

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**Avaliação dos efeitos da microadição de NbB na solidificação da liga de
alumínio 2017**

Argos Soares Silva

**SÃO CARLOS -SP
2022**

Avaliação dos efeitos da microadição de NbB na solidificação da liga de alumínio 2017

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. José Eduardo Spinelli

São Carlos-SP
2022



ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

NOME: Argos Soares Silva

RA: 744367

TÍTULO: Avaliação dos efeitos da microadição de NbB na solidificação da liga de alumínio 2017

ORIENTADOR(A): Prof. Dr. José Eduardo Spinelli

CO-ORIENTADOR(A):

DATA/HORÁRIO: 22/04/2022, 8h

BANCA – NOTAS:

	Monografia	Defesa
Prof. Dr. José Eduardo Spinelli	10,0	10,0
Prof. Dr. Francisco Gil Coury	10,0	10,0
Média	10,0	10,0

Certifico que a defesa de monografia de TCC realizou-se com a participação a distância dos membros Prof. Dr. José Eduardo Spinelli e Prof. Dr. Francisco Gil Coury e depois das arguições e deliberações realizadas, os participantes à distância estão de acordo com as informações redigidas nesta ata de defesa.

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli

DEDICATÓRIA

A minha mãe, pelos valiosos conselhos,

Ao meu pai, pelo exemplo,

A minha família, pelo apoio constante,

Aos meus amigos que fiz durante o curso, pelo companheirismo,

Aos meus professores, pela orientação,

A UFSCar, pela infraestrutura.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus pais, Mário e Fátima, por terem me proporcionado o apoio e condições para que eu pudesse perseguir um nível de educação maior e por sempre me incentivarem e me aconselharem nos caminhos que eu deveria seguir. Se não tivessem sido meus pais, eu não teria sido ninguém.

Agradeço também ao professor José Eduardo Spinelli, pela atenção, compreensão e oportunidade de realização deste trabalho. O que eu aprendi com ele, pretendo carregar pelo resto da vida.

Agradeço aos colegas que fiz no Laboratório de Solidificação- M2PS, que nunca negaram ajuda quando foi solicitada. Agradeço em especial o Guilherme Lisboa, pela constante ajuda durante o desenvolvimento do trabalho, ensinamentos e modelo a seguir.

Agradeço aos meus colegas e grandes amigos que fiz durante a graduação, apoiando uns aos outros quando necessário para seguir em frente. Foram tantas as pessoas que tiveram importância significativa no decorrer da graduação, mas um agradecimento especial é necessário para o Allan Felipe Peterline e o Murilo Butarelli Miuci, as pessoas com quem eu mais convivi e os que eu gostaria de manter contato para sempre.

Por fim, agradeço a UFSCar, por ser o local onde pude não apenas desenvolver esse trabalho, mas também aprender tanto e me desenvolver como pessoa. Espero que essa instituição continue a guiar jovens para um futuro melhor, assim como ela fez para mim.

ΕΠΙΓΡΑΦΕ

“For me, it is far better to grasp the Universe as it really is than to persist in delusion, however satisfying and reassuring.”

— **Carl Sagan**, *The Demon-Haunted World*.

RESUMO

A liga 2017, baseada no sistema Al-Cu, é largamente aplicada na fabricação de peças estruturais nas indústrias aeronáuticas e automobilísticas. Neste trabalho, foi estudada a modificação desta liga através da adição de Nb e B, por meio da utilização de uma liga mãe Al-5%pNb-1%pB. Foram produzidas amostras da liga 2017 e da liga 2017 + NbB com espessuras de 3 mm e 4 mm pela técnica de fundição por centrifugação, conferindo assim taxas elevadas de resfriamento. Os tamanhos médios de grão e os espaçamentos interdendríticos foram mensurados para as ligas com e sem adição do inoculante Nb-B e com 3 mm e 4 mm de espessura. Foram também realizados ensaios de dureza Vickers para cada uma das amostras, relacionando assim as condições microestruturais de tamanho de grão e espaçamento interdendrítico de cada amostra com as suas propriedades mecânicas. Os resultados mostram que as amostras sem adição de NbB apresentaram uma microestrutura composta predominantemente de grãos colunares, enquanto as amostras com adição de NbB apresentaram uma microestrutura composta em grande parte por grãos equiaxiais, havendo também a redução do tamanho médio de grão em mais de 2 vezes. A variação da espessura das amostras não aparentou ter um efeito no tamanho médio de grão. Observou-se que a adição do inoculante Nb-B não aparentou causar uma variação no espaçamento interdendrítico das amostras de mesma espessura, porém o aumento da espessura das amostras causou uma pequena redução no espaçamento interdendrítico. Por sua vez, os resultados dos ensaios de dureza Vickers indicam que a introdução do inoculante NbB provocou o aumento das propriedades mecânicas devido ao seu efeito de refino de grão.

Palavras-chave: Ligas de alumínio. 2017. Refino de grão. Inoculação Nb-B. Microestrutura de solidificação. Espaçamento interdendrítico.

ABSTRACT

The 2017 alloy, based on the Al-Cu system, is widely applied in the manufacture of structural parts in the aeronautical and automobile industries. In this work, the modification of this alloy through the addition of Nb and B was studied, which was done through the use of an Al-5%pNb-1%pB master alloy. Samples of alloy 2017 and alloy 2017 + NbB with thicknesses of 3 mm and 4 mm were produced by the centrifugal casting technique, thus providing high cooling rates. Mean grain sizes and interdendritic spacings were measured for the alloys with and without addition of Nb-B inoculant and with 3 mm and 4 mm thick. Vickers hardness tests were also performed for each of the samples, thus relating the microstructural conditions of grain size and interdendritic spacing of each sample with its mechanical properties. The results show that the samples without the addition of NbB presented a microstructure composed predominantly of columnar grains, while the samples with the addition of NbB presented a microstructure composed largely of equiaxed grains, with a reduction in the average grain size of more than 2 times. The variation in the thickness of the samples did not appear to have an effect on the average grain size. It was observed that the addition of the inoculant Nb-B did not seem to cause a variation in the interdendritic spacing for the samples with the same thickness, however the increase in the thickness of the samples caused a small reduction in the interdendritic spacing. In turn, the results of the Vickers hardness tests indicate that the introduction of the inoculant NbB caused an increase in the mechanical properties due to its grain refining effect.

