coaxiais, a um sistema de aquisição de dados ligado a um computador, registrando automaticamente os dados de temperatura [1, 6].

### 4.3 Determinações das Variáveis Térmicas de Solidificação

#### 4.3.1 Determinação da Temperatura *Liquidus* ( $T_L$ )

Para que sejam determinadas as variáveis térmicas o primeiro passo é determinar a temperatura *liquidus* da liga, confrontando com a simulação

realizada no *software* Thermo-Calc®. Um pequeno volume de cada liga ternária foi fundido e resfriado lentamente em um cadinho de carbetto de silício, enquanto sua temperatura era monitorada pelo sistema de aquisição de dados com o uso de um termopar tipo K. O cadinho ainda foi recoberto por uma manta térmica, para que fosse proporcionada uma extração de calor mais lenta, facilitando a observação das transformações de fases durante o resfriamento. Posteriormente esses dados foram plotados graficamente, obtendo uma curva experimental no seguinte formato, conforme mostra a Figura 17.

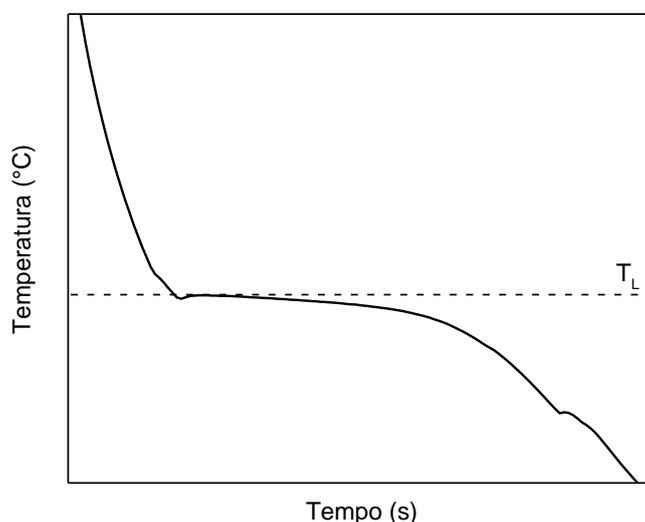


Figura 17 – Curva de resfriamento esquemática utilizada para identificação da temperatura *liquidus* de uma liga metálica.

O primeiro patamar formado pela curva durante o resfriamento indica a transformação da fase líquida em uma fase sólida Al- $\alpha$  menos rica em soluto, convivendo com fase líquida mais rica em soluto. Desta forma foi possível identificar a temperatura *liquidus* da liga, essencial para a posterior determinação dos parâmetros térmicos  $V_L$  e  $\dot{T}$ , velocidade da frente de solidificação e a taxa de resfriamento, respectivamente.

### 4.3.2 Tempo de Passagem da Isotherma *Liquidus* ( $t_L$ )

A partir dos perfis térmicos temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ) x tempo (s) obtidas pelo sistema de aquisição de dados durante a solidificação pode-se traçar uma reta as interceptando, paralela à abscissa do tempo, demarcando a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ). Os tempos referentes a cada intersecção são aqueles correspondentes à passagem da isoterma *liquidus* ( $t_L$ ) por cada uma das posições dos termopares ao longo do comprimento do lingote. Essa aquisição é exemplificada na Figura 18.

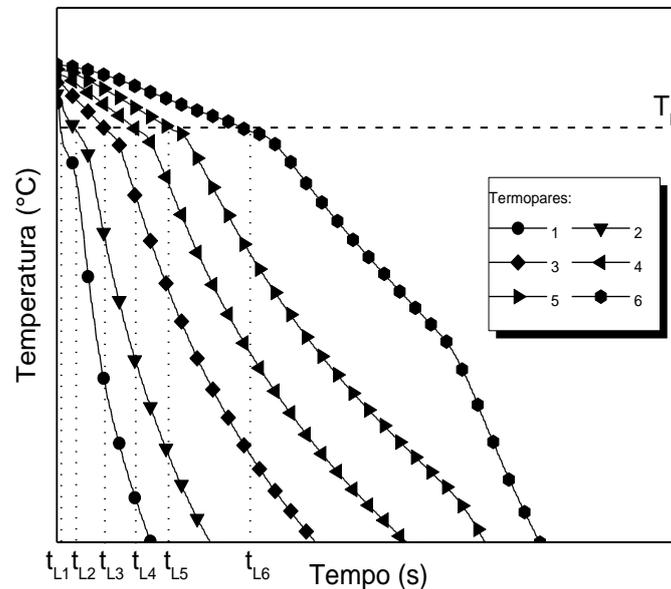


Figura 18 – Identificação do tempo de passagem da isoterma *liquidus* ( $t_L$ ). Conforme os termopares se distanciam da interface metal/molde (de 1 a 6), maior é o tempo de passagem da temperatura *liquidus* ( $t_{L1} < t_{L2} < t_{L3} < t_{L4} < t_{L5} < t_{L6}$ ).

Desta forma, pôde-se obter o gráfico posição (P:mm) x tempo (t:s), como mostra a Figura 19. O ajuste dos pontos para uma função de potência resulta em uma equação do tipo:

$$P = at^b$$

(Eq. 4.1)

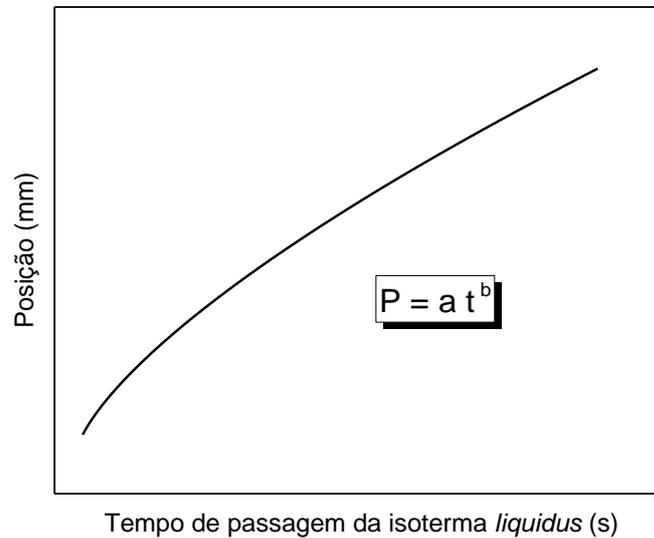


Figura 19 – Gráfico esquemático do tipo de ajuste utilizado para representar posição dos termopares (P) em função do tempo (t) ao longo de um lingote solidificado direcionalmente.

#### 4.3.3 Velocidade de Deslocamento da Isoterma *Liquidus* ( $V_L$ )

Derivando a função obtida pelo ajuste do gráfico de posição (mm) x tempo de passagem da isoterma *liquidus* (s), é determinada a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), em função do tempo:

$$V_L = dP/dt = d(at^b)/dt = abt^{b-1} \quad (\text{Eq. 4.2})$$

Onde:

$P$  é a posição a partir da interface metal/molde;

$t_L$  é o tempo de passagem da isoterma *liquidus* por cada posição monitorada.

Substituindo, no gráfico, cada tempo pela respectiva posição na qual a  $T_L$  se encontra naquele instante, obtém-se a relação velocidade (mm/s) x posição (mm), respeitando uma função de potência, do tipo, conforme mostra a Figura 20:

$$V_L = cP^{-d} \quad (\text{Eq. 4.3})$$

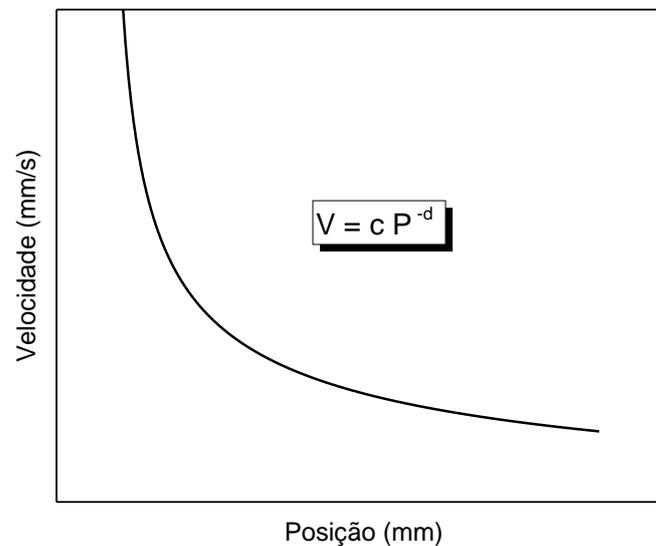


Figura 20 – Esquema representativo da forma de determinação da velocidade de avanço da isoterma *liquidus* ( $V$ ) em função da posição ( $P$ ) ao longo do comprimento de um lingote solidificado direcionalmente.

#### 4.3.4 Taxas de Resfriamento ( $\dot{T}_L$ )

As taxas de resfriamento ( $\dot{T}_L$ ) foram obtidas experimentalmente pelo resultado da derivada da curva de resfriamento considerando como referência a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ).

$$\dot{T}_L = dT/dt \quad (\text{Eq. 4.4})$$

Portanto, para cada termopar há um valor de taxa de resfriamento referente àquela posição ao longo do comprimento do lingote. O ajuste dos valores de taxa de resfriamento ao longo do comprimento de um lingote para uma função de potência será da forma, conforme mostra a Figura 21:

$$\dot{T} = eP^{-f} \quad (\text{Eq. 4.5})$$

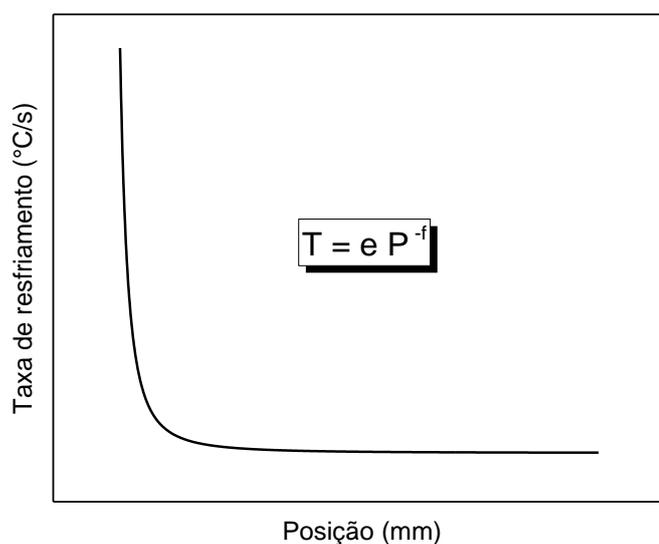


Figura 21 – Esquema representativo da forma de determinação da taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) em função da posição ( $P$ ) ao longo do comprimento de um lingote solidificado direcionalmente.

#### 4.3.5 Gradiente de Temperatura ( $G_L$ )

Pela divisão dos valores encontrados de taxa de resfriamento pelos de velocidade de passagem da isoterma *liquidus*, em uma mesma posição monitorada do lingote, obtém-se os gradientes térmicos ( $G_L$ ), °C/mm, em função da posição, conforme Figura 22:

$$G_L = \dot{T}_L / V_L \quad (\text{Eq. 4.6})$$

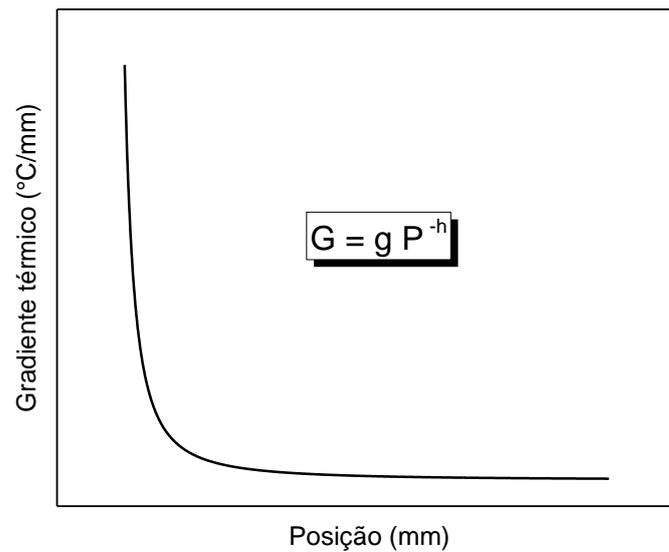


Figura 22 – Gráfico representativo do comportamento do gradiente térmico (G) em função da posição (P) ao longo do comprimento de um lingote solidificado direcionalmente.

#### 4.3.6 Variáveis Térmicas Relacionadas às Frentes Eutéticas

Os mesmos métodos utilizados na obtenção das variáveis térmicas em relação à temperatura *liquidus* foram aplicados em relação às temperaturas de transformação dos eutéticos binário Al+Si e ternário Al+Si+Al<sub>2</sub>Cu, resultando nos seguintes parâmetros:

- $V_{EB}$  = velocidade de avanço da isoterma de transformação do eutético binário;
- $T'_{EB}$  = taxa de resfriamento no instante que se atinge a temperatura de transformação do eutético binário;
- $G_{EB}$  = gradiente térmico na frente de solidificação do eutético binário;
- $V_{ET}$  = velocidade de avanço da isoterma de transformação do eutético ternário;
- $T'_{ET}$  = taxa de resfriamento no instante que se atinge a temperatura de transformação do eutético ternário;
- $G_{ET}$  = gradiente térmico na frente de solidificação do eutético ternário;

#### 4.4 Simulação Termodinâmica

A fim de realizar cálculos preditivos que pudessem ajudar no entendimento do processo de solidificação das ligas metálicas multicomponentes estudadas nesta dissertação, foi utilizado o *software* ThermoCalc com a utilização do *database* TCAL5.

Foi obtida a curva isopleta para Al-11%Si-x%Cu, fixando a porcentagem em peso de Si em 11% e com a porcentagem de Cu variando na abscissa do diagrama de fases. Também foram obtidos os caminhos de solidificação fora de equilíbrio previstos por Scheil para ambas as ligas Al-11%Si3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, simulando os processos de solidificação.

As temperaturas associadas às temperaturas *liquidus* e das reações eutéticas binária e ternária também foram confirmadas com apoio do *software* termodinâmico.

#### 4.5 Caracterizações das Microestruturas de Solidificação

##### 4.5.1 Análise Macrográfica

Dependendo de parâmetros, como: temperatura de vazamento, tipo de molde, taxa de resfriamento, composição da liga, fração do constituinte eutético, presença de refinadores, etc.; um tipo de microestrutura pode prevalecer sobre o outro, ou mesmo existirem mutuamente [42].

Os lingotes de geometria cilíndrica das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e 4,5%Cu foram seccionados ao longo dos seus eixos longitudinais e tiveram as suas superfícies lixadas com lixas de granulação 100, 220, 320 e 400 *mesh*. O ataque químico foi realizado com o reagente Keller, que é composto de uma solução de 2,5 mL HNO<sub>3</sub>, 1,5 mL HCl, 1 mL HF e 95 mL H<sub>2</sub>O, por aproximadamente 5s, para revelar a microestrutura.

#### 4.5.2 Análise Micrográfica

Como visto na seção 3.1, para ligas metálicas, a relação  $G_L/V_L$  determina se há ou não instabilidade na frente de solidificação, influenciando a microestrutura que se formará. Conforme se reduz o gradiente e se eleva a velocidade, a distribuição de soluto tenderá a não ser uniforme na interface de solidificação, reduzindo a temperatura *liquidus* do líquido, conforme mais saturado estiver, criando o efeito do SRC; efeito esse que permite o desenvolvimento de protuberâncias a partir da interface, agora instabilizada. Esse tipo de efeito ocorre em ligas Al-Si-Cu gerando microestruturas típicas de solidificação.

Para realizar as análises metalográficas, as amostras de interesse foram marcadas ao longo do lingote e identificadas com números representando a posição (P), em milímetros, a partir da interface metal/molde. Em seguida essas amostras foram serradas, embutidas a frio, lixadas com lixas de granulação de 100 a 1200 *mesh* e polidas manualmente em uma politriz rotativa com a utilização de suspensão de alumina com granulometria de 3  $\mu\text{m}$ .

Em relação à interface metal/molde, as posições monitoradas para as ligas Al-11%Si-3,0%Cu e 4,5%Cu foram 3mm, 8mm, 13mm, 18mm, 23mm, 33mm, 48mm, 68mm e 88mm. Para revelação da microestrutura foi realizado um ataque por imersão com uma solução de 25 mL HNO<sub>3</sub> e 75 mL H<sub>2</sub>O destilada, à uma temperatura de 70°C por 40 segundos.

O registro das microestruturas foi realizado com auxílio do microscópio óptico Olympus BX41M-LED, com câmera Infinity 1 e do sistema de processamento de imagens Infinity V6.3.0 acoplado ao microscópio e para a medição dos espaçamentos dendríticos primário ( $\lambda_1$ ), secundário ( $\lambda_2$ ) e terciário ( $\lambda_3$ ) foi utilizado o software ImageJ, versão 1.46r.

O método utilizado para mensurar os espaçamentos primários em ambas as ligas foi o “método do triângulo”, aplicado nas imagens das amostras transversais. Quando se identificam três centros de dendritas vizinhas formando

um triângulo próximo da geometria equilátera, cada lado deste triângulo é validado como uma distância  $\lambda_1$ . Este método está representado na Figura 23.

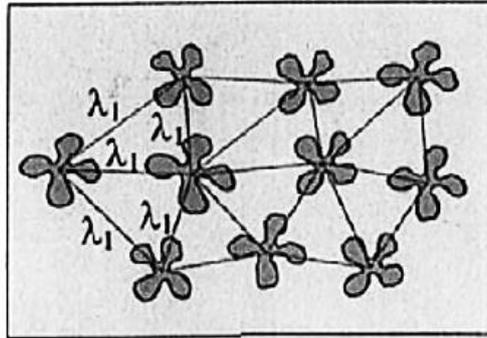


Figura 23 – “Método do triângulo”, utilizado para medição de  $\lambda_1$  [42].

Para a medição dos espaçamentos secundários, terciários e eutéticos foi utilizado o “método do intercepto” (Figura 24), o qual analisa as amostras longitudinais e transversais, respectivamente, calculando a média da distância entre os ramos secundários adjacentes de uma dendrita primária, ou entre os ramos dendríticos adjacentes de um braço secundário, ou ainda, a média das distâncias entre fases eutéticas, como por exemplo, Si ou  $Al_2Cu$ , segundo a fórmula [42]:

$$\lambda_2 = N/(n - 1) \quad (\text{Eq. 4.7})$$

Onde:

N é o comprimento medido em uma dendrita primária;

n é o número de ramos secundários adjacentes no comprimento medido tendo como base uma dendrita primária.