Keyword: Aluminium alloys. 2017. Grain refining. Nb-B inoculation. Solidification microstructure. Interdendritic spacing.

Sumário

DEDICATÓRIA	ii
AGRADECIMENTOS	iii
EPÍGRAFE	iv
RESUMO	v
ABSTRACT	vi
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
2.1 Alumínio e suas ligas	2
2.1.1 Classificação das ligas de alumínio	3
2.1.2 Ligas Al-Cu (série 2xxx)	4
2.2 Refino de grão	6
2.2.1 Ligas utilizadas para refino de grão	8
2.2.2 Avaliação da efetividade do refinador de grão	9
2.3 Nucleação	12
2.3.1 Crescimento	14
2.4 Estrutura dendrítica	17
2.4.1 Espaçamento interdendrítico	18
3. MATERIAIS E MÉTODOS	20
3.1 Materiais	20
3.2 Métodos	21
3.2.1 Fabricação das amostras	21
3.2.2 Caracterização microestrutural	24
3.2.3 Ensaios de microdureza Vickers	26
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	27
4.1 Caracterização microestrutural	27
4.1.1 Caracterização dos tamanhos de grão	27
4.1.2 Caracterização dos espaçamentos interdendríticos secundários	30
4.3 Microdureza Vickers	32
5. CONCLUSÕES	34
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	35

1 INTRODUÇÃO

A indústria das ligas de Al-Cu é uma das mais importantes indústrias de ligas de alumínio presentes nos dias atuais, juntamente com a indústria de ligas de fundição de Al-Si. Graças às suas elevadas propriedades mecânicas, as quais podem ser controladas através de tratamentos térmicos posteriores, as ligas Al-Cu são comumente aplicadas na produção de diversos componentes para uma variedade de aplicações, como na fabricação de peças estruturais para uso na indústria automotiva e na indústria aeronáutica.

O refino de grão das ligas de alumínio é de extrema importância para a indústria, pois a formação de uma microestrutura composta predominantemente por grãos equiaxiais da fase Al- α promove o aumento da conformabilidade, homogeneidade e processabilidade requeridas por essas ligas para as próximas etapas de trabalho mecânico, assim como promove a melhora das propriedades mecânicas finais do material. O refino de grão de ligas de alumínio é atualmente realizado majoritariamente pela adição de ligas comerciais de Al-Ti-B e Al-Ti. Porém, vários estudos recentes foram realizados com o intuito de explorar o uso de ligas Al-Nb e Al-Nb-B como refinadores de grão para os casos em que o Ti não atua como o melhor refinador, principalmente no emprego de refino de grão para ligas Al-Si.

O presente trabalho teve como objetivo a investigação da eficiência da adição do inoculante Nb-B nas ligas de Al-Cu, focando especificamente na avaliação dos efeitos e eficiência de refino resultante da adição desse inoculante na liga 2017, pois não foram localizados trabalhos científicos nesse sentido na literatura. Essa análise se concentrou no estudo dos efeitos da modificação microestrutural causada pela adição desse inoculante nos tamanhos de grão e espaçamentos interdendríticos secundários da liga 2017. Foram também realizados ensaios de dureza Vickers nas amostras com e sem adição do inoculante para avaliar os efeitos da modificação causada pelo mesmo nas propriedades mecânicas do material.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A seguir, será apresentada a revisão da bibliográfica realizada para esse trabalho, a qual se referiu às ligas de alumínio e suas características, aos mecanismos de nucleação e crescimento de grão e formação de microestruturas das ligas de alumínio, com ênfase nas técnicas e efeitos de refino de grãos.

2.1 Alumínio e suas ligas

As ligas de alumínio são de extrema importância para a indústria aeronáutica e automotiva, utilizadas primariamente na produção de peças estruturais por apresentarem excelentes propriedades mecânicas, como alta resistência mecânica, boa ductibilidade e conformabilidade, baixa densidade e alta resistência específica, permitindo que seu uso seja vantajoso para quaisquer equipamentos de transporte.

As ligas de alumínio também são comumente utilizadas por apresentarem uma alta resistência a corrosão e por ser um produto atóxico, não oferecendo risco de contaminação, permitindo que possam ser empregadas em embalagens de produtos alimentícios e utensílios de cozinha. Outro uso importante das ligas de alumínio é na produção de componentes de linhas de transmissão elétrica, por apresentar uma elevada condutividade elétrica.

A reciclabilidade e a diminuição da quantidade de energia requerida pelo ciclo de vida do alumínio são assuntos que vêm adquirindo cada vez mais importância. Esse aumento do interesse em relação ao impacto ambiental e energético do consumo de energia pela indústria de alumínio vem atraindo cada vez mais atenção para a reciclagem do alumínio, pois a quantidade de energia requerida para produzir o alumínio a partir da redução da bauxita é muito superior quando comparada com a energia necessária para reciclar o alumínio, sendo essa aproximadamente 5% da energia necessária para reduzir o minério.

2.1.1 Classificação das ligas de alumínio

As ligas de alumínio existentes podem ser divididas em dois grupos principais, as ligas de alumínio fundidas e nas ligas de alumínio trabalhadas mecanicamente, sendo essa divisão baseada na maneira como o material será processado após a etapa de fusão. A principal diferença entre esses dois grupos de ligas de alumínio é a quantidade de elementos de ligas que podem ser adicionados no material, sendo que as ligas processadas por fundição apresentam uma maior tolerância para elementos de liga, como por exemplo os altos teores de silício comumente adicionados nessas ligas, o que garante ao alumínio uma maior fluidez e um menor temperatura de fusão (Rooy 1988).

Outra importante diferenciação entre esses dois grupos de ligas é em relação aos seus mecanismos de desenvolvimento de propriedades. As ligas trabalhadas mecanicamente, por não apresentarem um teor tão alto de elementos de liga em sua composição, precisam passar por etapas de forjamento, onde o material é endurecido pelo encruamento ocasionado durante a deformação a uma temperatura abaixo da temperatura de recristalização da liga, o que causa o aumento da densidade de discordâncias no material, assim aumentando a resistência mecânica final da liga.