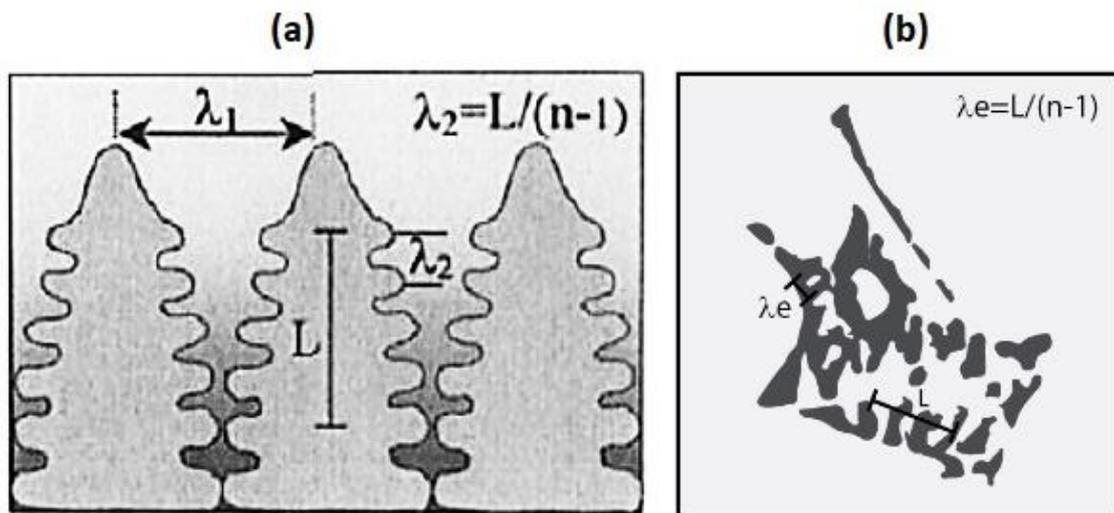


Figura 24 – “Método do intercepto”, utilizado para medição de  $\lambda_2, \lambda_3$  (a) [42] e  $\lambda_{Al_2Cu}$  (b).

## 4.6 Caracterização das fases

### 4.6.1 Difração de Raios-X (DRX)

Para identificar as fases presentes nos lingotes das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, foram obtidos espectros de difração de raios-x (DRX) ao longo do comprimento dos lingotes, relacionando, assim, as fases presentes e as intensidades dos picos com a evolução da taxa de resfriamento, além de avaliar possíveis variações devido às diferentes concentrações de cobre das duas ligas examinadas.

O difratômetro de Raios-X que foi utilizado para esta caracterização se trata de um equipamento da marca Siemens, modelo D5000 com radiação Cu-K $\alpha$  e com comprimento de onda ( $\lambda$ ) de 0,15406 nm e intervalo de varredura de 20-90°, localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) - UFSCar/DEMa.

#### 4.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O MEV foi utilizado para obtenção de imagens mais detalhadas das microestruturas brutas de solidificação das ligas Al-Si-Cu, utilizando a técnica de espectroscopia de dispersão de energia (EDS), acoplada ao microscópio, para realizar análises químicas locais e mapeamentos químicos com o intuito de avaliar as fases presentes ao longo do lingote.

Os microscópios eletrônicos de varredura que foram utilizados são: Philips modelo XL-30 FEG e FEI modelo INSPECT S50, ambos localizados no LCE - UFSCar/DEMa.

Devido ao fato da liga possuir fases com densidades próximas (ou seja, Al- $\alpha$  e Si), o que gera um baixo contraste nesta técnica de microscopia, foi realizado um ataque profundo por imersão em uma solução de 1% de HF por 5 minutos, para corroer, desta forma, a matriz Al- $\alpha$  e evidenciar o silício, facilitando assim sua visualização no MEV.

#### 4.7 Ensaio De Tração

Corpos de prova para ensaios de tração foram usinados a partir dos lingotes das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, sendo removidos transversalmente em relação aos lingotes, o que proporciona uma maior uniformidade dos espaçamentos dendríticos, permitindo que sejam feitas correlações entre as propriedades mecânicas e os espaçamentos microestruturais.

Os ensaios de tração foram executados em uma máquina universal de ensaios mecânicos Instron modelo 5500R, com uma velocidade de deslocamento de 1mm/min, e respeitaram a norma ASTM E8 / E8M-11 [43]. As posições centrais dos corpos de prova foram: 6mm, 20 mm, 34 mm, 48 mm, 62 mm, 76 mm e 90mm, sempre considerando um intervalo de 2mm entre cada corpo de prova retirado. Isto se refere a perdas durante o corte, conforme está

ilustrado na Figura 25a. As dimensões dos corpos de prova podem ser vistas na Figura 25b.

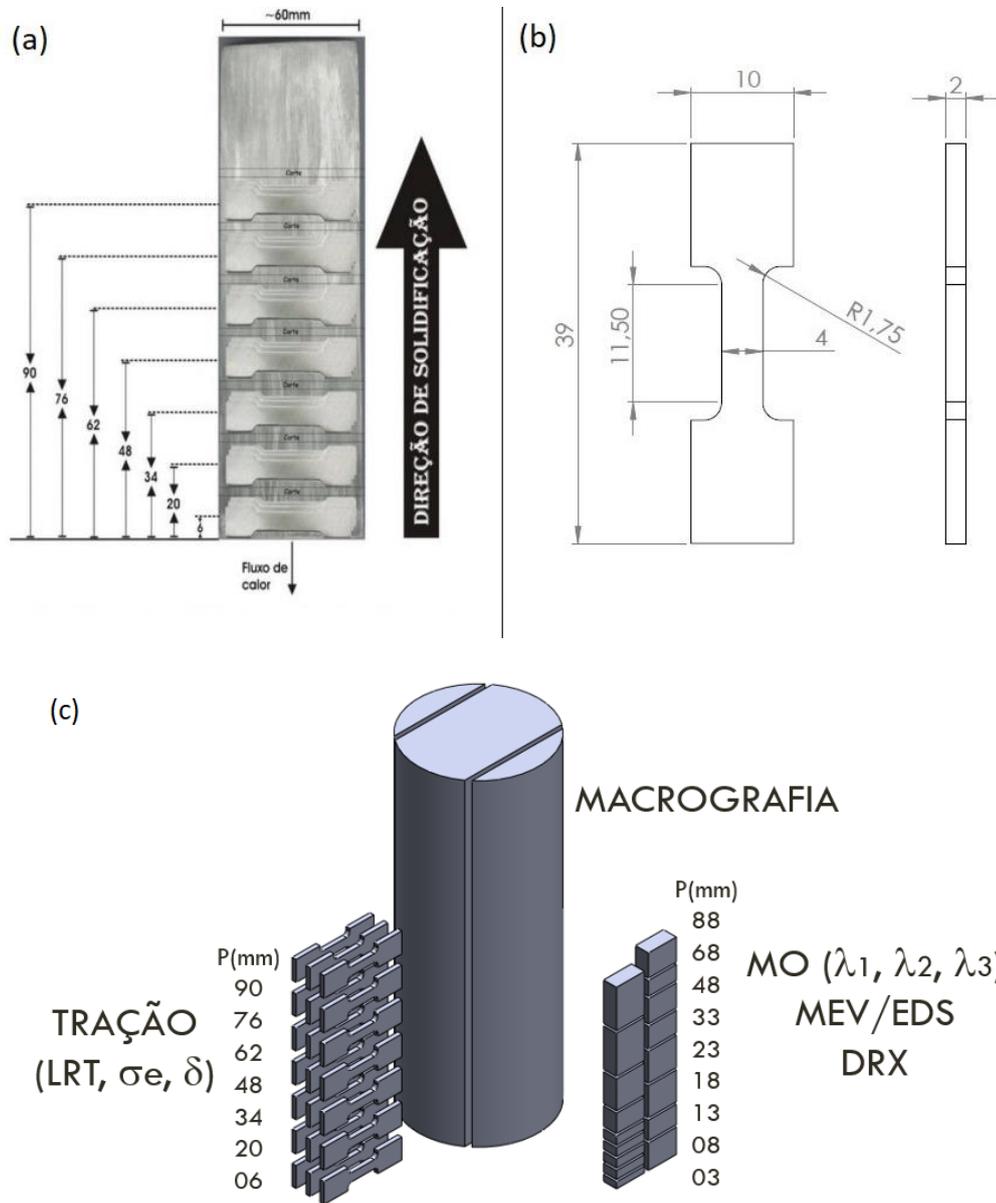


Figura 25 – Posições de retirada dos corpos de prova para ensaio de tração [42]. Desenho técnico do corpo de prova utilizado no ensaio de tração: dimensões em mm (b). Esquema da obtenção das amostras para análises microestrutural e mecânica a partir do lingote produzido por solidificação direcional (c).

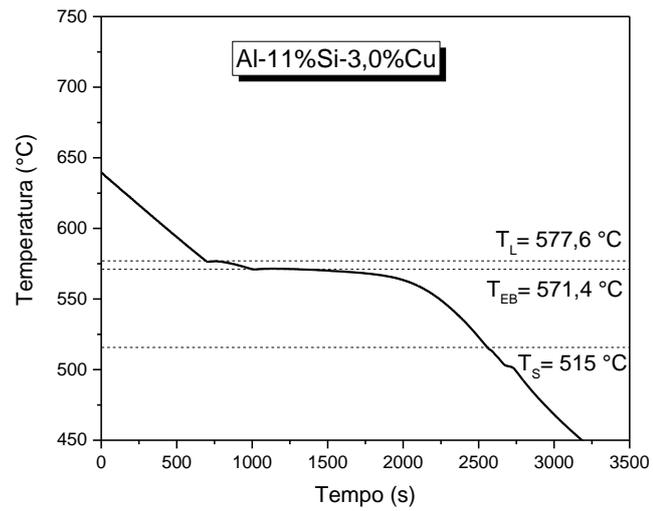
## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados os resultados produzidos no presente estudo, respeitando a seguinte ordem: cálculo dos parâmetros térmicos de solidificação; caracterização da evolução microestrutural ao longo dos lingotes solidificados direcionalmente Al-11%Si-3%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu; e resultados dos ensaios de dureza e ensaios de tração.

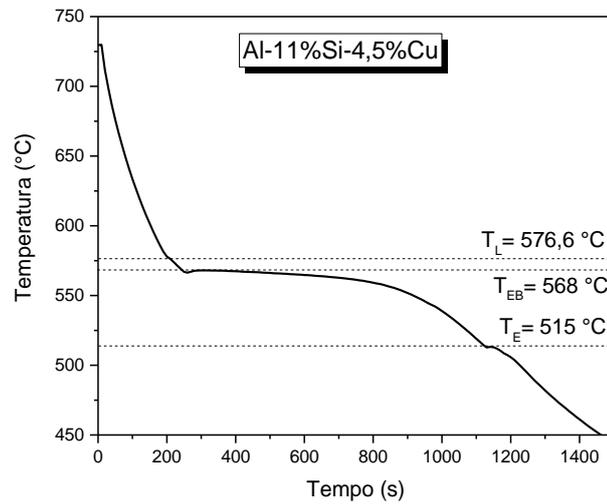
### 5.1 Determinação das Variáveis Térmicas de Solidificação e Efeitos decorrentes

Foi realizada a aquisição de dados térmicos durante a solidificação direcional do lingote para ambas as ligas, Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, a fim de determinar seus parâmetros térmicos de solidificação. As temperaturas *liquidus* utilizadas nos cálculos foram obtidas a partir das curvas da Figura 26 e estão indicadas nos perfis térmicos da Figura 27, sendo  $T_L=577,6^\circ\text{C}$  e  $T_L=576,6^\circ\text{C}$ , para as ligas contendo 3,0%Cu e 4,5%Cu, respectivamente.

Como resultado da aquisição de dados, são obtidos gráficos de temperatura (T), em  $^\circ\text{C}$ , em função do tempo (t), em segundos (Figura 27). Como descrito na seção 4.3 desta dissertação de Mestrado, com estes dados foi possível obter as curvas experimentais referentes à posição dos termopares (P) em função do tempo de passagem da isoterma *liquidus* ( $t_L$ ) (Figura 28). A derivada destas funções P(t) permitiu a determinação das velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ) (Figura 29). A taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) foi calculada por meio da análise da inclinação dos pontos experimentais logo antes e após a passagem da isoterma *liquidus* ( $T_L$ ) por cada termopar de cada liga examinada (Figura 30). Todas as equações experimentais obtidas para representação das variações de dados foram ajustadas por funções de potência.

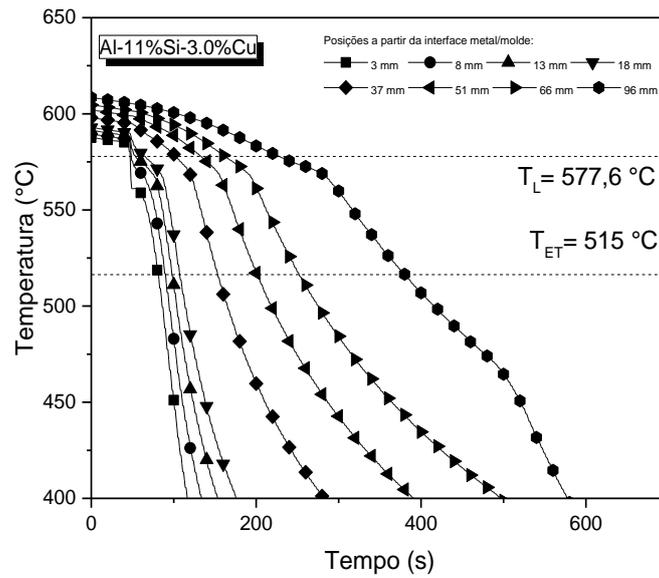


(a)

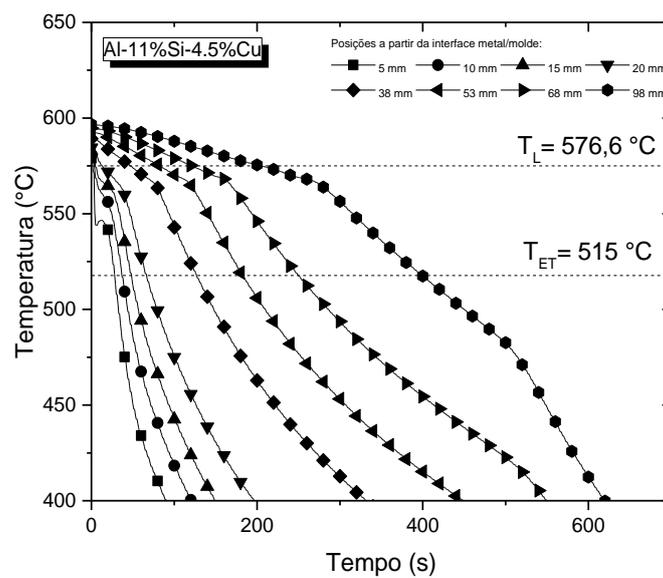


(b)

Figura 26 – Curvas de resfriamento das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu para determinação das respectivas temperaturas de transformação.

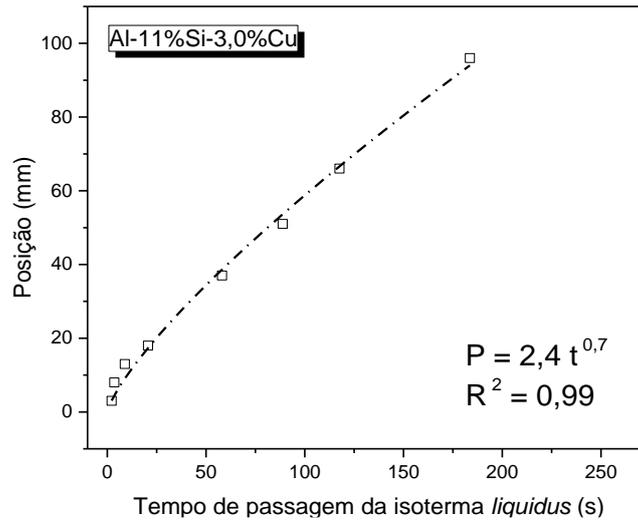


(a)

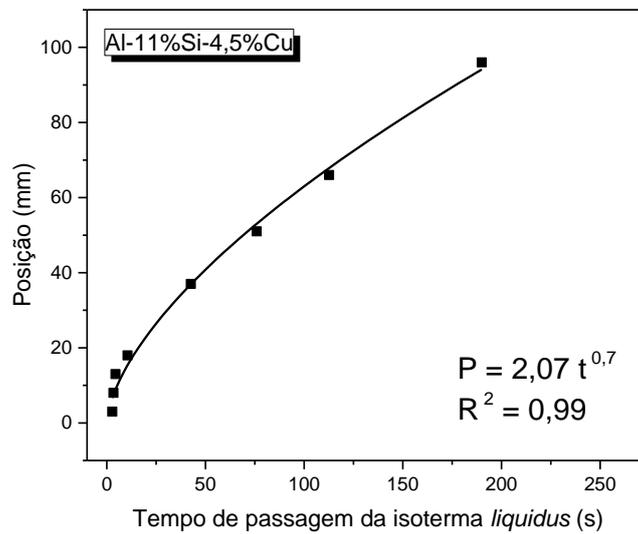


(b)

Figura 27 – Perfis térmicos experimentais das ligas Al-11%Si-3,0%Cu (a) e Al-11%Si-4,5%Cu (b) registrados pelo sistema de aquisição de dados em diversas posições ao longo dos lingotes solidificados direcionalmente.



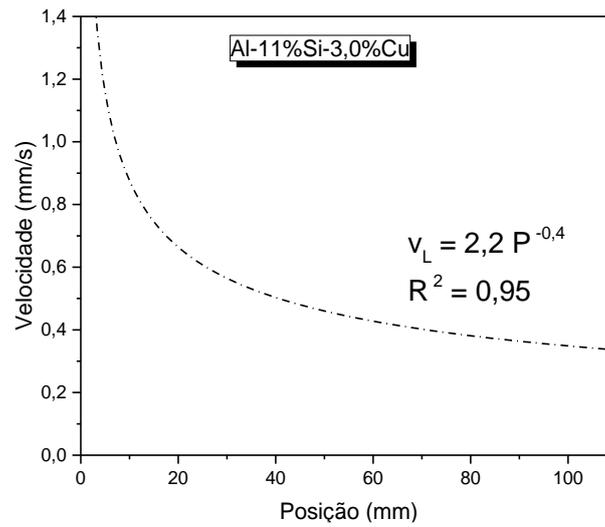
(a)



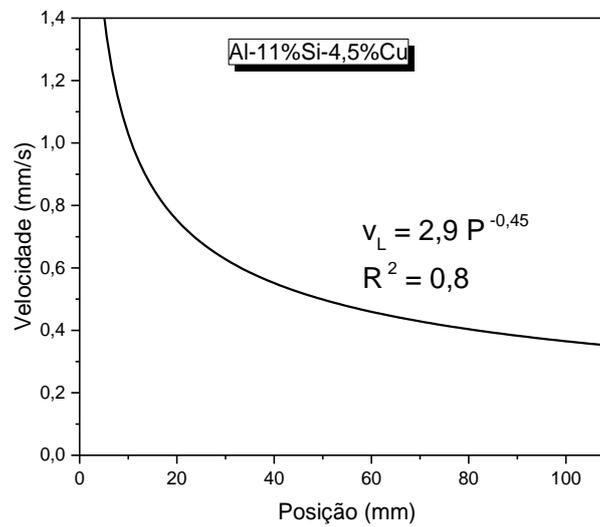
(b)

Figura 28 – Tempos de passagem da isoterma *liquidus* ao longo do comprimento dos lingotes das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu solidificadas direcionalmente.  $R^2$  é o coeficiente de determinação.

Os perfis resultantes da velocidade de avanço da isoterma *liquidus* e da taxa de resfriamento ao longo do comprimento dos lingotes possuem decaimentos, demonstrando uma redução significativa conforme a solidificação avança, como pode ser visto nas Figuras 29 e 30.

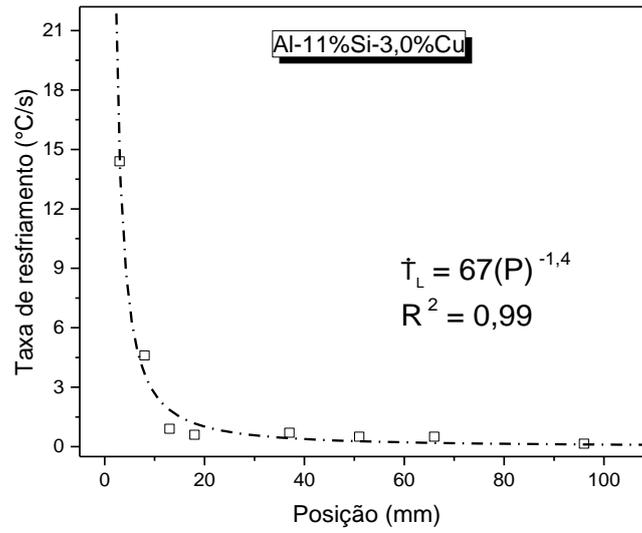


(a)

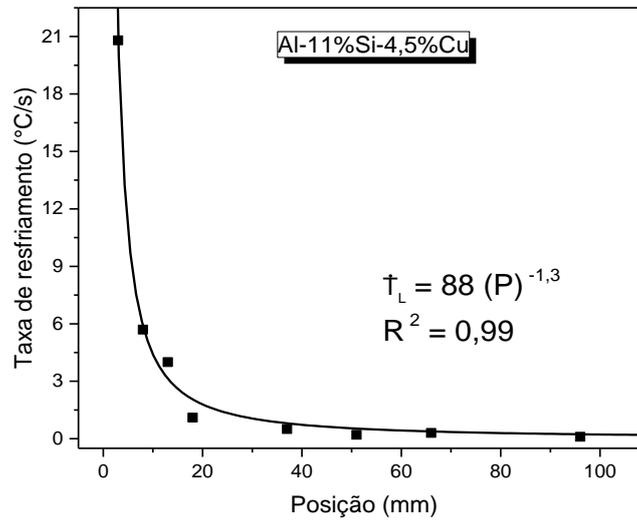


(b)

Figura 29 – Velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* em função da posição a partir da base refrigerada das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu.



(a)



(b)

Figura 30 –Taxa de resfriamento em função da posição a partir da base refrigerada das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu.

## 5.2 Evolução Microestrutural, Leis de crescimento e identificação das fases presentes

A análise macrográfica das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, Figura 31, mostra a macroestrutura resultante da solidificação direcional sob regime transitório de fluxo de calor dos seus respectivos lingotes. Pode ser notada a predominância de grãos colunares finos, alinhados com a direção de extração de calor. Com limitação estabelecida pela zona colunar, foram retiradas as amostras transversais e longitudinais para análise micrográfica de ambas as ligas de Al.

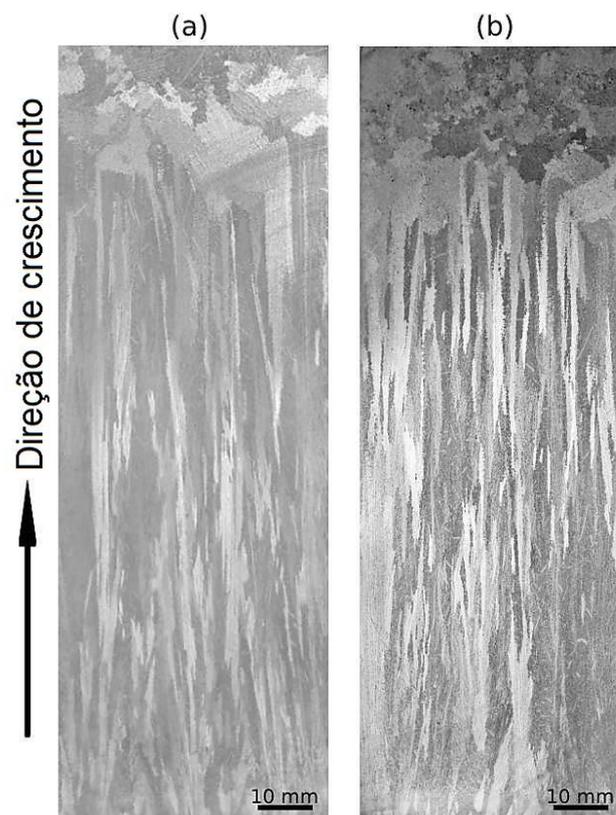


Figura 31 – Macrografias dos lingotes das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu solidificadas direcionalmente.

As micrografias realizadas permitem identificar a formação de microestrutura dendrítica da matriz  $\alpha$ -Al ao longo dos lingotes solidificados

direcionalmente, com a presença das fases eutéticas binária Al-Si e ternária Al-Si-Cu nas regiões interdendríticas. O eutético Al-Si é irregular e pode ser identificado pela presença de silício acicular, sem orientação definida, em meio à matriz  $\alpha$ -Al [10, 12], enquanto que o eutético Al-Si-Cu inclui as fases do binário mais com a presença adicional da fase intermetálica  $\theta$ ,  $Al_2Cu$ . Ambos os eutéticos estão indicados na Figura 32.

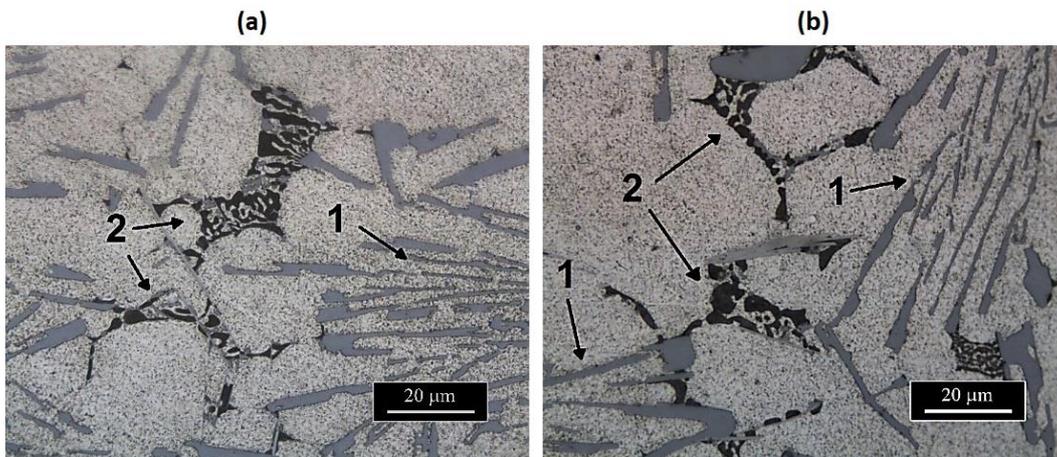


Figura 32 – Microscopias ópticas das amostras transversais localizadas a 88 mm da base dos lingotes das ligas (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu, com ampliação de 1000x. As setas 1 e 2 indicam, respectivamente, as regiões onde se localizam os eutéticos binário e ternário, sendo que o Si é a fase mais acinzentada e o intermetálico  $Al_2Cu$  é a fase mais escura, ambos envolvidos pela matriz  $\alpha$ -Al.

Conforme a velocidade de avanço da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ) diminui ao longo do comprimento do lingote e a partir da base refrigerada, as partículas intermetálicas, evidenciadas nas regiões mais escuras, deixam de apresentar uma distribuição mais homogênea de partículas finas para se aglomerarem mais grosseiramente e de modo mais heterogêneo nos interstícios dendríticos. Da mesma forma, a redução de  $V_L$  também resulta em braços secundários ( $\lambda_2$ ) mais grosseiros, como é evidenciado nas Figuras 33 e 34, que relacionam parâmetros térmicos e microestruturais de três (3) diferentes posições ao longo do

comprimento dos lingotes Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, respectivamente.

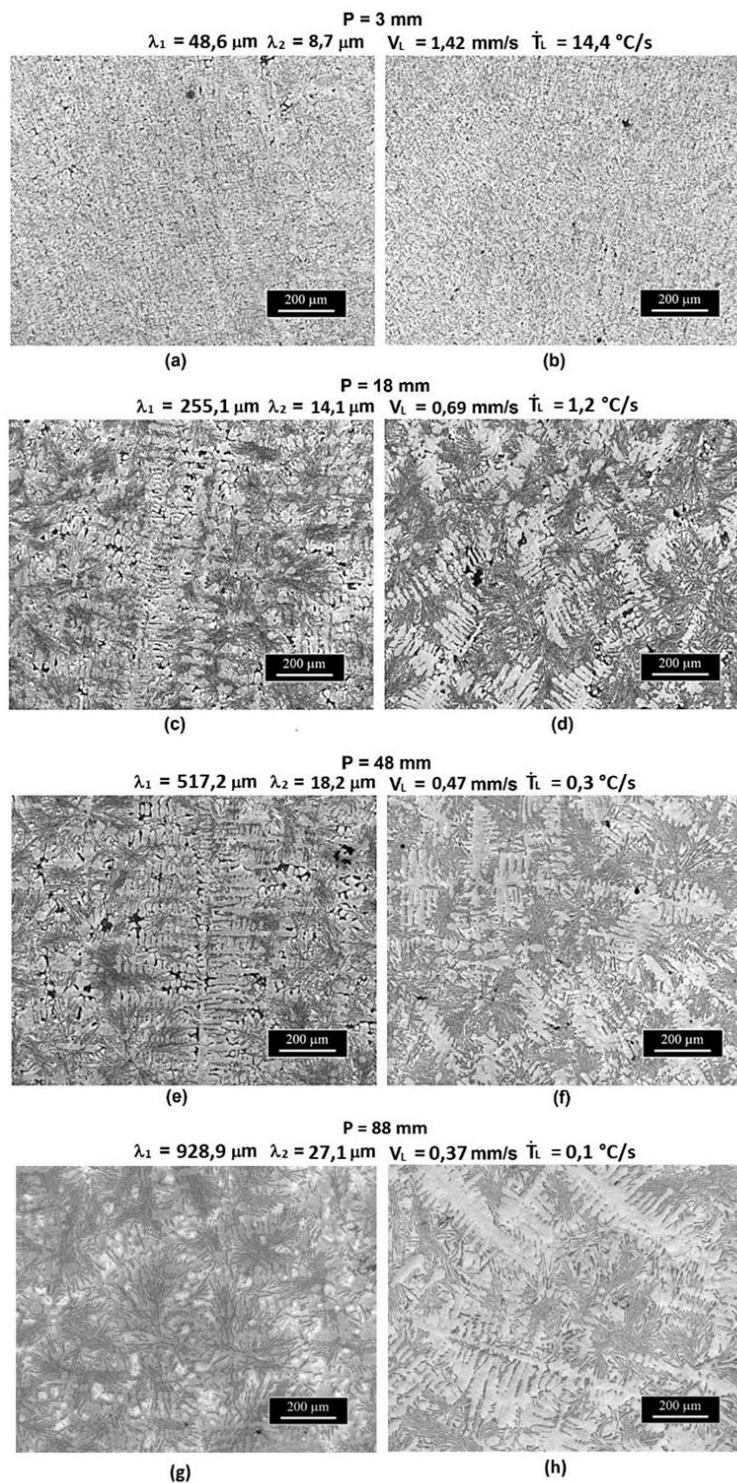


Figura 33 – Microestruturas ópticas longitudinais (esquerda) e transversais (direita) da liga Al-11%Si-3,0%Cu solidificada direcionalmente: (a,b) P=3mm, (c,d) P=18mm, (e,f) P=48mm e (g,h) P=88mm a partir da base refrigerada.

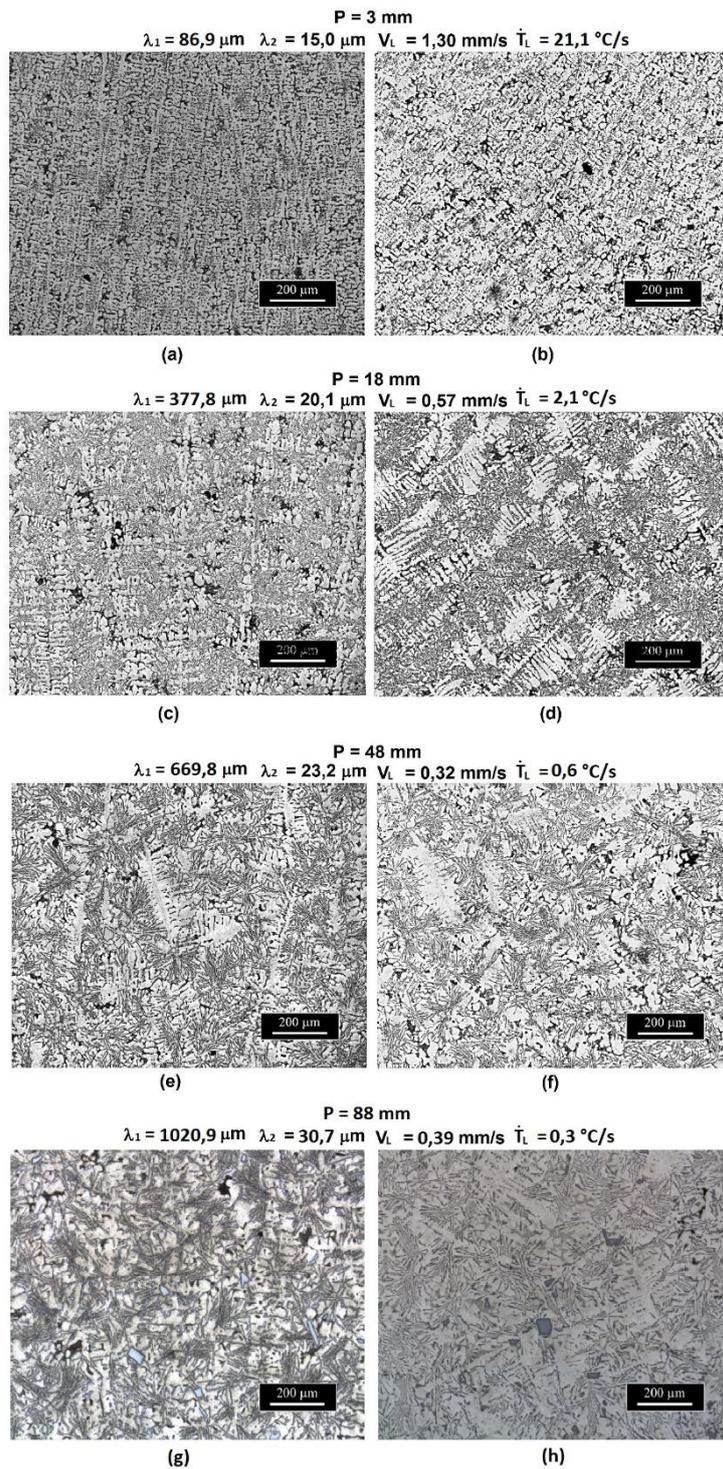


Figura 34 – Microestruturas ópticas longitudinais (esquerda) e transversais (direita) da liga Al-11%Si-4,5%Cu solidificada direcionalmente: (a,b) P=3mm, (c,d) P=18mm, (e,f) P=48mm e (g,h) P=88mm a partir da base refrigerada.

A solidificação de ambas as ligas é iniciada pela formação da fase  $\alpha$ -Al, menos rica em soluto que a composição nominal. Esta formação inicial resulta, conseqüentemente, no enriquecimento de soluto do líquido imediatamente à frente da interface de solidificação. Conforme a temperatura continua reduzindo, forma-se o eutético binário Al-Si e posteriormente o eutético ternário Al-Si-Cu, formando as fases  $Al_2Cu$ ,  $Diamante_{A4}$  e  $FCC_{L12}$  (nomenclatura Thermo-Calc®), referentes à fase intermetálica  $Al_2Cu$ , ao silício e ao  $\alpha$ -Al, até que todo o volume se solidifique por completo.

O resultado da simulação da isopleta do sistema Al-11%Si-x%Cu pode ser visto na Figura 35, fixando a porcentagem de Si em 11% em peso. Os caminhos de solidificação das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu foram simulados com a utilização do *software* Thermo-Calc®, levando em conta, como impureza, 0,2% de Fe, conforme mostrado na Figura 36. Este nível de impureza foi determinado com base em análises químicas das ligas de estudo. Os cálculos foram realizados com a utilização da base de dados para ligas de alumínio TCAL5.

De acordo com os resultados da Figura 36, a reação eutética deve ocorrer a 522°C para ambas as ligas, formando  $\alpha$ -Al +  $\beta$ -AlFeSi + Si +  $Al_2Cu$ . Para a liga contendo 4,5%Cu, a precipitação do intermetálico  $Al_2Cu$  ( $\Theta$ ) se inicia quando o valor de 86% de fração sólida foi alcançado, enquanto que para a liga contendo 3,0%Cu, isso irá ocorrer apenas quando a fração sólida for maior que 91%, indicando que a fração do constituinte eutético ternário presente na liga contendo 3,0%Cu é consideravelmente menor. Além do mais, segundo a simulação, a liga contendo 4,5%Cu apresenta praticamente metade da fração de dendritas pró-eutéticas da liga contendo 3,0%Cu, pouco mais que 5%, contra quase 10% no segundo caso.

A soma das frações de massa de Al- $\alpha$  e do eutético binário Al-Si resultou em aproximadamente 60% para a liga Al-11%Si-3,0%Cu e em menos que 50% para a liga Al-11%Si-4,5%Cu. Um refinamento das fases Al- $\alpha$  e Si, de acordo com Okayasu *et al.* [40], proporciona melhores resistências à tração e à fadiga.