Já as ligas de fundição são comumente endurecidas por precipitação, onde a liga primeiramente passa por um tratamento térmico de solubilização do soluto, seguido do resfriamento rápido e envelhecimento através do aumento da temperatura, sendo esse material mantido nessa temperatura até que uma segunda fase coerente seja precipitada. Essa fase precipitada irá promover o aumento da resistência do material pelo impedimento do movimento das discordâncias.

As ligas de alumínio trabalhadas a frio são classificadas através dos seus elementos de liga majoritários, sendo sua nomenclatura dada por número determinado por um sistema de quatro dígitos. O primeiro dígito é referente ao elemento de liga majoritário presente na liga, enquanto que o segundo dígito está encarregado da identificação de grupos específicos de ligas e por fim, o terceiro e quarto dígitos são reservados para diferenciar as várias ligas em um determinado grupo (Davis 1993).

Tabela 1: Ligas de alumínio trabalhadas mecanicamente (Davis 1993).

Ligas	Elemento de Liga Majoritário
1XXX	Puro (Mínimo 99% Alumínio)
2XXX	Cobre
3XXX	Manganês
4XXX	Silício
5XXX	Magnésio
6XXX	Magnésio e/ou Silício
7XXX	Zinco
8XXX	Estanho ou Lítio

2.1.2 Ligas Al-Cu (série 2xxx)

As ligas da série 2XXX correspondem às ligas de alumínio que possuem cobre como o principal elemento de liga. Essas ligas apresentam uma facilidade de conformação mecânica, assim como uma usinabilidade e uma boa resistência à corrosão atmosférica (ASM handbook volume 2). Por se tratarem de ligas de alumínio trabalhadas mecanicamente, elas adquirem as suas propriedades através do processamento de forjamento ou através da realização de tratamentos térmicos (Davis 1993). Elas também podem possuir uma certa adição de magnésio e silício, como é o caso para a liga 2025, sendo que essas adições não costumam contribuir para o endurecimento por precipitação.

A liga Al-Cu 2017 foi a primeira liga desenvolvida da série Al-Cu-Mg. Hoje em dia ela é aplicada principalmente para a fabricação de rebites usados em componentes mecânicos de uso geral, peças estruturais aplicadas no setor de construção e de transporte e acessórios para tubulações (Hatch 1984).

Com o emprego de tratamento térmico em ligas de alumínio com o intuito de aumentar a resistência mecânica, outras séries de ligas começaram a utilizar o mesmo princípio. Esses estudos sobre tratamento térmico foram utilizados no desenvolvimento de outras ligas de alumínio, como as ligas 2014 e 2024 (Hatch 1984).

Na Figura 1 é apresentado o diagrama de equilíbrio para as ligas de Al-Cu. A partir desse diagrama é possível observarem-se as fases que são formadas na solidificação para uma liga Al-Cu em função da sua composição química e temperatura em que isso ocorre.

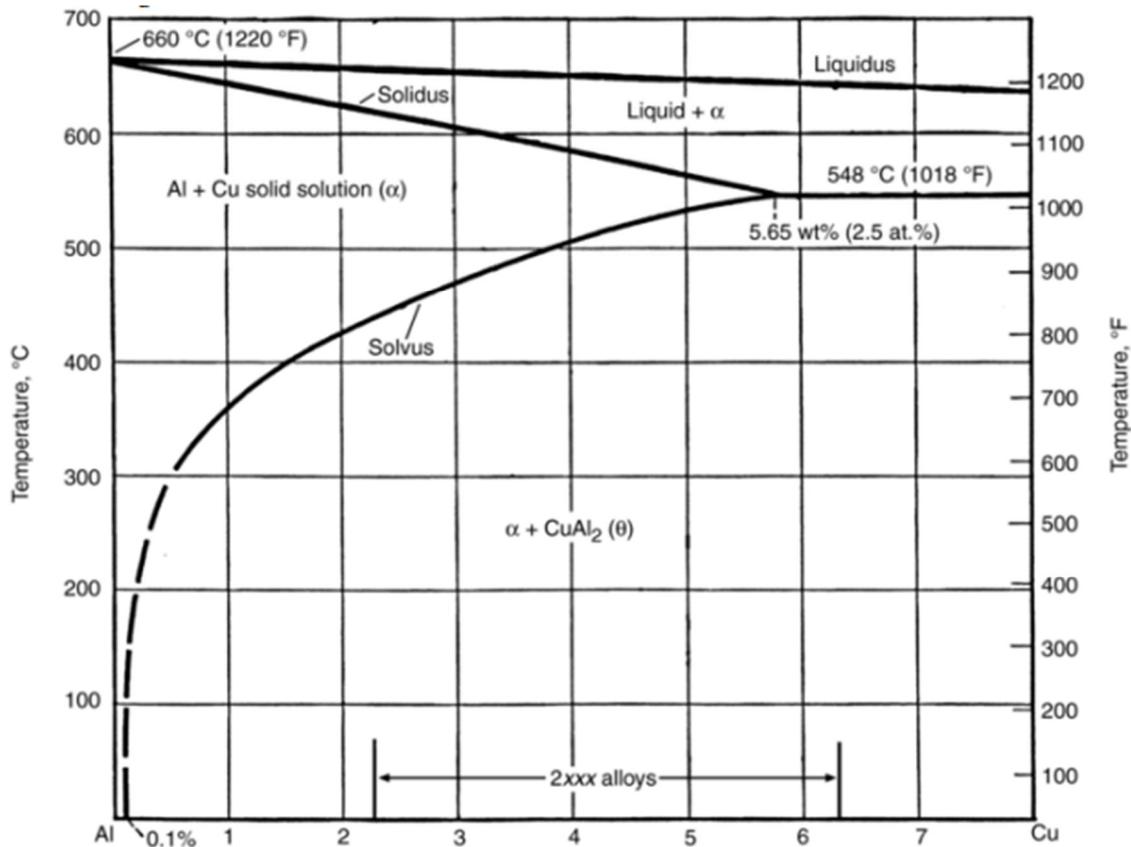


Figura 1: Diagrama parcial de equilíbrio Al-Cu, com composição de até 8 % em peso. (ASM handbook volume 9).

A partir do diagrama de equilíbrio é possível observar que, no equilíbrio, as fases formadas para essa liga binária com uma composição de 4% em massa de cobre, típica para uma liga 2017, são a fase alumínio alfa e a fase Al-Cu theta.

A adição de cobre causa um dos maiores impactos no aumento da resistência mecânica para as ligas de alumínio quando comparado com outros elementos de liga comumente utilizados. Isso faz com que a indústria de ligas de Al-Cu seja uma das mais importantes indústrias de ligas de alumínio presentes hoje em dia, juntamente à indústria de ligas de fundição Al-Si. Devido a suas elevadas propriedades mecânicas, as quais podem ser controladas através de tratamentos térmicos, as ligas Al-Cu são

aplicadas na produção de diversos componentes para uma variedade de aplicações, como peças estruturais para a indústria automotiva e a indústria aeronáutica (Biol 2012).

2.2 Refino de grão

Todos os anos, grandes quantidades de alumínio são processadas de diversas formas, obtendo assim lingotes metálicos no estado sólido. Esses diversos processos utilizados para a fabricação de lingotes de alumínio produzem produtos finais com diversas morfologias de microestruturas, as quais são dependentes das condições de transporte de calor e da composição química do material. As possíveis morfologias de grãos comumente obtidas para o alumínio são a equiaxial e a colunar, podendo também ocorrer a formação de uma mistura das duas (McCartney 1989).

O refino de grão é uma prática de extrema importância para a indústria de ligas de alumínio, pois a formação de uma microestrutura de alumínio fina composta por grãos equiaxiais de Al- α (conforme visto na Figura 2) faz com que o material apresente um aumento da conformabilidade e processabilidade requeridas pelas ligas Al-Cu para as próximas etapas de trabalho mecânico, assim como promove a melhora das propriedades mecânicas finais, apresentando a melhor combinação de resistência e ductibilidade e permitindo que não haja uma perda na sua conformabilidade (Bolzoni 2015). Esse aumento de resistência é causado pelo aumento da área de contornos de grão pela diminuição do tamanho dos grãos, criando uma barreira física para a movimentação e conseqüentemente, propagação das discordâncias e deformação do material.

A forma e tamanho dos grãos obtidos para as ligas de alumínio são influenciadas pela composição química do mesmo, pela taxa de resfriamento aplicada na liga durante a sua solidificação e do quão efetivos são os núcleos de solidificação. O refino de grão das ligas de alumínio atualmente é realizado primariamente através da introdução de ligas comerciais como o Al-Ti e Al-Ti-B, as quais agem como refinadores de grão, na sua composição. Essas ligas comerciais apresentam entre 3% e 10% de titânio, sendo que as que apresentam boro possuem entre 0,2% e 1% (Rooy 1988).

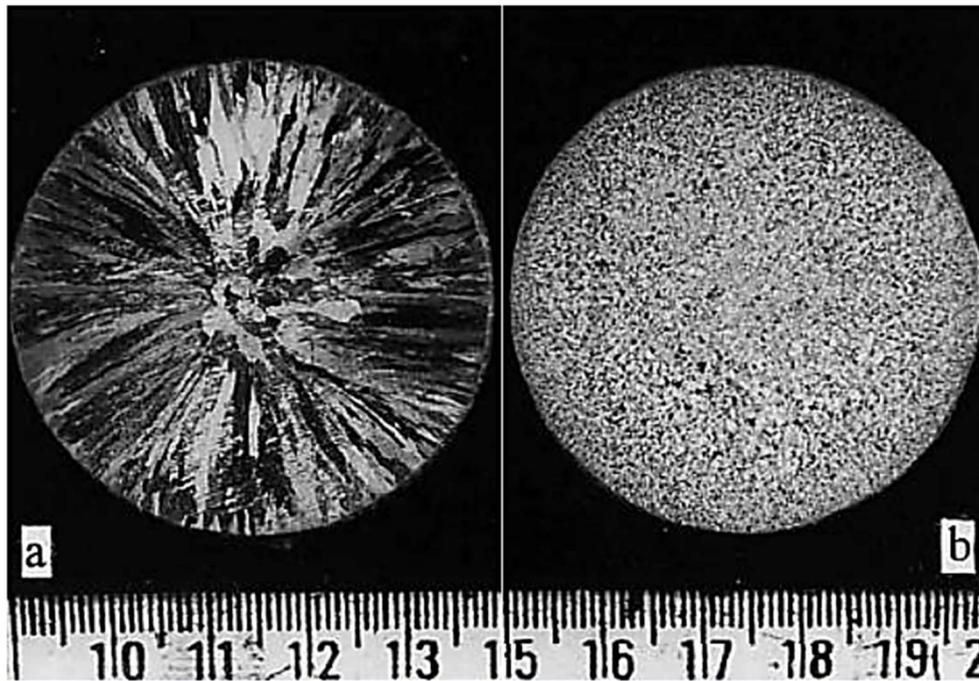


Figura 2: Macrografias de uma liga comercial de alumínio a) sem refinadores de grão e b) refinada com 0,2% Al-5Ti-1B (Murty 2013).

Através da Figura 2 é possível observar o grande efeito que o refinador de grão pode causar na microestrutura das ligas de alumínio, mesmo quando utilizados em pequena quantidade. A adição de apenas 0,2% em massa do refinador Al-5Ti-B causou um efeito drástico de refino de grão da amostra.

Há várias teorias que procuram explicar os mecanismos pelo qual a adição dessas ligas causa o refino da microestrutura final, porém o fundamento científico para esse refino se baseia no fato do titânio e do boro presentes nas ligas adicionadas reagirem entre si, formando cristais de TiB_2 , enquanto o alumínio presente forma partículas intermetálicas de Al_3Ti com o titânio. Essas partículas de TiB_2 formadas após a liga ser adicionada no alumínio líquido atuam como sítios de nucleação de grãos, enquanto a fase Al_3Ti se dissolve no alumínio líquido, permitindo a nucleação e crescimento de grãos da fase α -Al (Nowak 2015).