As temperaturas de transformação obtidas por meio das simulações com software termodinâmico foram satisfatoriamente próximas das obtidas experimentalmente (ver Figura 35), na produção dos lingotes, com pequenos desvios, da ordem de 2°C, para as temperaturas *liquidus* e eutética binária. Para a liga Al-11%Si-3,0%Cu, por exemplo, a  $T_L$  simulada foi de 580°C, enquanto que a  $T_L$  empírica foi de 577,6°C. Foi notada uma diferença um pouco maior apenas para a transformação eutética ternária, da ordem de 7°C, sendo prevista a temperatura de 522°C pelo *software* e tendo sido de 515°C na curva experimental, para ambas as ligas.

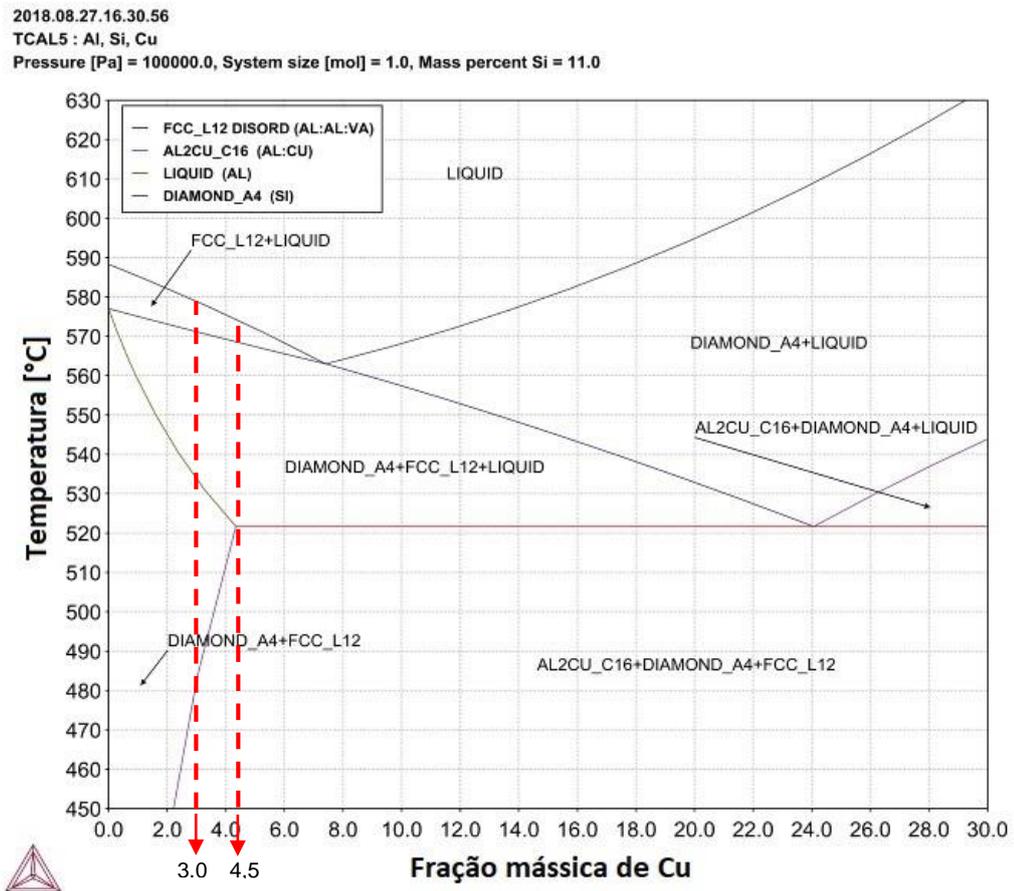
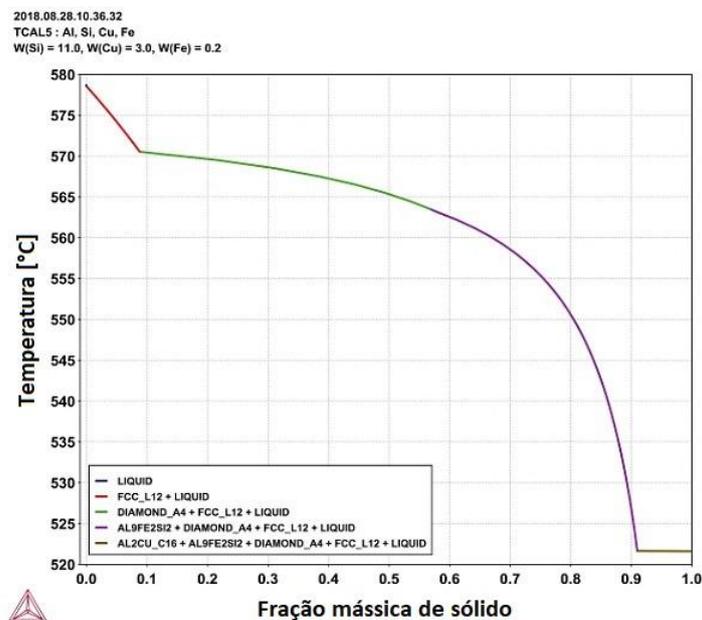
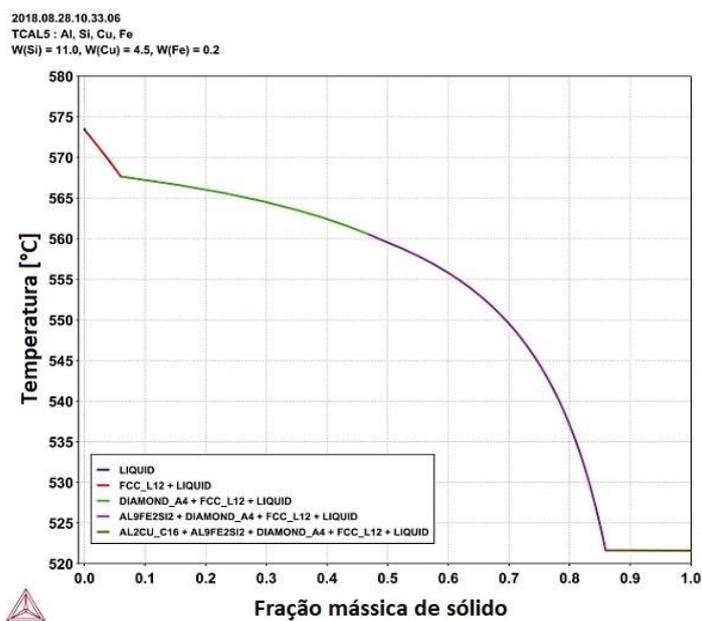


Figura 35 – Diagrama de fases pseudo-binário do sistema Al-11%Si-XCu.



(a)

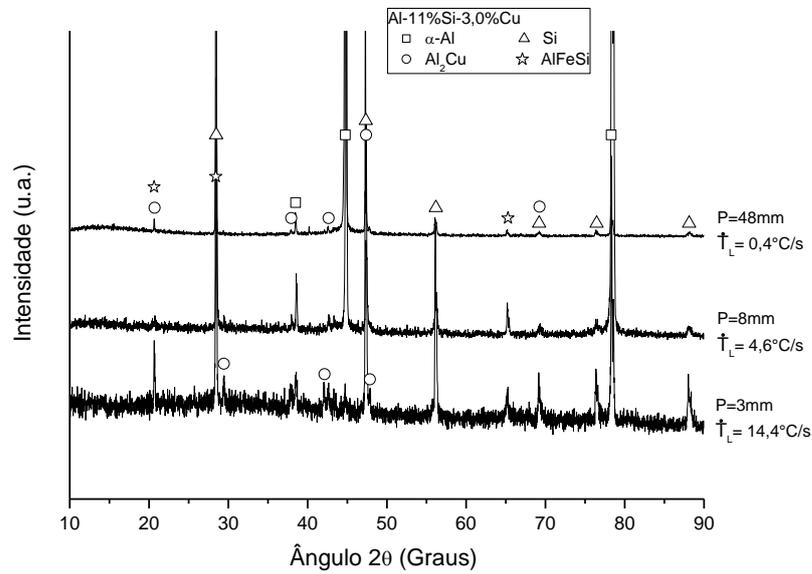


(b)

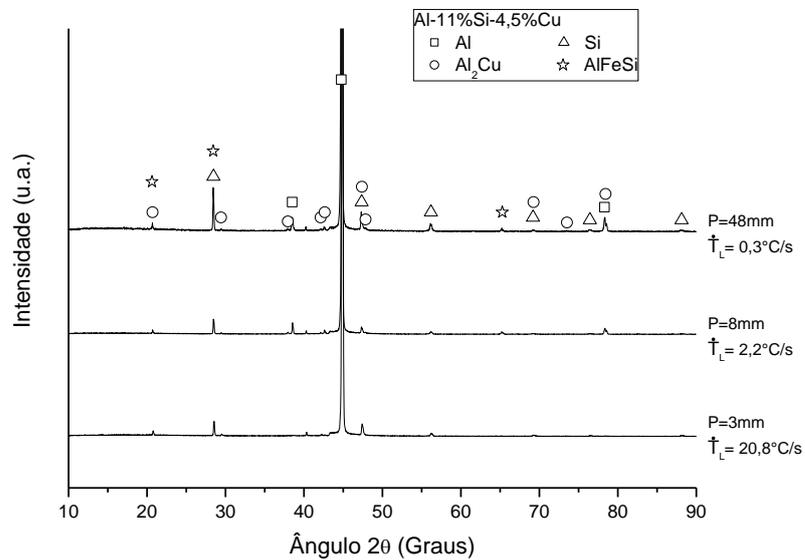
Figura 36 – Evolução da fração de sólido em relação à temperatura durante a solidificação das ligas Al-11%Si-3,0Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, figuras (a) e (b), respectivamente. Simulação realizada no *software* Thermo-Calc®.

As fases presentes nas ligas foram confirmadas por análise de padrões de difração de raios-x (DRX), conforme Figura 37. Espectros de DRX para

diferentes taxas de resfriamento ao longo dos lingotes evidenciam a presença de quatro fases:  $\alpha$ -Al,  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , Si e  $\text{AlFeSi}$ .



(a)



(b)

Figura 37 – Difratoigramas de raios-X referentes a diferentes taxas de resfriamento na solidificação ao longo do comprimento das ligas fundidas sob condições transientes de solidificação (a) Al-11%Si-3,0%Cu e (b) Al-11%Si-4,5%Cu.

A Figura 38 mostra como a evolução microestrutural ocorre ao longo de ambos os lingotes Al-Si-Cu. Pode-se notar que há uma grande variação de espaçamentos microestruturais (espaçamentos dendríticos primários,  $\lambda_1$ , secundários,  $\lambda_2$  e terciários,  $\lambda_3$ ) a partir base dos lingotes, chegando a variar mais que uma ordem de grandeza, como pode ser observado nas Figuras 38a e 38d. Neste caso,  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  partem respectivamente de valores  $45\mu\text{m}$  e  $7,5\mu\text{m}$  nas regiões mais próximas à região de extração de calor e atingem  $930\mu\text{m}$  e  $30\mu\text{m}$  nas regiões mais distantes da base refrigerada.

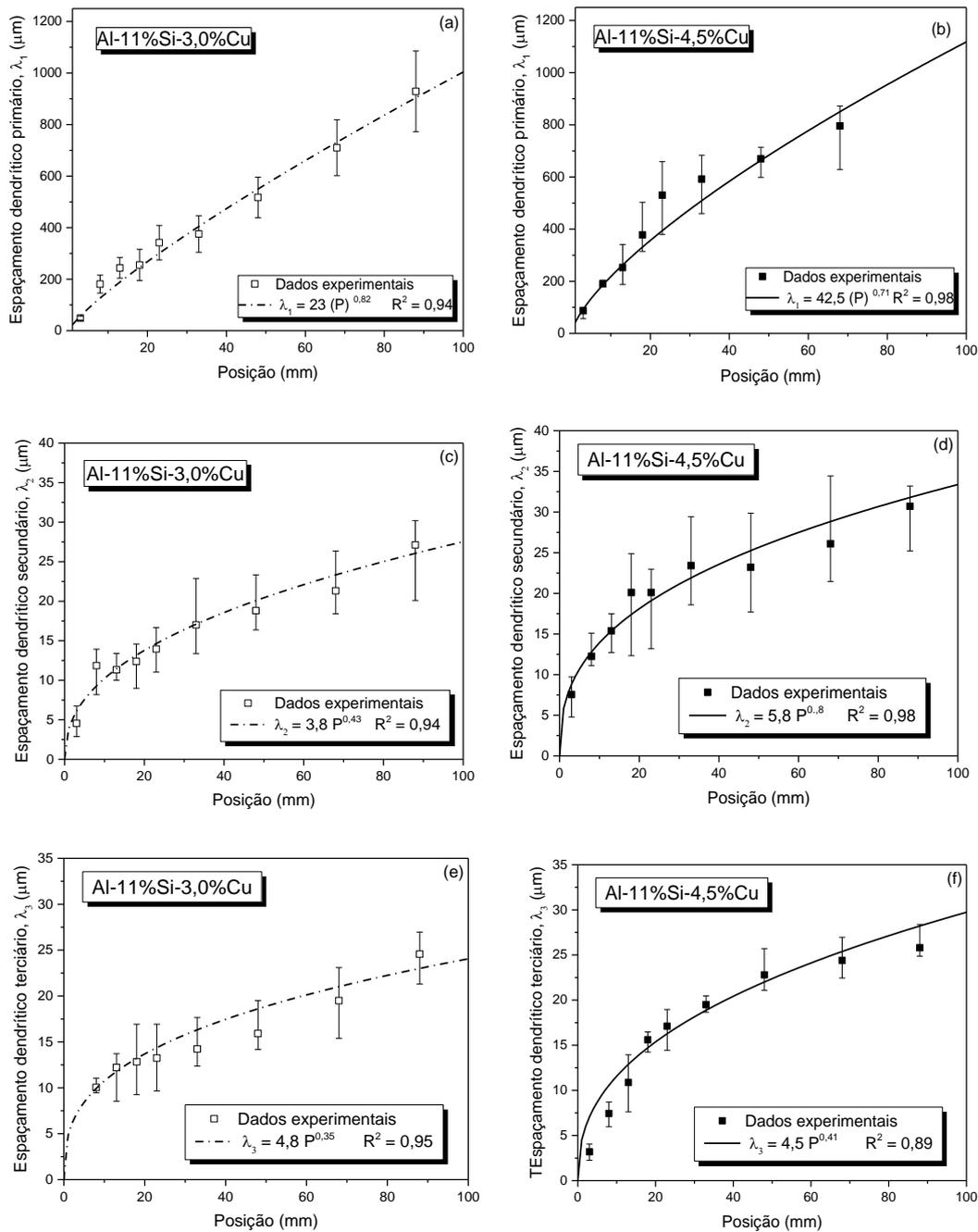


Figura 38 – Variações experimentais de espaçamentos dendríticos primário (a,b), secundário (c,d) e terciário (e,f) ao longo dos lingotes das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu.  $R^2$  é o coeficiente de determinação.

As Figuras 39 e 40 apresentam uma comparação entre as leis experimentais de crescimento dendrítico primário e secundário derivadas em função dos parâmetros térmicos,  $\dot{T}_L$  e  $V_L$ , respectivamente, obtidas a partir da solidificação direcional ascendente das ligas estudadas. Também foram

inseridas as leis experimentais propostas para a liga binária Al-11%Si, estudada por Kakitani [11], no intuito de comparar o comportamento das ligas Al-11%Si contendo cobre com uma liga sem adição deste terceiro elemento.

O ajuste dos pontos experimentais segue equações de potência com expoentes propostos com base em estudos prévios de solidificação, tanto em estado estacionário quanto transiente de fluxo de calor, para ligas de alumínio binárias e ternárias. Para a relação do espaçamento interdendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) com a velocidade de avanço da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ) é proposto o expoente  $-2/3$  tanto para ligas Al-Si hipoeutéticas contendo 3%, 5%, 7% e 9%Si [25] quanto para ligas ternárias Al-5,5%Si-3,0%Cu e Al-9,0%Si-3,0%Cu [1], ambas sob condições transientes de fluxo de calor. Já para  $\lambda_2$  em função da taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ), também seguindo uma função do tipo potência, o expoente proposto  $-1/3$  foi determinado tanto para ligas binárias Al-2,8%Si e Al-5,0%Si [13], quanto para ligas Al-5,5%Si-3,0%Cu e Al-9,0%Si-3,0%Cu ambas em condições de fluxo de calor transitório [1, 2].

As equações experimentais propostas neste trabalho para a evolução microestrutural das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu em função da velocidade de avanço da isoterma *liquidus* e da taxa de resfriamento, são:

Para a liga Al-11%Si-3,0%Cu:

$$\lambda_1 = 265\dot{T}_L^{-0,55} \quad (\text{Eq. 5.1})$$

$$\lambda_2 = 11V_L^{-2/3} \quad (\text{Eq. 5.2})$$

Para a liga Al-11%Si-4,5%Cu:

$$\lambda_1 = 500\dot{T}_L^{-0,55} \quad (\text{Eq. 5.4})$$

$$\lambda_2 = 16V_L^{-2/3} \quad (\text{Eq. 5.3})$$

Nos gráficos comparativos (Figuras 39 a 41) as linhas traço-ponto e contínua representam as equações de potência referente aos dados experimentais das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu,

respectivamente, enquanto que a linha tracejada, em vermelho, representa a equação proposta por Kakitani [11] para a liga Al-11%Si. Na Figura 40, a comparação permite inferir que a adição de Cu confere maiores espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ), ao se comparar os valores associados às ligas ternárias Al-11%Si-x%Cu com aqueles da liga binária Al-11%Si. Isto ocorre devido à elevação do intervalo de solidificação, de aproximadamente 6°C para em torno de 60°C (ver Figura 36), permitindo que haja tempo para que os braços dendríticos se desenvolvam e sofram engrossamento em função de maiores intervalos de temperatura.

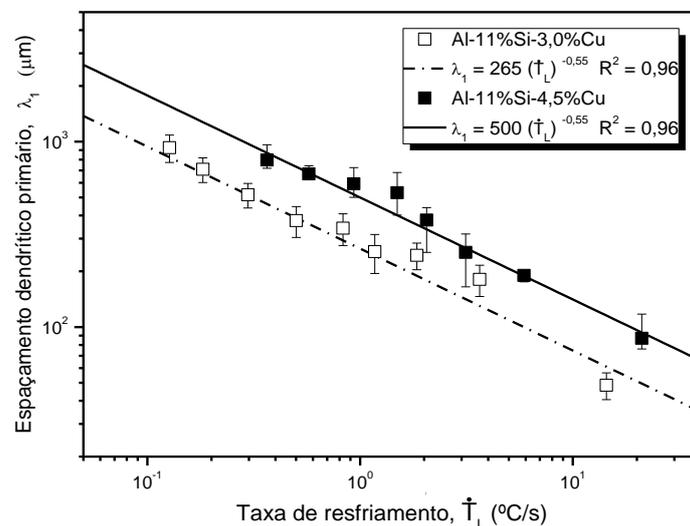


Figura 39 – Relações experimentais da evolução de  $\lambda_1$  em função de  $\dot{T}$  para as ligas ternárias Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu.