2.2.1 Ligas utilizadas para refino de grão

Atualmente as ligas comerciais Al-Ti-B e Al-Ti são as mais utilizadas para o refino de grãos de ligas de alumínio. Outras ligas também podem ser utilizadas para realizar a função de refino de grão, como Al-Ti-C, Al-Zn e Al-Cr, porém essas são mais raramente utilizadas, por motivos de custo e minimização da fração de inoculantes (Quested 2004). Recentemente, vários estudos foram realizados com o intuito de explorar o uso de ligas Al-Nb e Al-Nb-B como refinadores de grão, principalmente no emprego de refino de grão para ligas Al-Si.

Mesmo sendo uma das ligas comerciais mais utilizadas para o refino de grão de ligas de alumínio, as ligas Al-Ti-B nem sempre apresentam o efeito de refino de grão desejado, principalmente no caso de ligas de fundição de alumínio que apresentem um considerável teor de silício em sua composição. Essa diminuição no efeito refinador de grão a partir do Ti é consequência da sua alta reatividade quando adicionado nessas ligas de alumínio com altos teores de silício, o que faz com que ele possa se ligar tanto com elementos de liga intersticiais quanto substitucionais. Para o caso das ligas com alto teor de silício, o titânio reage com o silício e forma silicatos de titânio, o que resulta na redução do teor de titânio disponível no metal líquido, reduzindo assim a eficiência do refino de grão (Bolzoni 2015).

Foram desenvolvidas diversas tentativas para solucionar esse problema, como a utilização de uma liga mãe de Al-Ti-B que possua um teor de titânio maior, para garantir com que haja uma quantidade de titânio que não reagiu suficiente para causar um efeito refinador de grão elevado. Outra solução comumente utilizada é a adição de uma quantidade maior da liga mãe Al-Ti-B na liga de alumínio que se pretende refinar. Por fim, uma última solução realizada, nos casos em que seja possível, é a adição de uma liga mãe refinadora de grão que não possua titânio em sua composição, mas sim elementos que sejam menos reativos do que o titânio quando adicionados nessas ligas, como o nióbio e o boro presentes nas ligas Al-Nb e Al-Nb-B, o que faria com o teor de Nb não seja diminuído no metal líquido, como ocorre com o titânio (Bolzoni 2015).

Através da Figura 3 é possível observar claramente que houve uma redução do tamanho médio de grão para a liga Al-12%Si com a adição do inoculante Nb-B, fazendo com que os grãos passassem de um tamanho médio de 1500 μm para 250

μm , mostrando o efeito da adição do inoculante Nb-B como refinador de grão.

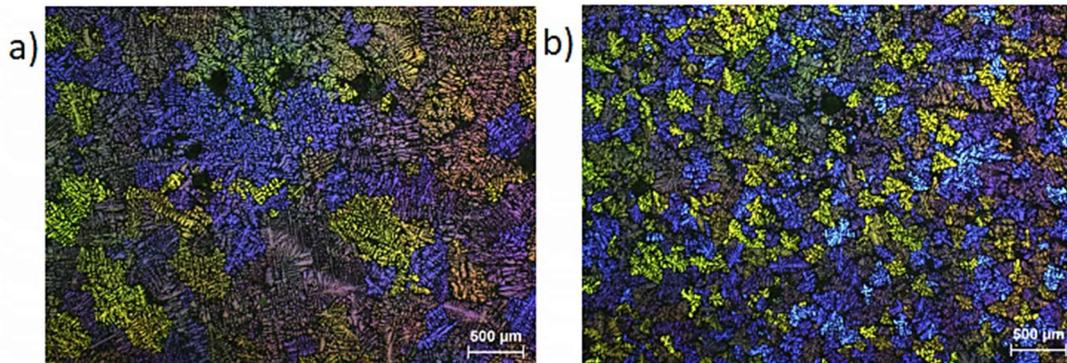


Figura 3: Microestrutura primária da fase $\alpha\text{-Al}$ de uma liga Al-12%Si. a) Sem adição de inoculante; b) Com adição de inoculante Nb-B (Bolzoni 2015).

2.2.2 Avaliação da efetividade do refinador de grão

Para que um inoculante possa fazer o papel de um bom sítio de nucleação durante a solidificação da liga metálica, ele deve possuir as seguintes características:

- 1) Apresentar um ponto de fusão maior do que o ponto de fusão da liga sendo solidificada.
- 2) Ser capaz de iniciar solidificação quando a liga estiver submetida um pequeno super-resfriamento.
- 3) Apresentar um número satisfatório de partículas uniformemente distribuídas na liga sendo solidificada.
- 4) Apresentar partículas maiores do que um tamanho mínimo crítico, o qual será dependente do super-resfriamento imposto no processo.

É necessário um certo tempo, a partir do momento em que o inoculante é adicionado ao material fundido, denominado tempo de contato ideal, até que ele comece a surtir efeito com seu potencial máximo, sendo que isso ocorre quando os grãos formados nos sítios de nucleação no metal líquido atingirem um tamanho mínimo requerido, sendo esse tamanho conhecido como tamanho de grão final. As partículas do inoculante devem atingir o tamanho de grão final para que o processo de refino de grão seja efetivo para evitar com que esses grãos possam crescer muito

durante o processo de solidificação.

Usualmente, quando a liga é mantida no estado fundido por um período de tempo após o tempo de contato ideal, ela tem o seu tamanho de grão aumentado, efeito denominado de “*fading*”. Esse efeito pode ser ocasionado pela dissolução dos sítios de nucleação no metal líquido ou pela movimentação desses sítios de nucleação no metal líquido devido a suas diferenças de densidade. Um inoculante de longa duração não irá apresentar nenhuma ou quase nenhuma queda na sua efetividade em um longo período de tempo, denominado de tempo de espera ou “*holding time*” (Murty 2013).

Um refinador de grão é denominado de ação rápida quando o seu tempo de contato ideal é bem pequeno. Caso o contrário seja verdade, ele é denominado de ação lenta. A Figura 4 mostra ações características de refinadores de grão em função de um patamar associado ao nível de refino aceitável (*acceptance level*).

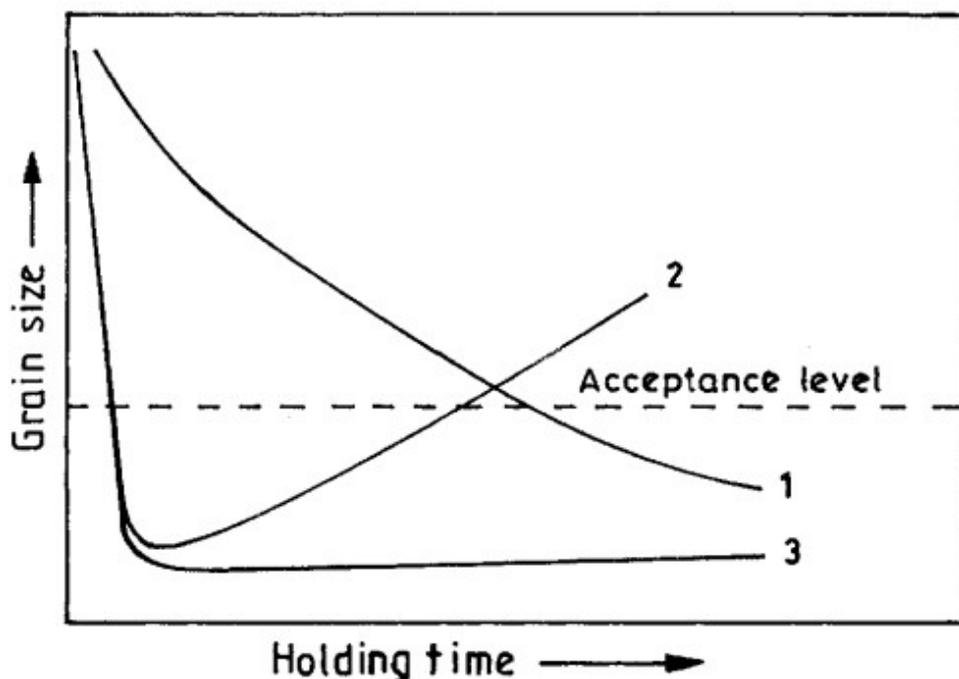


Figura 4: Curva de refino de grão para diferentes tipos de refinadores. 1) Ação lenta; 2) Ação rápida e curta duração; 3) Ação rápida e longa duração (Murty 2013).

Para que um refinador de grão seja considerado ideal ele deve ser de ação rápida, assim como deve fazer efeito por um período longo de tempo, ou seja, não devem apresentar nenhuma ou quase nenhuma queda na sua efetividade conforme

a liga é mantida no estado líquido por um longo tempo de espera, ou “holding time” (Murty 2013).

Jones e Pearson consideraram que, para que o refino do grão seja considerado efetivo, os grãos obtidos na microestrutura de fundição final devem possuir um tamanho médio menor do que um nível de refino aceitável, o qual é considerado pela literatura como sendo $220\ \mu\text{m}$, como pode ser observado na Figura 5 (Jones 1976). Não parece haver nenhuma razão clara para escolher esse tamanho como o nível de aceitação para avaliar o refino de grão, porém parece ser comum utilizar esse valor para determinar a efetividade de um determinado refinador de grão (Murty 2013).

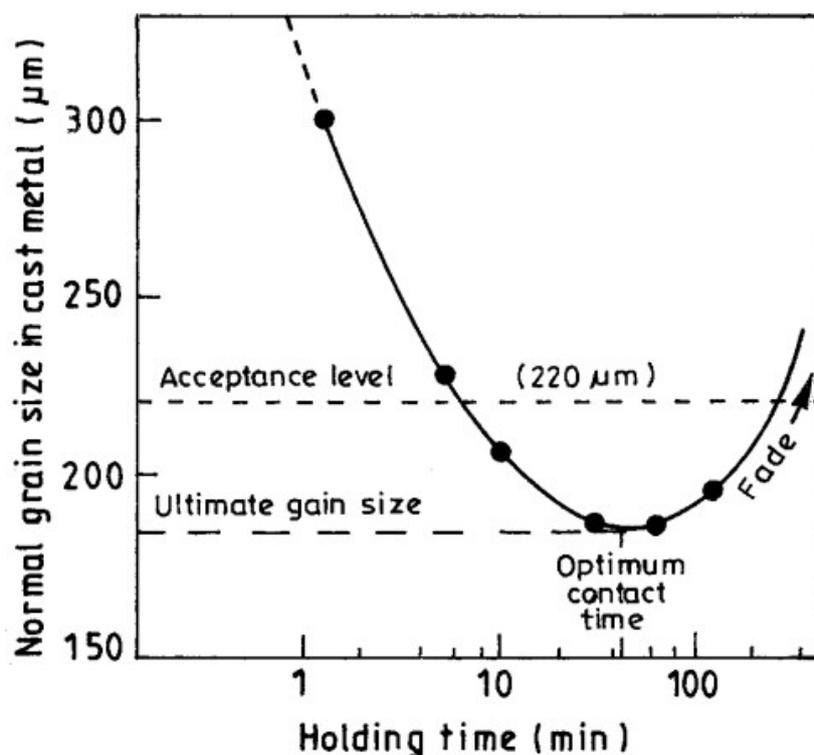


Figura 5: Curva típica de refino de grão, relacionando tamanho médio de grão com tempo de atuação do refinador (Murty 2013).

Portanto, pode-se definir a eficiência do refinador de grão como a sua eficiência em transformar uma microestrutura colunar grosseira em uma microestrutura equiaxial fina. Quando dois refinadores de grão são comparados um com o outro, aquele que apresentar a formação de uma microestrutura com tamanhos de grão menores para um mesmo teor adicionado pode ser considerado o refinador de grão mais eficiente (Murty 2013).