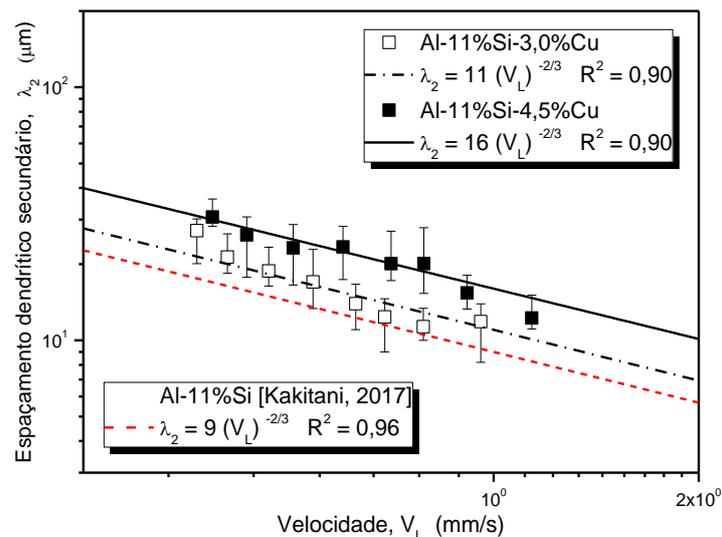


Figura 40 – Relações experimentais da evolução de  $\lambda_2$  em função de  $V_L$  para as ligas ternárias Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu em comparação com a tendência proposta para liga binária Al-11%Si [11].

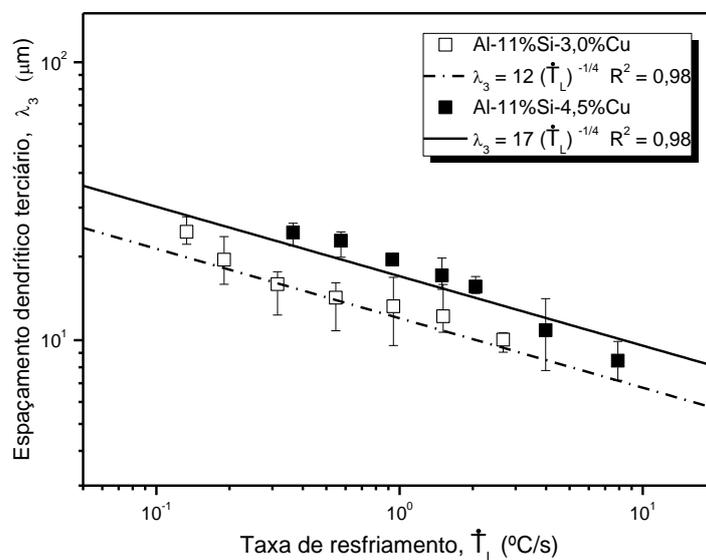


Figura 41 – Relações experimentais da evolução de  $\lambda_3$  em função de  $\dot{T}$  para as ligas ternárias Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu.

Pode-se notar nas Figuras 39 a 41 a influência da adição de Cu nos espaçamentos dendríticos primário ( $\lambda_1$ ), secundário ( $\lambda_2$ ) e terciário ( $\lambda_3$ ), resultando em valores 88%, 45% e 42% maiores, respectivamente, para a liga contendo 4,5%Cu em relação à que contém 3,0%Cu, cujo aumento é de 50% no

teor de Cu. Equações de potência com expoente  $-2/3$  caracterizam a variação experimental de  $\lambda_2$  com  $V_L$ , enquanto que o expoente  $-0,55$  representa as variações de  $\lambda_1$  em relação à  $\dot{T}$ , expoentes esses ajustados aos propostos pela literatura [1, 2, 12-26].

Instabilidades da frente de solidificação promovidas pelo líquido rico em soluto que envolve as dendritas propiciam o crescimento de braços secundários e terciários a partir do braço primário. Os braços terciários, mais finos, são aqueles, então, mais próximos das regiões interdendríticas ricas em eutético, podendo ser esta a razão pela qual  $\lambda_3$  é menos afetado pela variação de taxa de resfriamento, possuindo uma relação experimental  $\lambda_3 = constante * \dot{T}_L^{-1/4}$ .

### 5.3 Caracterização dos Microconstituintes Eutéticos

A fim de caracterizar tanto morfológica quanto quimicamente os microconstituintes eutéticos binário e ternário presentes nas ligas Al-Si-Cu, foram feitas imagens por elétrons retroespalhados (BSE) em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) e análises químicas pontuais e por mapeamento de elementos, por espectroscopia por dispersão de energia (EDS).

As Figuras 42 e 43 evidenciam a presença dos eutéticos binário (regiões acinzentadas) e o eutético ternário (regiões claras), além do refinamento microestrutural imposto pelo aumento da taxa de resfriamento. Embora tenham sido mapeadas várias posições ao longo dos lingotes, foram escolhidas duas condições representativas. As imagens com maior magnificação também permitem identificar fases intermetálicas com presença de Fe (indicadas na Figura 43).

Em condições de maior taxa de resfriamento, o líquido se torna enriquecido em Si, este ficando retido entre os braços dendríticos primários. Conforme a temperatura reduz, as partículas de Si crescerão no entorno das partículas de  $Al_2Cu$ , onde anteriormente eram as zonas enriquecidas de Cu. Como consequência, não é possível a formação de placas de Si, pois seu

crescimento será interrompido, formando partículas poliedrais (Figuras 42d e 49d). As condições de solidificação rápida dos lingotes das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu foram observadas na posição 3mm de ambos os lingotes, com taxas de resfriamento de 14,4°C/s e 21,1°C/s, respectivamente.

As análises químicas pontuais e de mapeamentos por EDS permitiram identificar as fases presentes, em concordância com a análise de DRX:  $\alpha$ -Al, Al<sub>2</sub>Cu, Si e AlFeSi, conforme demonstrado nas Figuras 44 a 47.

Al-11%Si-3,0%Cu

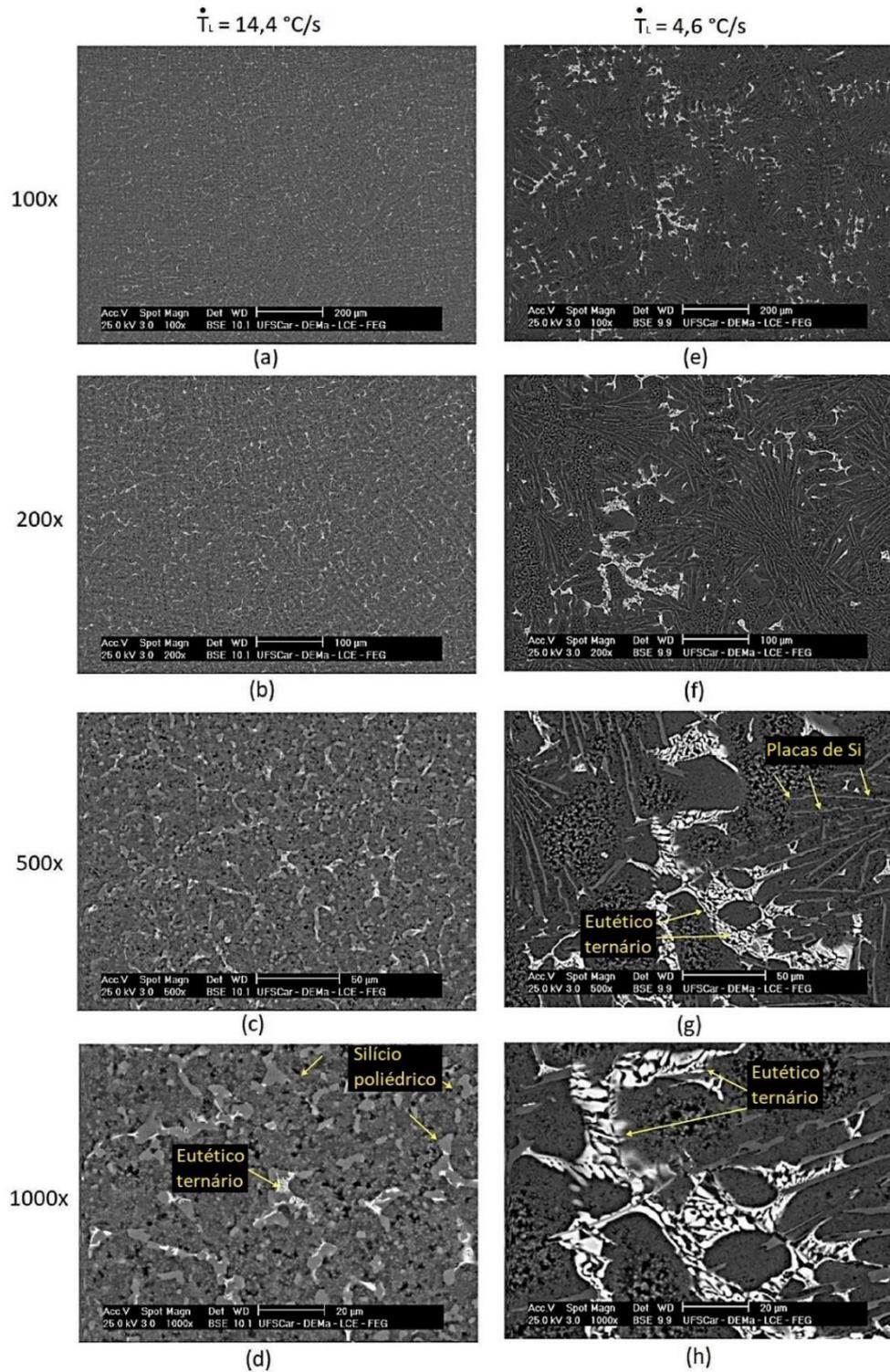


Figura 42 – Imagens obtidas através do MEV de amostras transversais da liga Al-11% Si-3,0% Cu, variando a magnificação (100x, 200x, 500x e 1000x) e a taxa de resfriamento ( $14,4^\circ\text{C/s}$  e  $4,6^\circ\text{C/s}$ ). Valores de aumentos (x) apenas indicativos.

Al-11%Si-4,5%Cu

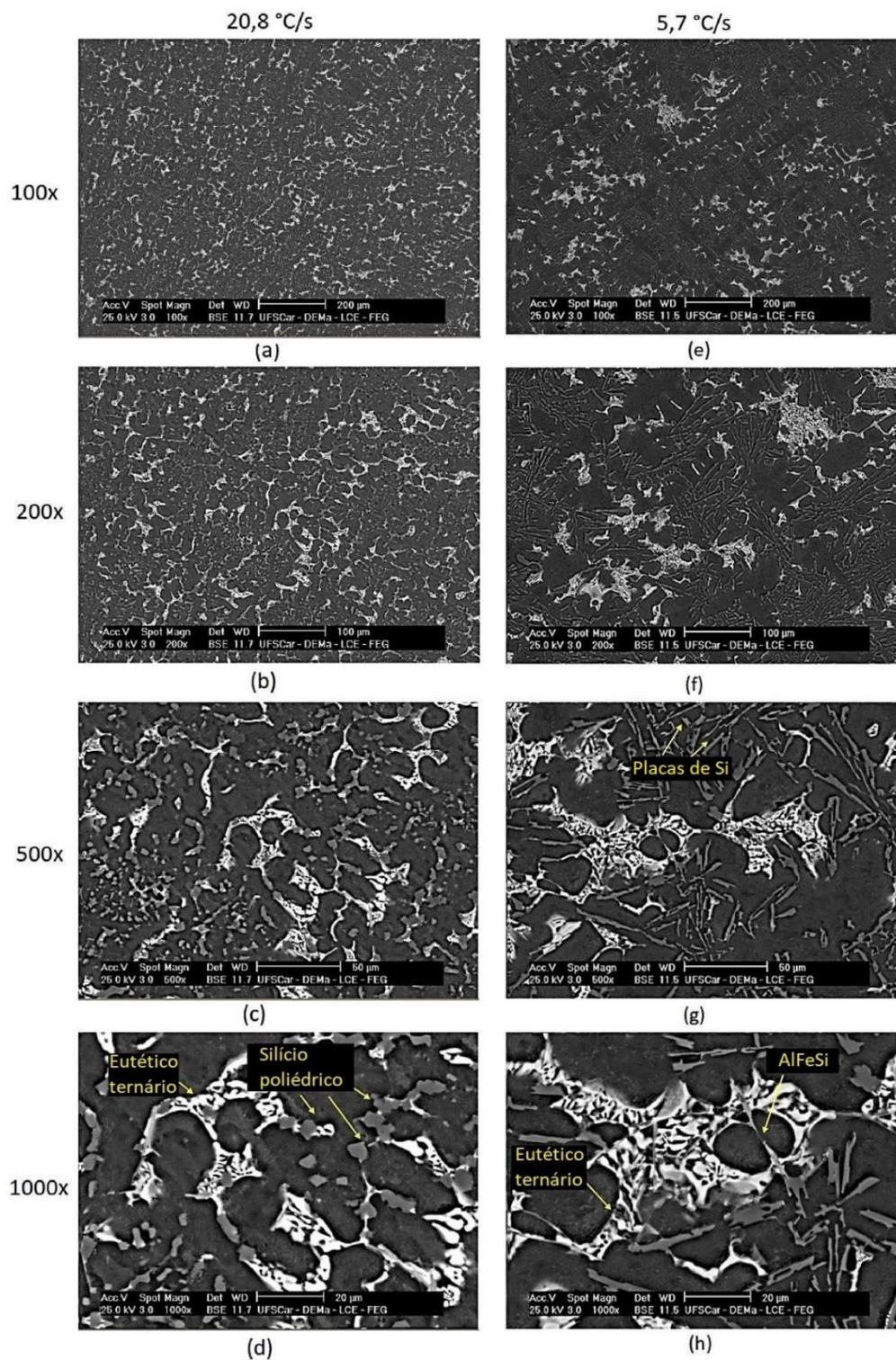


Figura 43 – Imagens obtidas através do MEV de amostras transversais da liga Al-11% Si-4,5% Cu, variando a magnificação (100x, 200x, 500x e 1000x) e a taxa de resfriamento (20,8 °C/s e 5,7°C/s). Valores de aumentos (x) apenas indicativos.

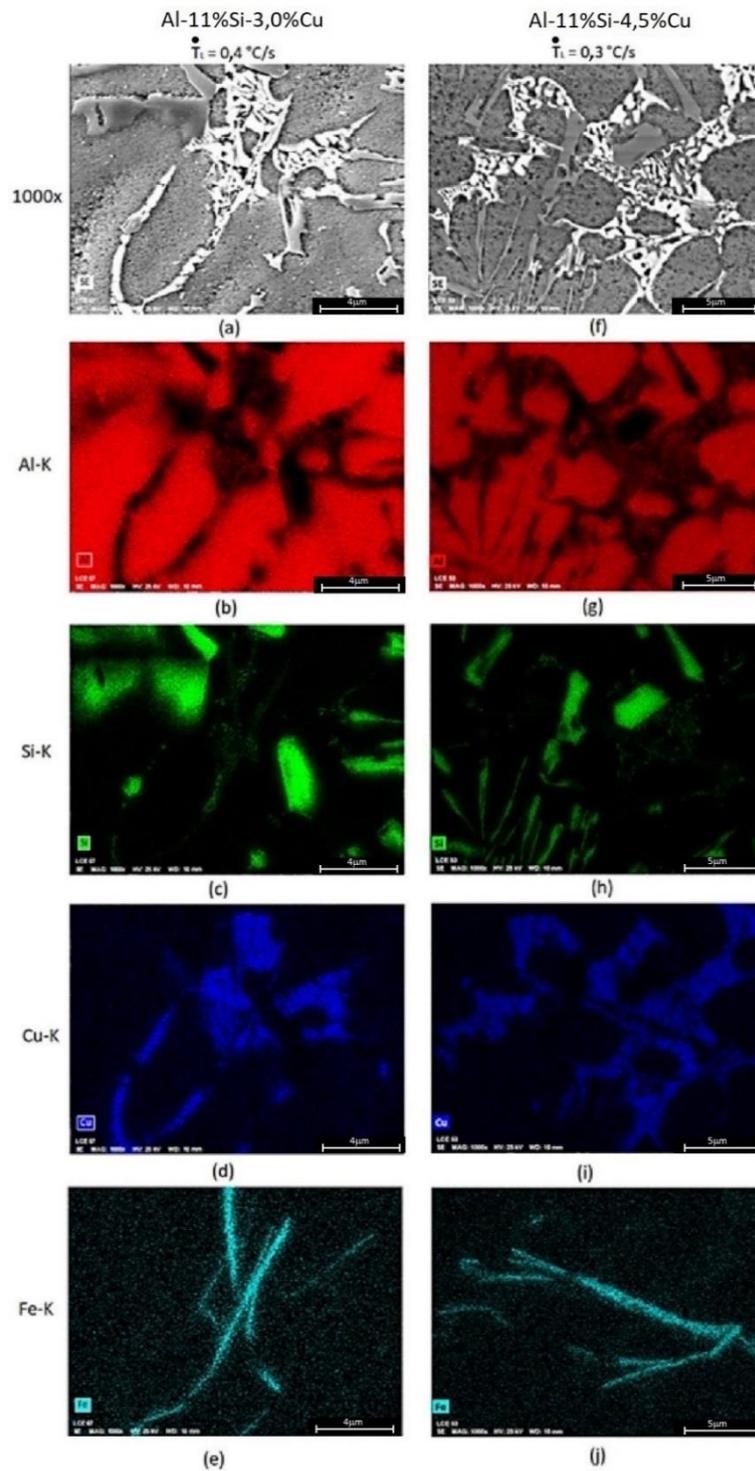


Figura 44 – Imagens de MEV com uso do sinal de elétrons secundários (SE) de amostras submetidas a taxas de resfriamento semelhantes,  $0,4^\circ\text{C/s}$  e  $0,3^\circ\text{C/s}$ , das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, respectivamente, e seus mapeamentos de elementos por EDS: Al-K (b, g), Si-K (c, h), Cu-K (d, i) e Fe-K (e, j).