2.3 Nucleação

A cinética de nucleação dos grãos durante a solidificação heterogênea do material está relacionada com as energias de equilíbrio interfaciais entre o material sólido, líquido e as partículas inoculantes (substrato) onde se dá o início da nucleação. A relação entre essas energias pode ser escrita como sendo $\gamma_{lp} = \gamma_{sp} + \gamma_{ls} \cos(\theta)$, onde γ_{lp} representa a energia de interface entre o líquido e as partículas, γ_{sp} representa a energia de interface entre o sólido e as partículas e γ_{ls} representa a energia de interface entre o líquido e o sólido. O ângulo θ representa o ângulo de contato ou ângulo de molhamento do metal líquido com as partículas agindo como núcleos de solidificação, representado na Figura 6.

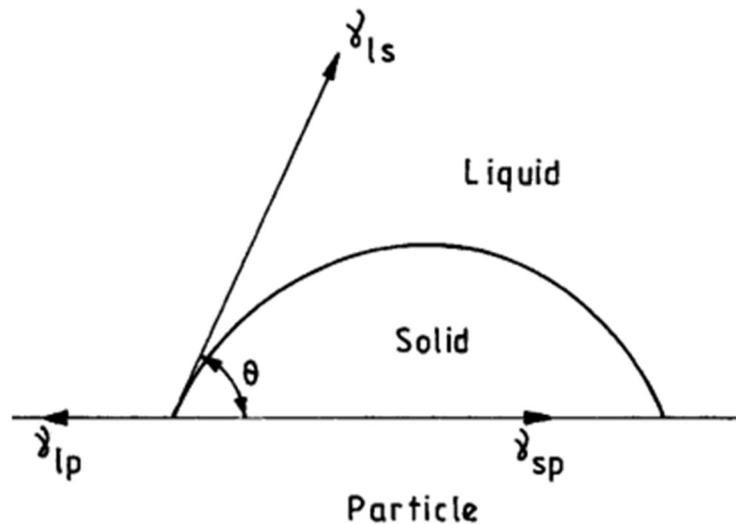


Figura 6: Equilíbrio entre as energias interfaciais na nucleação heterogênea e ângulo θ de molhamento entre o líquido e o sólido (Murty 2013).

O ângulo de molhamento ou contato θ entre o metal líquido e o sólido deve ser o menor possível, pois para que a partícula aja como um inoculante efetivo, ela deve molhar o sólido que está sendo nucleado. Entretanto, a escolha de um inoculante baseado no ângulo de contato é limitada pois, além de haverem discrepâncias entre a forma com a qual o núcleo é formado para um substrato plano e uma partícula de um inoculante e pelo fato do processo de nucleação envolver uma pequena quantidade de átomos em comparação com uma escala macroscópica, o ângulo de contato θ acaba sendo difícil de se medir. Devido ao fato de as energias interfaciais

também serem de difícil quantificação, se torna necessário avaliar a efetividade do inoculante a partir de fatores que afetam diretamente as energias interfaciais entre o líquido, o sólido e as partículas.

O ângulo de contato θ é o menor possível quando as energias interfaciais entre o sólido e a partícula e entre o líquido e o sólido são as menores possíveis, ou a energia interfacial entre o líquido e a partícula é a maior possível. A energia interfacial entre o sólido e a partícula pode ser diminuída caso a estrutura cristalina da partícula e do sólido sejam similares, ou caso a maneira como os átomos se organizam em algum dos planos atômicos dessas duas regiões seja similar. As energias interfaciais entre o líquido e o sólido e entre o líquido e as partículas inoculantes pode ser variada de acordo com os elementos de liga adicionados no alumínio (Murty 2013).

Termodinamicamente, a solidificação está relacionada a duas componentes energéticas principais e como elas se correlacionam: A energia livre de Gibbs relacionada à formação da interface entre o sólido e o líquido e a energia livre de Gibbs relacionada à formação de um volume de material sólido. Quando a soma dessas componentes resulta em um valor negativo, ou seja, a variação da energia livre do sistema é negativa, a solidificação ocorre de maneira espontânea.

A energia livre de Gibbs da formação da interface entre o sólido e o líquido, ou a componente relacionada à área superficial, está ligada a não satisfação de todas as ligações interatômicas que são possíveis para os átomos localizados na fronteira na interface, fazendo com que a sua formação seja não espontânea e conseqüentemente, essa componente de energia livre possua um valor positivo.

Já a componente volumétrica se relaciona à variação da energia conforme ocorre a transformação da fase líquida para a fase sólida. Conforme a temperatura da liga diminui, a energia livre da fase sólida diminui em relação a energia livre da fase líquida, sendo que no ponto onde as duas condições possuem a mesma energia livre, os dois estados se encontram em coexistência. Esse ponto de mesma energia livre e coexistência de ambas as fases é denominado ponto de fusão.

É possível observar através da Figura 7 que, como a componente de energia superficial é positiva, devido ao aumento da energia livre do sistema relacionada à interface durante a solidificação, o material irá se solidificar caso a energia livre do sistema relacionada à mudança do estado físico da fase líquida diminua o suficiente, sendo essa variação da energia do sistema uma função da temperatura. A

solidificação do material irá, então, se iniciar através da criação de núcleos estáveis ou grãos, seguido do crescimento desses núcleos (Garcia 2007).

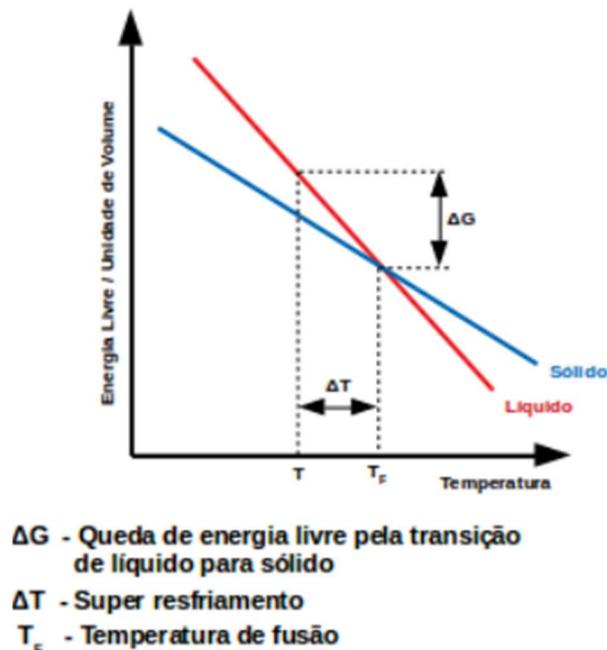


Figura 7: Variação da energia livre do volume nos estados sólido e líquido em função da temperatura.