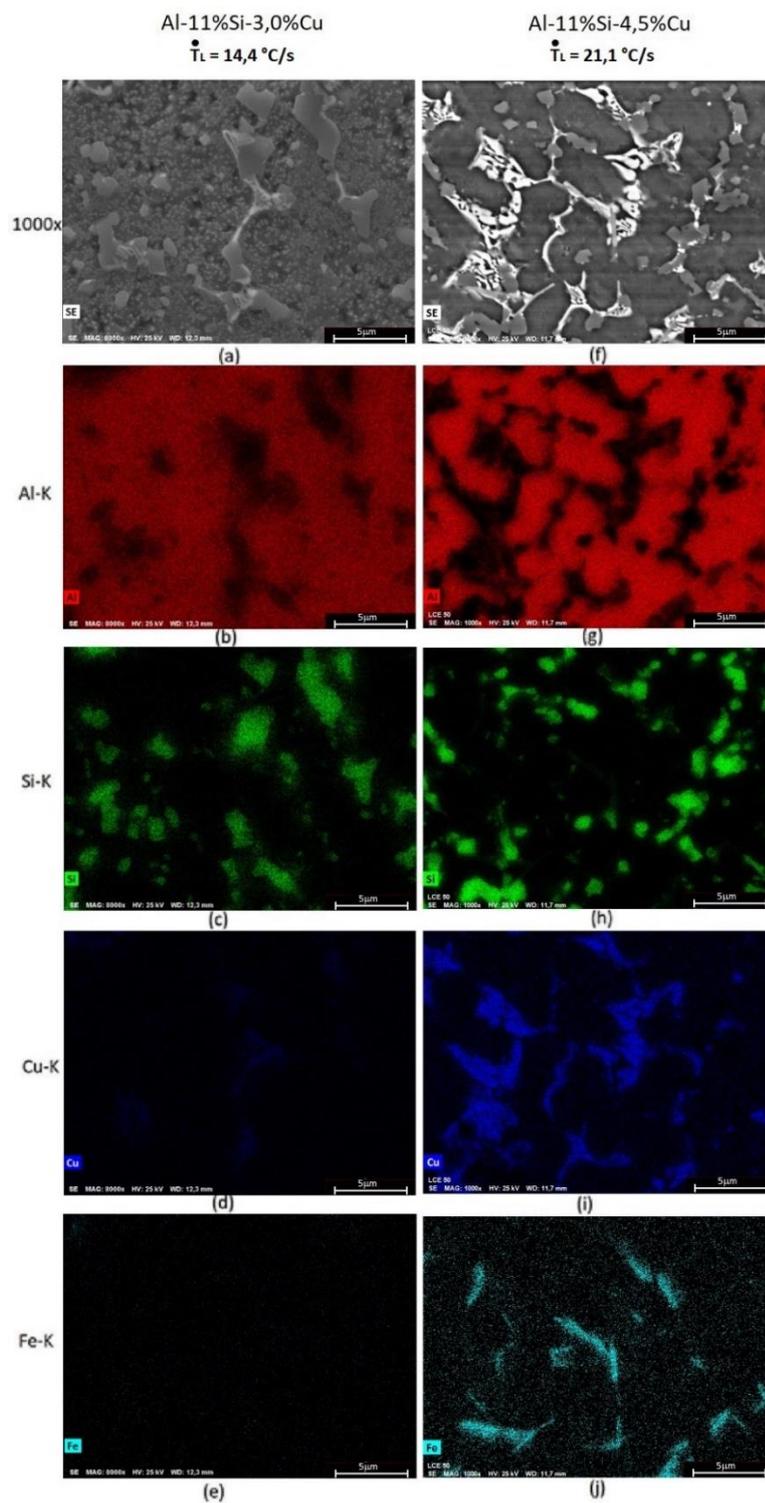
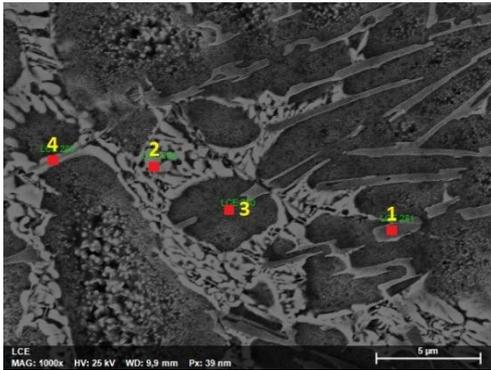


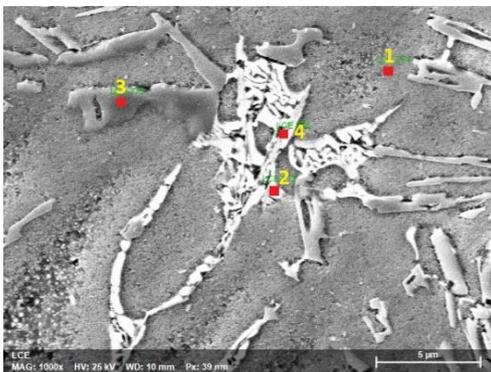
Figura 45 – Imagens de MEV com uso do sinal de elétrons secundários (SE) de amostras submetidas a taxas de resfriamento de  $14,4\text{ }^\circ\text{C/s}$  e  $21,1\text{ }^\circ\text{C/s}$ , das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, respectivamente, e seus mapeamentos de elementos por EDS: Al-K (b, g), Si-K (c, h), Cu-K (d, i) e Fe-K (e, j).

A



		Al	Si	Cu	Fe
#	Spectrum	Atom. %	Atom. %	Atom. %	Atom. %
1	$\alpha$ -Al	98,70	0,06	1,22	0,01
2	Al <sub>2</sub> Cu	79,76	0,81	19,30	0,03
3	Si	52,03	46,99	0,99	0,00
4	AlFeSi	82,65	6,87	5,94	4,54

B



		Al	Si	Cu	Fe
#	Spectrum	Atom. %	Atom. %	Atom. %	Atom. %
1	$\alpha$ -Al	98,79	0,72	0,49	0,01
2	Al <sub>2</sub> Cu	74,56	3,64	21,75	0,04
3	Si	18,07	81,15	0,76	0,02
4	AlFeSi	74,37	9,28	11,60	4,75

Figura 46 – Análise química pontual por EDS (em %atômica) de aspectos microestruturais representativos da liga Al-11%Si-3,0%Cu. As amostras são das posições que distam 8mm (a) e 48mm (b) da face de contato metal/molde arrefecida durante a solidificação.

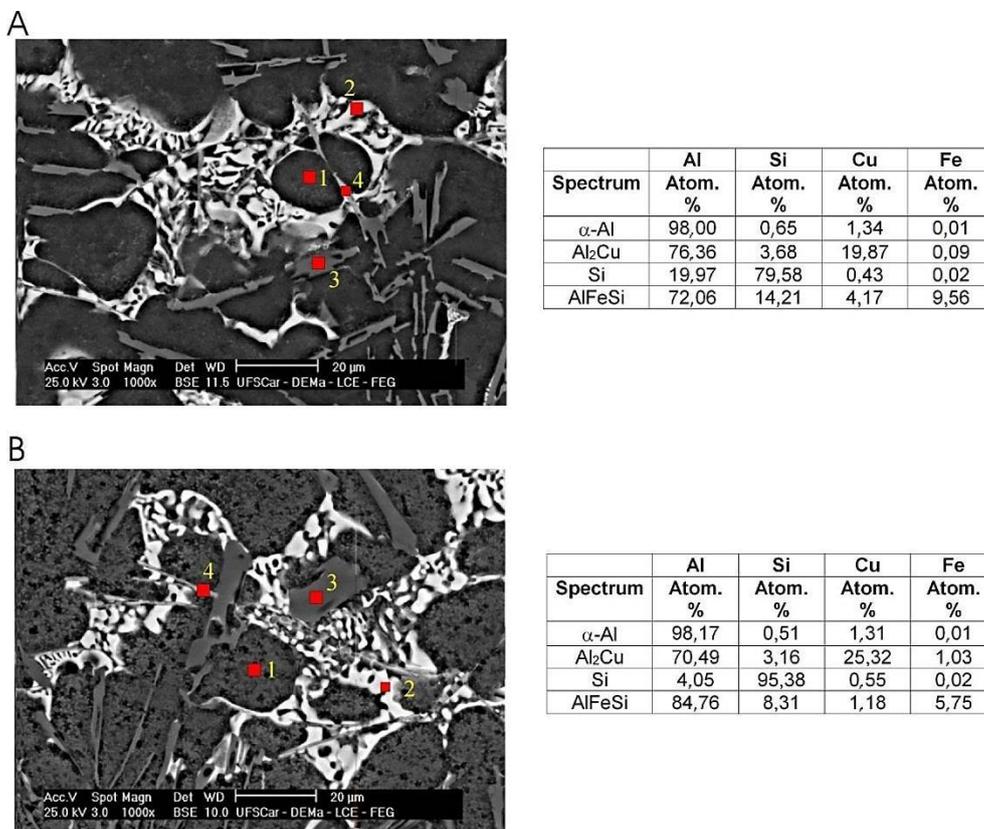
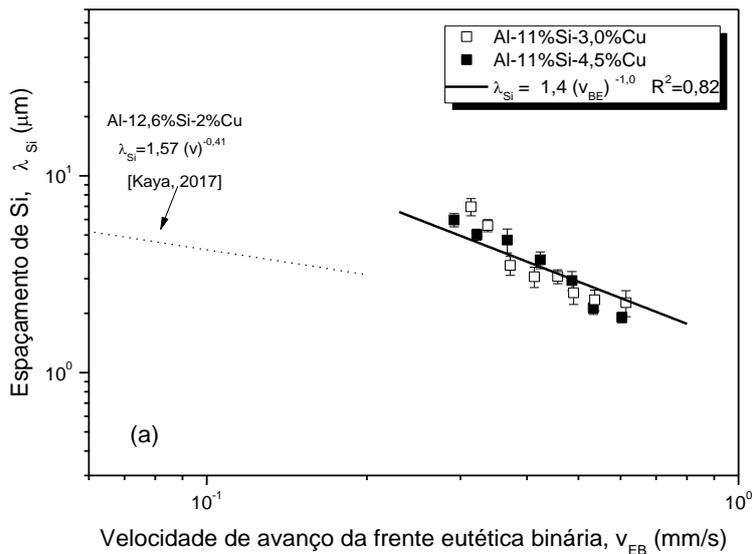


Figura 47 – Análise química pontual por EDS (em %atômica) de aspectos microestruturais representativos da liga Al-11%Si-4,5%Cu. As amostras são das posições que distam 8mm (a) e 48mm (b) da face de contato metal/molde arrefecida durante a solidificação.

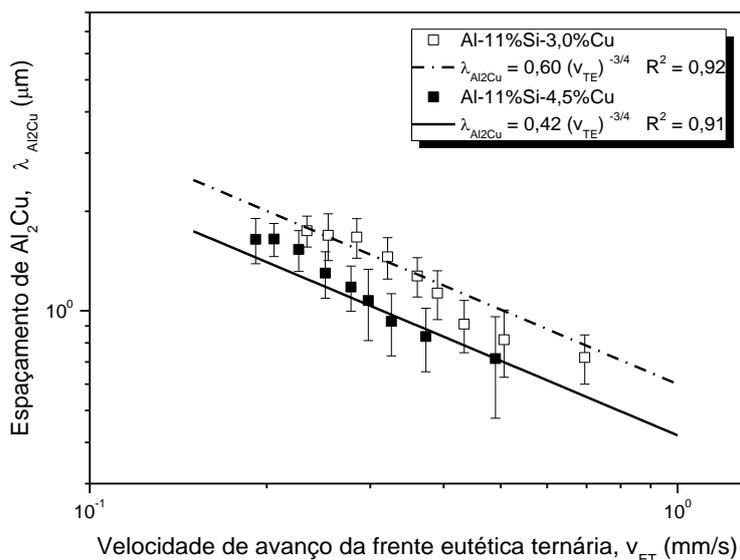
Equações de potência também foram propostas a fim de representar a evolução dos espaçamentos inter-Si presente no eutético binário Al-Si ( $\lambda_{Si}$ ) e de entre lamelas de Al<sub>2</sub>Cu presente no eutético ternário Al-Si-Cu ( $\lambda_{Al_2Cu}$ ) em função das velocidades de avanço das respectivas frentes eutéticas binária ( $V_{EB}$ ) e ternária ( $V_{ET}$ ). Na Figura 48a pode-se notar que há uma maior variação de  $\lambda_{Si}$  em função da variação da  $V_{EB}$  em ligas Al-Si-Cu solidificadas em condições não-estacionárias (caso do presente estudo) quando comparado com o estudo realizado por Kaya [31] com a liga Al-12,6%Si-2%Cu solidificada em condições

estacionárias de extração de calor. Já na Figura 48b os menores valores de  $\lambda_{Al_2Cu}$  estão associados à liga com maior adição de Cu, o que é traduzido pela redução do multiplicador das expressões de potência propostas de 0,60 para 0,42, para as ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, respectivamente.

Originalmente, Jackson e Hunt [44] propuseram  $-1/2$  como um expoente representativo para leis de crescimento em função das velocidade de avanço da frente eutética para o crescimento de eutéticos regulares, porém, como pode ser visto na Figura 48b, neste trabalho o expoente  $-3/4$  se adequou melhor às ligas estudadas, representando uma maior sensibilidade na modificação de  $\lambda_{Al_2Cu}$  com a variação de  $V_{ET}$ . Isto pode ser explicado devido ao fato do eutético ser formado por uma mistura de três fases: Si,  $Al_2Cu$  e a matriz Al- $\alpha$  solidificadas em condições não-estacionárias, o que pode ter gerado instabilidades térmicas durante o crescimento da fase  $Al_2Cu$  e instabilidades composicionais devido à rejeição de Si durante a formação do eutético Al-Si.



(a)



(b)

Figura 48 – Espaçamento do Si presente no microconstituente eutético binário Al-Si,  $\lambda_{Si}$ , em função da velocidade de avanço da frente eutética (a) Al-Si e espaçamento do  $Al_2Cu$  presente no microconstituente eutético ternário Al-Si-Cu,  $\lambda_{Al_2Cu}$ , em função da velocidade de avanço da frente eutética (b) Al-Si-Cu para as ligas Al-11%Si-X%Cu.

#### 5.4 Propriedades Mecânicas

Com o intuito de relacionar propriedades mecânicas às características microestruturais já avaliadas, foram realizados ensaios mecânicos de tração e ensaio de microdureza vickers para várias posições ao longo do lingote. Os ensaios de tração foram realizados para as posições 6mm, 20mm, 34mm, 48mm, 62mm, 76mm e 90mm, cujos diagrama tensão-deformação podem ser vistos nas Figuras 49 e 50, para as ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, respectivamente. Desta forma foi possível a determinação de limite de resistência a tração ( $\sigma_U$ ), de limite de escoamento ( $\sigma_y$ ) e de alongamento específico ( $\delta$ ) em função das posições ensaiadas, nas quais pode-se notar uma tendência de melhoria das propriedades quanto mais próxima da base de resfriamento a amostra se encontrar, estando exposta a maiores taxas de resfriamento, por exemplo, foram obtidos valores de  $\sigma_U$  da ordem de 210 MPa, para a posição 20mm da liga contendo 4,5%Cu, e valores de  $\delta$  como 3,2%, para a posição 20mm da liga com adição de 3,0%Cu.

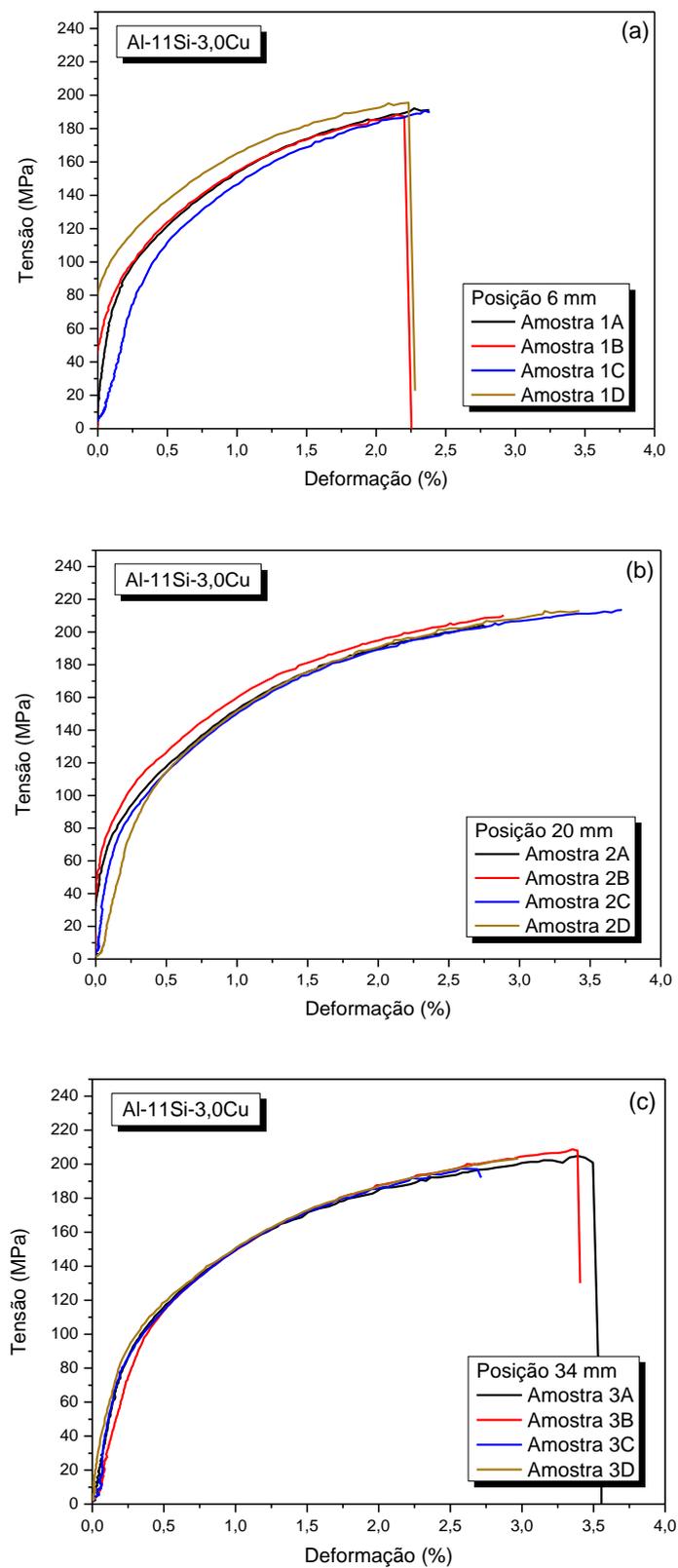


Figura 49 – Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-11%Si-3,0%Cu (continua).

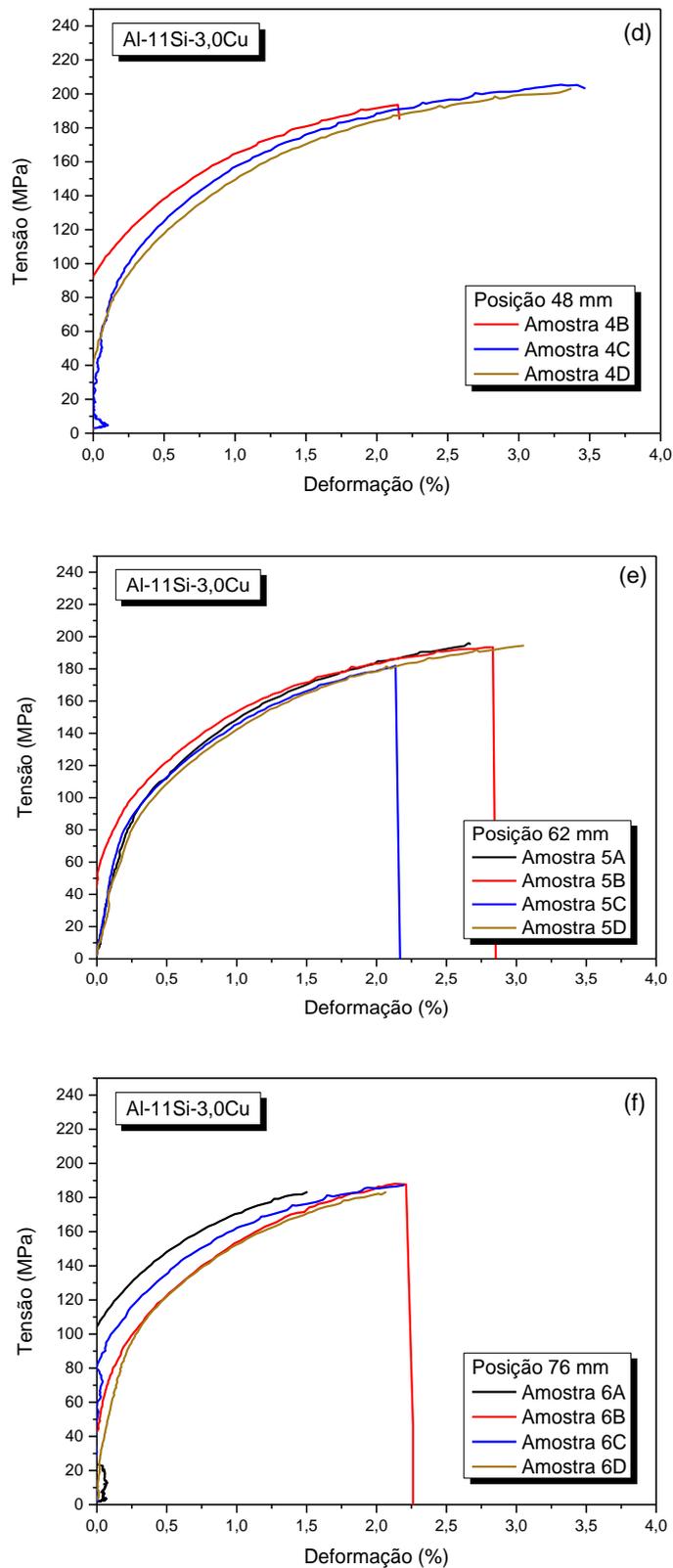


Figura 49 – Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-11%Si-3,0%Cu (continua).

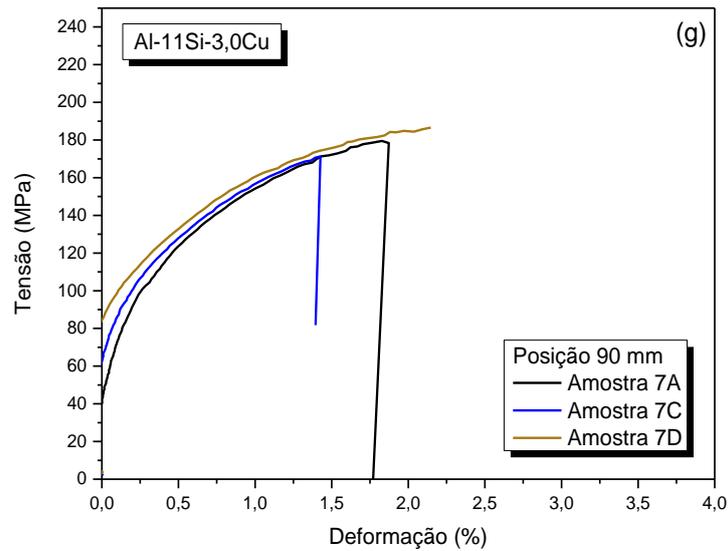


Figura 49 – Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-11%Si-3,0%Cu

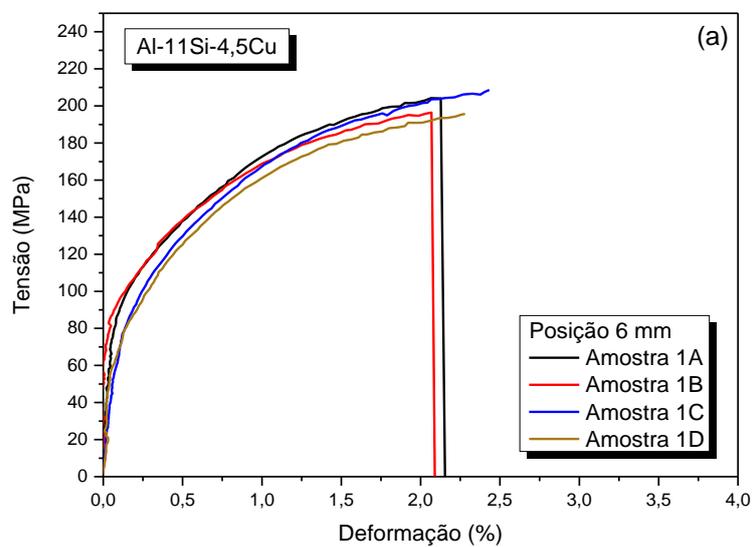


Figura 50 – Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-11%Si-4,5%Cu (continua).

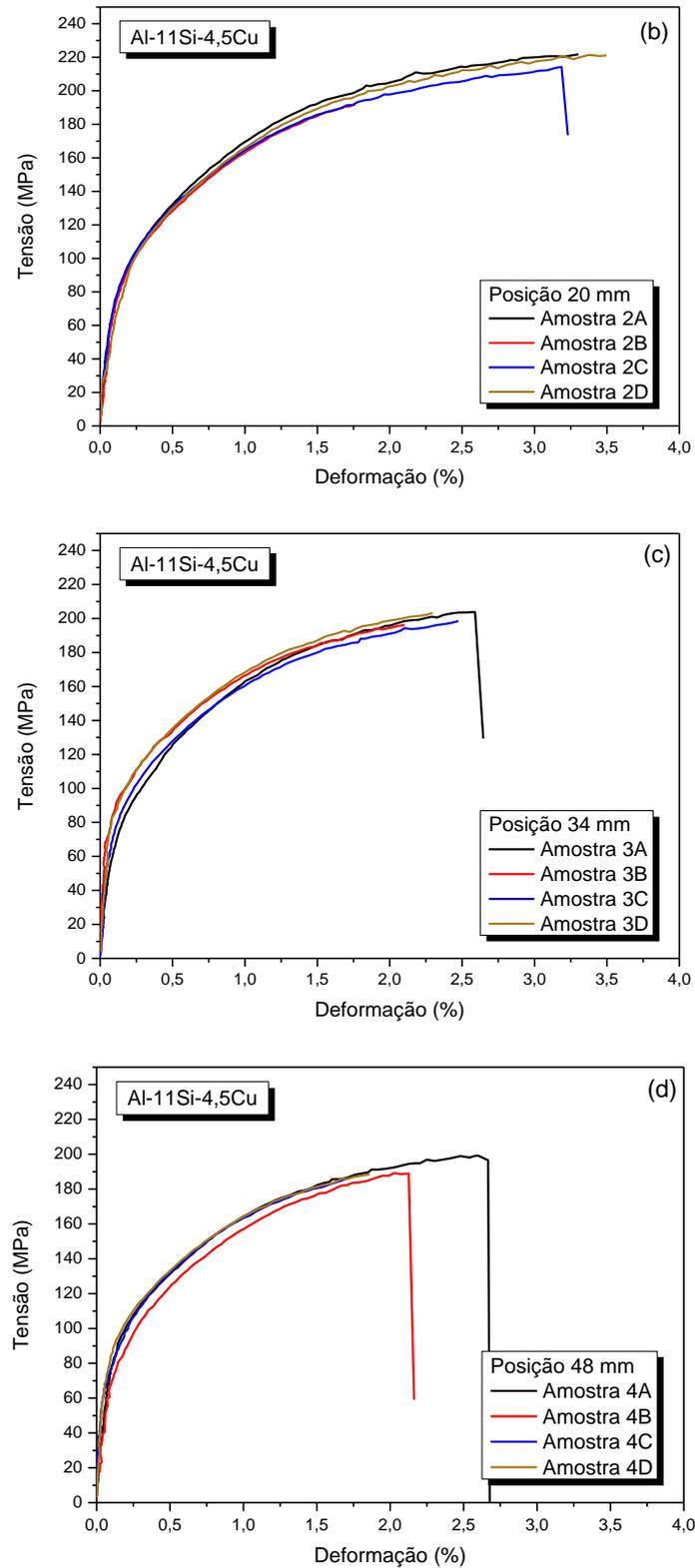


Figura 50 – Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-11%Si-4,5%Cu (continua).

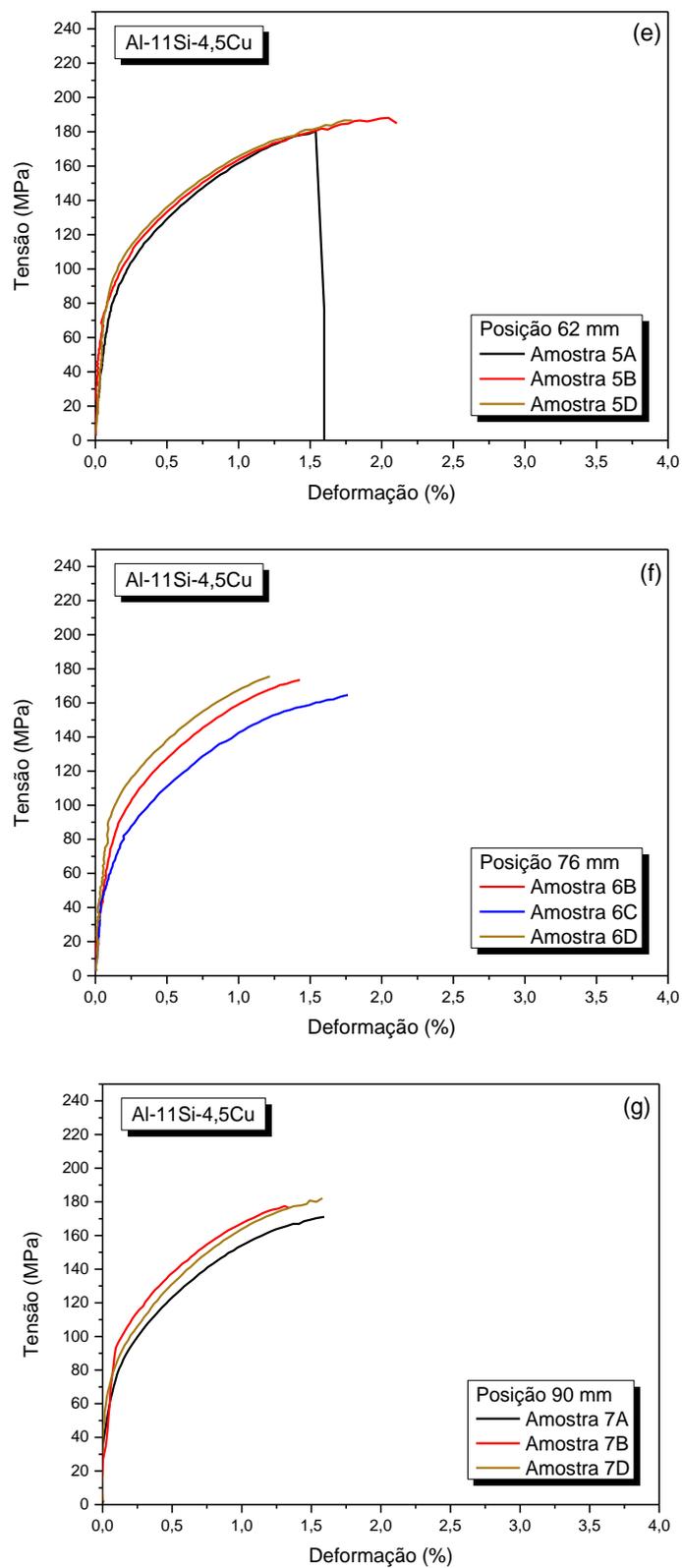


Figura 50 – Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-11%Si-4,5%Cu.

Uma vez determinadas as leis experimentais de crescimento dendrítico e as evoluções das propriedades mecânicas, os espaçamentos dendríticos  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  podem ser relacionados à  $\sigma_U$ ,  $\delta$  e  $\sigma_y$ . Nas Figuras 51 e 52 são apresentadas as variações em função de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  para ambas as ligas. Nota-se que as abscissas das duas figuras representam o inverso do respectivo espaçamento. Portanto, as tendências crescentes apresentadas pelas curvas indicam melhoria das propriedades mecânicas com o refinamento microestrutural. Tanto o refinamento de  $\lambda_1$  quanto o de  $\lambda_2$  são relacionados com aumentos de  $\sigma_U$  e  $\delta$  (Figuras 51a, 51b, 52a e 52b). No entanto, no caso de  $\sigma_y$ , a variação microestrutural demonstrou não interferir significativamente em seu valor, se mantendo praticamente constante para ambas as ligas examinadas.

Na liga Al-11%Si-3,0%Cu, a soma da fração mássica de  $\alpha$ -Al e Si é de aproximadamente 60%, enquanto que o eutético ternário representa 9% e seu espaçamento é em torno de 43% maior que o espaçamento eutético da liga contendo 4,5%Cu. Já na liga Al-11%Si-4,5%Cu,  $\alpha$ -Al + Si representa 47% da fração mássica e o eutético ternário 14%, com espaçamentos eutéticos mais refinados. Baseado nisso, vistos os resultados das Figuras 51 e 52, é possível que estas características se balanceiem umas às outras, resultando em respostas similares ao limite de resistência à tração e ao alongamento específico. Neste casos, foram propostas as mesmas equações do tipo Hall-Petch para representar ambas as ligas, demonstrando o aumento de  $\sigma_u$  e  $\delta$  conforme  $\lambda_1$  fica mais refinado. Isto ocorre pois espaçamentos menores contribuem para uma distribuição mais homogênea de segundas fases, mais resistentes, conferindo maior resistência à liga.

A variação de  $\lambda_1$  mostrou não ter efeito significativo sobre a tensão de escoamento e a dureza das ligas, propriedades estas associadas à baixos níveis de tensão quando comparadas com  $\sigma_u$  e  $\delta$ . Porém, comparativamente, estas propriedades são maiores para a liga Al-11%Si-4,5%Cu, o que pode ser explicado pela maior proporção de partículas intermetálicas de Fe e ao maior refinamento dos espaçamentos dendríticos terciários quando comparada com a liga que contém 3,0%Cu (Figuras 52 e 53).

Da mesma forma que para os espaçamentos dendríticos primários, os espaçamentos secundários também responderam de forma semelhante em relação à  $\sigma_u$  e  $\delta$ . Em comparação com os resultados obtidos por Kakitani [11], a adição de Cu à liga binária Al-11%Si confere uma melhor resistência mecânica e um alongamento específico inferior. Isto pode ser explicado pela presença de intermatálicos, mais frágeis que a matriz, que atuam como ancoradores de linhas de discordância, o que eleva a resistência, porém, ao mesmo tempo, reduzem a ductilidade do material.

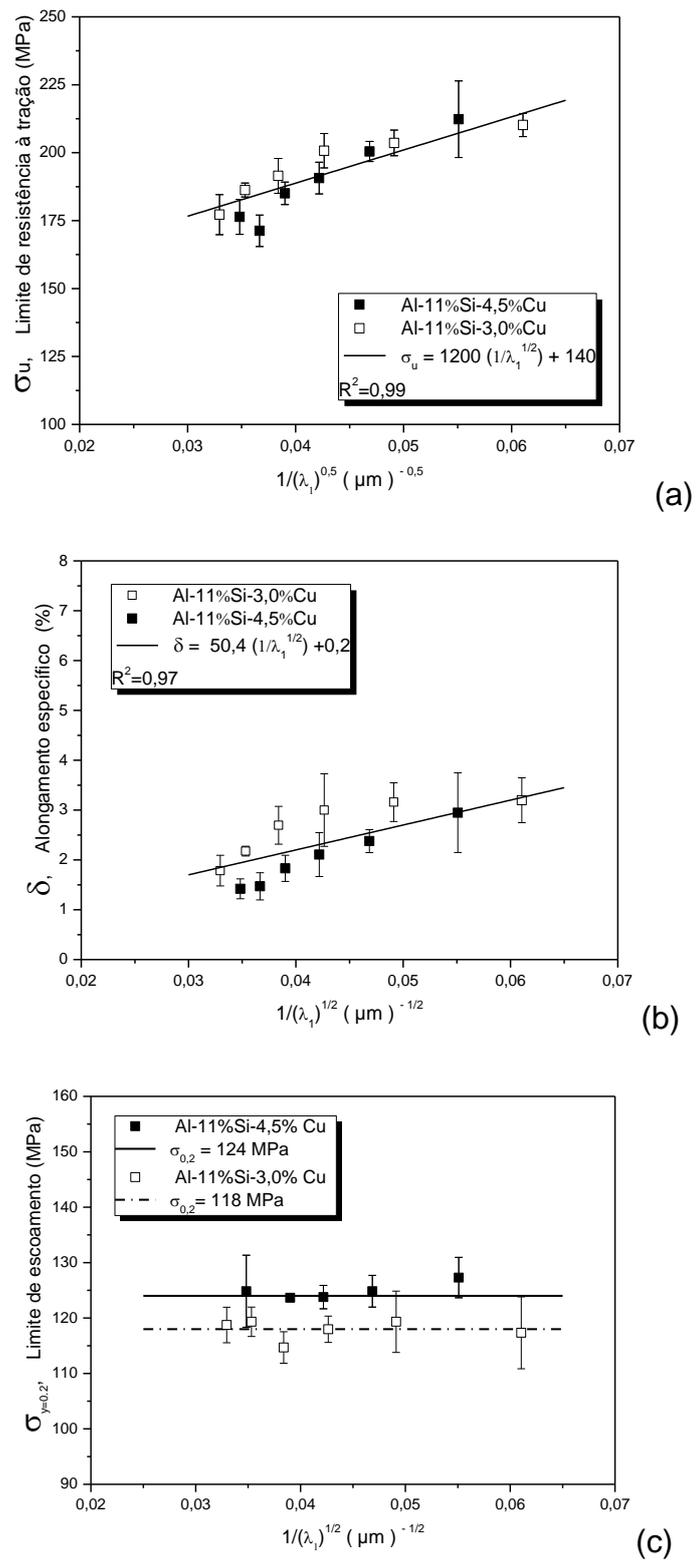
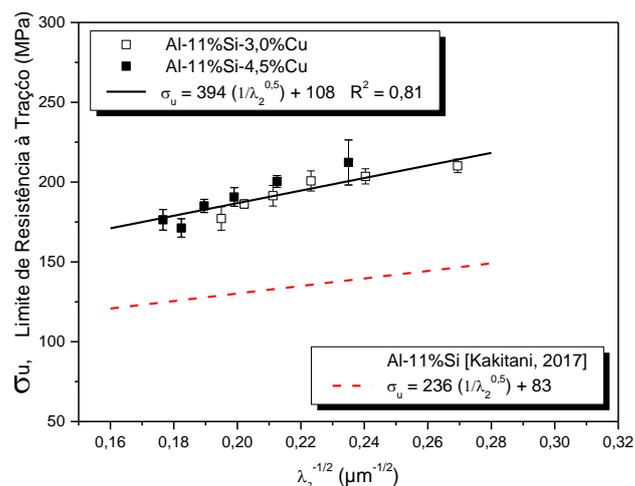
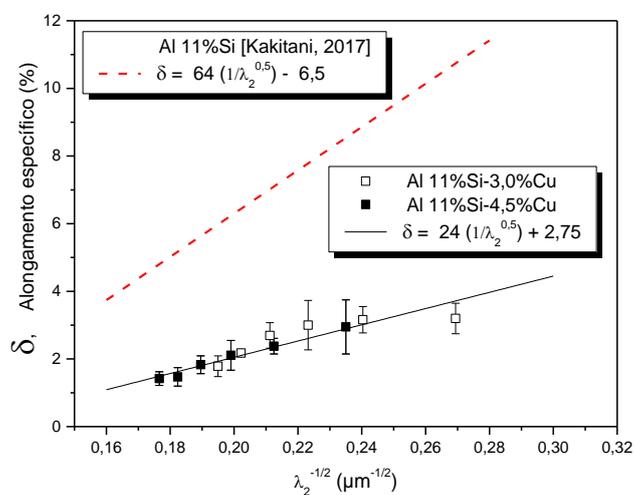


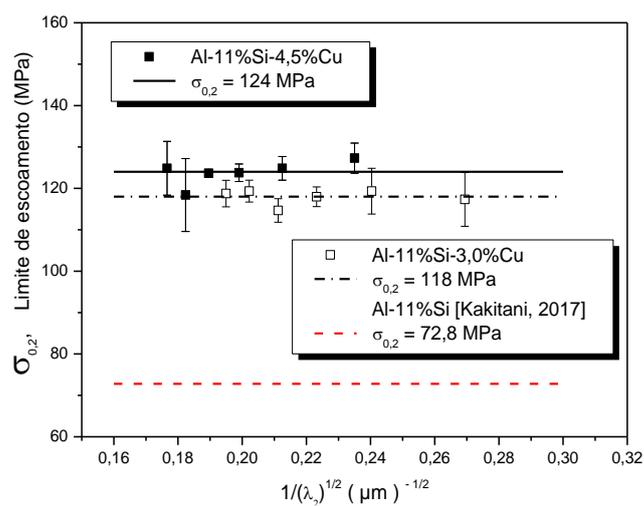
Figura 51 – Valores determinados experimentalmente do (a) limite de resistência à tração, (b) alongamento específico e (c) limite de escoamento versus  $\lambda_1$  para as ligas ternárias Al-Si-Cu.



(a)



(b)



(c)

Figura 52 – Gráficos da variação do (a) limite de resistência à tração, (b) alongamento específico e (c) limite de escoamento em relação à raiz quadrada do inverso do espaçamento dendrítico primário,  $\lambda_2$ .

Por fim, foram realizadas as medições de microdureza vickers, Figura 53, que responderam de forma semelhante ao limite de escoamento, se mantendo praticamente constantes para cada uma das ligas, de maneira que os valores aumentam levemente com a elevação de 50% no teor de Cu, de 3,0% para 4,5%, se mantendo em patamares em torno de 82,5 HV e 96 HV, respectivamente.

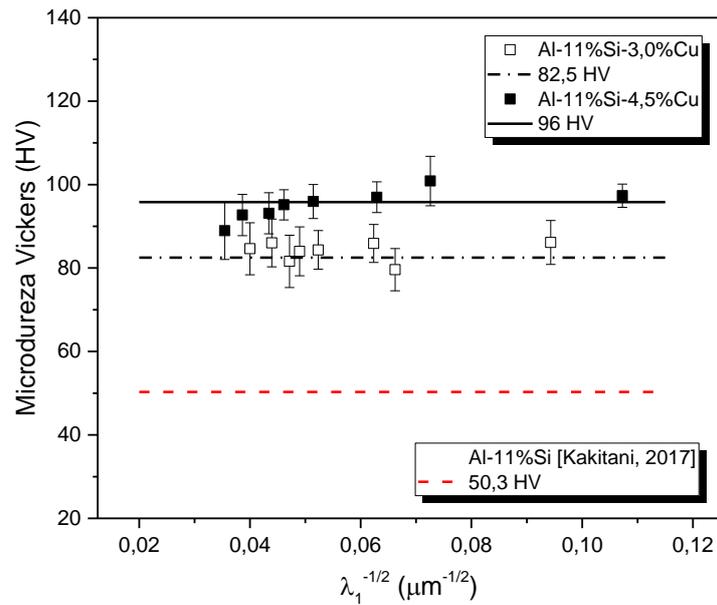


Figura 53 – Evolução da Microdureza Vickers (HV) em função do espaçamento dendrítico primário,  $\lambda_1$  para as ligas ternárias Al-Si-Cu.

## 6 CONCLUSÕES

Deste estudo experimental podem-se tirar as seguintes conclusões:

- As microestruturas de solidificação das amostras das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu se caracterizaram por dendritas ricas em alumínio envoltas dos produtos das reações eutéticas binária, Al-Si, e ternária, Al-Si-Cu.
- As frações de sólido das fases que formam as ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu evoluíram, respectivamente, de 9% para 6% de Al- $\alpha$ , seguido de ~50% para 41% de Si; após isso, um crescimento de 32% e 39% da fração sólida relacionada à fase AlFeSi, antes da reação eutética ocorrer no líquido restante. A fração mássica acumulada de Al- $\alpha$ , com o eutético binário Al-Si resultou em ~60% para a liga Al-11%Si-3,0%Cu e em pouco menos que 50% para a liga contendo 4,5%Cu.
- Ao longo dos lingotes solidificados direcionalmente de ambas as ligas, foi identificada uma grande variação de espaçamentos dendríticos, assim como uma grande variação dos parâmetros térmicos de solidificação: velocidade de avanço da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ) e taxa de resfriamento ( $\dot{T}_L$ ). Com isso foi possível estabelecer relações de crescimento representadas por equações de potência correlacionando os espaçamentos dendríticos primário ( $\lambda_1$ ), secundário ( $\lambda_2$ ) e terciário ( $\lambda_3$ ) e espaçamentos eutéticos ( $\lambda_e$ ) à taxa de resfriamento e à velocidade de avanço da isoterma *liquidus*:

Al-11%Si-3,0%Cu

$$\lambda_1 = 265 \dot{T}_L^{-1/2}$$

$$\lambda_2 = 11 V_L^{-2/3}$$

$$\lambda_3 = 12 \dot{T}_L^{-1/4}$$

Al-11%Si-4,5%Cu

$$\lambda_1 = 500 \dot{T}_L^{-1/2}$$

$$\lambda_2 = 16 V_L^{-2/3}$$

$$\lambda_1 = 17 \dot{T}_L^{-1/4}$$

Onde os espaçamentos microestruturais são dados em  $\mu\text{m}$ , a velocidade de avanço da isoterma *liquidus* em mm/s e a taxa de resfriamento em

°C/s. A análise das equações permite concluir que o aumento de 50% na quantidade de Cu (de 3,0 para 4,5% em peso) está associado ao aumento dos espaçamentos dendríticos primário, secundário e terciário em 88%, 45% e 42%, respectivamente, para um dado valor de taxa ou de velocidade.

- As evoluções experimentais dos espaçamentos de Si ( $\lambda_{Si}$ ) e de Al<sub>2</sub>Cu ( $\lambda_{Al_2Cu}$ ) em função da velocidade de avanço da frente de crescimento do eutético binário ( $V_{EB}$ ) e em função da velocidade de avanço da frente de crescimento do eutético ternário ( $V_{ET}$ ) foram determinadas e equações de potência representando suas respectivas leis de crescimento foram propostas:

Al-11%Si-3,0%Cu

$$\lambda_{Si} = 1,4 V_{EB}^{-1,0}$$

$$\lambda_{Al_2Cu} = 0,60 V_{ET}^{-3/4}$$

Al-11%Si-4,5%Cu

$$\lambda_{Si} = 1,4 V_{EB}^{1,0}$$

$$\lambda_{Al_2Cu} = 0,42 V_{ET}^{-3/4}$$

Onde os espaçamentos são dados em  $\mu\text{m}$  e as velocidades de avanço das frentes eutéticas em mm/s.

- As evoluções experimentais do limite de resistência à tração ( $\sigma_u$ ) e do alongamento específico ( $\delta$ ) demonstraram serem afetadas pelos espaçamentos dendríticos, sendo relacionados ao espaçamento primário ( $\lambda_1$ ) por uma única equação do tipo Hall-Petch para ambas as ligas, Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu:

$$\sigma_u = 1220\lambda_1^{-1/2} + 140$$

$$\delta = 50,4\lambda_1^{-1/2} + 0,2$$

$$\sigma_u = 394\lambda_2^{-1/2} + 108$$

$$\delta = 64\lambda_2^{-1/2} - 6,5$$

Onde o limite de resistência à tração é dado em MPa e o alongamento específico em %.

## 7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Como recomendações para trabalhos futuros que deem sequência à esta pesquisa, são sugeridos os seguintes tópicos de pesquisa:

- Realizar ensaios que avaliem a molhabilidade e a capilaridade das ligas de brasagem Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu, comparando-as entre si e com a liga binária Al-11%Si, no sentido de avaliar a influência dos parâmetros de processo, como superaquecimento, tipo de fluxo, substrato e atmosfera, sobre essas propriedades.
- Produzir juntas brasadas das ligas Al-11%Si-3,0%Cu e Al-11%Si-4,5%Cu sob as mesmas condições, caracterizando a qualidade da união metalúrgica e o perfil microestrutural, a fim de determinar o limite de resistência a tração e o alongamento específico indicados com a resistência dessas juntas por meio da realização de ensaios mecânicos apropriados.



## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] L. G. Gomes *et al.*, The growth of secondary dendritic arms in directionally solidified Al-Si-Cu alloys: A comparative study with binary Al-Si alloys, **Applied Mechanics and Materials**, vol. 719–720, n° January, p. 102–105, 2015.
- [2] T. A. Costa *et al.*, Effect of solution time in T6 heat treatment on microstructure and hardness of a directionally solidified Al-Si-Cu alloy, **Journal of Alloys and Compounds**, vol. 683, p. 485–494, 2016.
- [3] J. R. Davis, Org., Aluminum and Aluminum Alloys: ASM Handbook. ASM, 1993.
- [4] M. V. Cante, Solidificação transitoria, microestrutura e propriedades de ligas Al-Ni, 2009.
- [5] N. Ponweiser e K. W. Richter, New investigation of phase equilibria in the system Al-Cu-Si, **Journal of Alloys and Compounds**, vol. 512, n° 1, p. 252–263, 2012.
- [6] T. A. Costa *et al.*, Growth direction and Si alloying affecting directionally solidified structures of Al–Cu–Si alloys, **Materials Science and Technology**, vol. 31, n° 9, p. 1103–1112, 2015.
- [7] W. R. Osório *et al.*, Macrosegregation and microstructure dendritic array affecting the electrochemical behaviour of ternary Al-Cu-Si alloys, **Electrochimica Acta**, vol. 56, n° 24, p. 8412–8421, 2011.
- [8] W. Kurz e D. J. Fisher, Fundamentals of Solidification, 4th editio. Trans. Tech. Publications Ltd, 1998.
- [9] A. Garcia, Solidificação: Fundamentos e Aplicações. Campinas: Editora da Unicamp, 2001.
- [10] M. C. Flemings, Solidification Processing. New York: McGraw-Hill, 1974.
- [11] R. Kakitani, 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. Dissertação, Universidade Estadual de Campinas, 2017.
- [12] T. Okamoto e K. Kishitake, Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys, **Journal of Crystal Growth**, vol. 29, nº 2, p. 137– 146, 1975.
- [13] D. Bouchard e J. S. Kirkaldy, Prediction of dendrite arm spacings in unsteady-and steady-state heat flow of unidirectionally solidified binary alloys, **Metallurgical and Materials Transactions B**, vol. 28, nº 4, p. 651–663, 1997.
- [14] J. D. Hunt, Cellular and primary dendrite spacings, in *Proceedings of the International Conference on Solidification and Casting of Metals*, 1979, p. 3–9.
- [15] W. Kurz e D. J. Fisher, Dendrite growth at the limit of stability: tip radius and spacing, **Acta Metallurgica**, vol. 29, nº 1, p. 11–20, 1981.
- [16] R. Trivedi, Interdendritic Spacing: Part II. A Comparison of Theory and Experiment, **Metallurgical Transactions A**, vol. 15, nº 6, p. 977–982, 1984.
- [17] J. D. Hunt e S. Z. Lu, Numerical modelling of cellular and dendritic array growth: spacing and structure predictions, **Materials Science and Engineering A**, vol. 173, nº 1–2, p. 79–83, 1993.
- [18] U. Feurer, Influence of alloy composition and solidification conditions on dendrite arm feeding and hot tearing properties of aluminum alloys, in *Proceedings of the Symposium on Quality Control of Engineering Alloys*, 1997, p. 131–145.
- [19] A. Mortensen, On the rate of dendrite arm coarsening, **Metallurgical Transactions**, vol. 22, nº 2, p. 569–574, 1991.
- [20] M. Rappaz e W. J. Boettinger, On dendritic solidification of multicomponent alloys with unequal liquid diffusion coefficients, **Acta Materialia**, vol. 47, nº 11, p. 3205–3219, 1999.

- [21] R. N. Grugel, Secondary and tertiary dendrite arm spacing relationships in directionally solidified Al-Si alloys, **Journal of Materials Science**, vol. 28, n° 3, p. 677–683, 1993.
- [22] F. et al. Sá, The effect of solidification variables on tertiary dendrite arm spacing in unsteady-state directional solidification of Sn–Pb and Al–Cu alloys, **Materials Science and Engineering: A**, vol. 373, n° 1–2, p. 131–138, 2004.
- [23] E. S. et al. Freitas, Growth of tertiary dendritic arms during the transient directional solidification of hypoeutectic Pb–Sb alloys, **Philosophical Magazine**, vol. 91, n° 35, p. 4474–4485, 2011.
- [24] D. M. Rosa, J. E. Spinelli, e A. Garcia, Tertiary dendrite arm spacing during downward transient solidification of Al-Cu and Al-Si alloys, **Materials Letters**, vol. 60, n° 15, p. 1871–1874, 2006.
- [25] M. D. Peres, C. A. Siqueira, e A. Garcia, Macrostructural and microstructural development in Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions, **Journal of Alloys and Compounds**, vol. 381, n° 1–2, p. 168–181, 2004.
- [26] O. L. Rocha, C. A. Siqueira, e A. Garcia, Cellular/dendritic transition during unsteady-state unidirectional solidification of Sn-Pb alloys, **Materials Science and Engineering A**, vol. 347, n° 1–2, p. 59–69, 2003.
- [27] ASM, ASM Handbook Volume 15: Casting. ASM international, 2008.
- [28] J. E. Spinelli, A. Bogno, e H. Henein, Two-Zone Microstructures in Al-18Si Alloy Powders, **Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy And Materials Science**, vol. 49, p. 550–562, 2018.
- [29] R. V. Reyes *et al.*, Tensile properties and related microstructural aspects of hypereutectic Al-Si alloys directionally solidified under different melt superheats and transient heat flow conditions, **Materials Science and Engineering A**, vol. 685, n° October 2016, p. 235–243, 2017.
- [30] A. Darlapudi, M. S, e S. D, The influence of ternary Cu additions on the nucleation of eutectic grains in a hypoeutectic Al-10wt.%Si alloy, **J. Alloys**

- Compd.**, 2015.
- [31] H. Kaya e A. Aker, Aker, A. Effect of alloying elements and growth rates on microstructure and mechanical properties in the directionally solidified Al-Si-X alloys, **J. Alloys Compd.**, 2017.
- [32] C. Morando e O. Fornaro, Morphology and Phase Formation During the Solidification of Al-Cu-Si and Al-Ag-Cu Ternary Eutectic Systems, **Mater. Res.**, 2018.
- [33] P. V. Marques, P. J. Mondenesi, e A. Q. Bracarense, Soldagem: Fundamentos e Tecnologia, 3. ed. Belo Horizonte: UFMG, 2009.
- [34] I. G. Machado, Soldagem e Técnicas Conexas: Processos. Porto Alegre, 1996.
- [35] M. M. Schwartz, Brazing: For the Engineering Technologist. London: Chapman & Hall, 1995.
- [36] E. Gariboldi *et al.*, High temperature behaviour of 46000, 46100, 47100 Al die cast parts, **Metallurgia Italiana**, vol. 108, n° 6, p. 49–52, 2016.
- [37] W. Yu, W. Lu, e N. Li, Microstructures and properties of Al-Cu-Si brazing foils by melt-spun processing, **Advanced Materials Research**, vol. 583, p. 268–271, 2012.
- [38] L. Ceschini *et al.*, Microstructure, tensile and fatigue properties of the Al-10%Si-2%Cu alloy with different Fe and Mn content cast under controlled conditions, **J. Mater. Process. Technol.**, 2009.
- [39] E. Wang *et al.*, Improved mechanical properties in cast Al–Si alloys by combined alloying of Fe and Cu, **Mater. Sci. Eng., A**, 2010.
- [40] M. Okayasu *et al.*, A study of the mechanical properties of an Al–Si–Cu alloy (ADC12) produced by various casting processes, **Mater. Sci. Eng., A**, 2012.
- [41] B. L. Silva, A. Garcia, e J. E. Spinelli, The effects of microstructure and intermetallic phases of directionally solidified Al-Fe alloys on microhardness, **Materials Letters**, vol. 89, p. 291–295, 2012.

- [42] L. F. Gomes, Análise da Microestrutura, Parâmetros Térmicos e de Propriedades Mecânicas na Solidificação Direcional de Ligas Al-Mg-Fe, Universidade Federal de São Carlos, 2017.
- [43] A. S. F. T. A. M. (ASTM), ASTM E8/E8M-11. West Conshohocken, Pennsylvania, p. 27, 2011.
- [44] K. Jackson e J. Hunt, Lamellar and rod eutectic growth, **Trans. Metall. Soc.**, p. 1129–1142, 1966.