2.3.1 Crescimento

O crescimento da interface sólido/líquido formada entre o núcleo sólido e o material líquido é dependente da ligação dos átomos presentes nessa fase líquida com os átomos da interface sólido/líquido. Quando a solidificação é realizada fora do equilíbrio, como nos casos em que o material é solidificado muito rapidamente, ou seja, a velocidade de avanço da interface sólido/líquido é muito alta, a região na frente dessa interface acaba se tornando muito rica em soluto (Garcia 2007).

A restrição do crescimento de grão pode ser quantificada através da taxa inicial de super-resfriamento constitucional, sendo que esse fator pode ser utilizado como uma medição do quão efetivo é um refinador de grão em uma certa liga de alumínio. É conhecido que o titânio possui um forte efeito de restrição do crescimento de grãos

para as ligas de alumínio, sendo esse mais eficaz do que elementos como o cobre ou o silício (Li 2021).

Quando o líquido presente na frente de solidificação apresenta uma temperatura igual ou inferior à temperatura *liquidus* que o material apresenta com dado teor de soluto, há o avanço da frente de solidificação. Para o avanço da interface sólido/líquido, os fatores de maior influência são a composição química do material (C_0), a velocidade de avanço da interface (V em mm/s), o gradiente de composição na frente de solidificação e o perfil da temperatura *liquidus* (T_L) obtido com C_0 e V , a energia do processo exotérmico de solidificação, a taxa de extração de calor do material líquido (\dot{T} em K/s) e o gradiente térmico na frente de solidificação (G_L em K/mm) (Garcia 2007).

Durante a solidificação de metais não puros, a interface sólido/líquido relacionada a uma liga monofásica continua avançando em uma direção perpendicular ao fluxo de calor e pode assumir algumas configurações distintas, sendo essas morfologias classificadas como: planar, celular, dendrítica e equiaxial, conforme é pode ser visto na Figura 8.

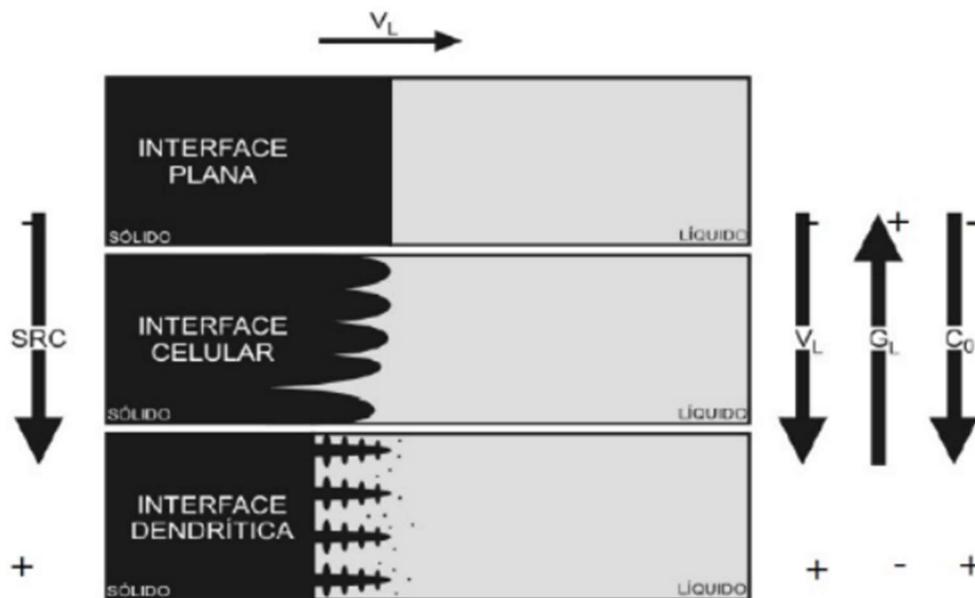


Figura 8: Esquema do efeito dos fatores na formação das estruturas de solidificação: (SRC) grau de super-resfriamento, (G_L) gradiente térmico na frente de solidificação, (V_L) velocidade de avanço da interface, (C_0) concentração de soluto (Garcia 2007).

A Figura 8 nos permite observar como os fatores de maior influência para o avanço da interface sólido/líquido irão afetar a morfologia da frente de solidificação.

A primeira configuração, a interface plana, é formada no material em duas condições diferentes, porém gerando a mesma morfologia. A primeira situação em que essa configuração é formada no material é quando a velocidade do avanço da interface de solidificação está abaixo de uma velocidade crítica (V_{crit}). A segunda situação é quando a evolução da interface ocorre a uma velocidade acima de uma outra velocidade crítica, sendo essa segunda a velocidade denominada velocidade absoluta (V_A).

Nessa condição, a temperatura do líquido na frente de solidificação é maior do que a temperatura *liquidus* do material, fazendo com que as protuberâncias sólidas formadas nessa superfície sejam desfeitas, já que esse sólido permaneceria a uma temperatura maior do que a sua temperatura de fusão e portanto, fundiria (Garcia 2007).

A configuração de interface sólido/líquido que forma a estrutura celular ocorre quando essa interface está em uma condição de super-resfriamento constitucional, fazendo com que o processo seja exotérmico e libere energia térmica. Essa liberação de energia irá diminuir o super-resfriamento imposto no material durante a solidificação, permitindo com que as protuberâncias sólidas formadas na superfície de solidificação sejam formadas em regiões a temperaturas abaixo da temperatura de *liquidus* do material, permitindo com que elas se estabilizem e cresçam. Conforme essa protuberância cresce, há a rejeição do soluto para a frente da ponta formada, assim como para as direções radiais dessa ponta, permitindo com que as pontas formadas sejam estabilizadas pela maior concentração de soluto nessa região quando comparado com o resto do material ainda líquido (Garcia 2007).

Por fim, a configuração de estrutura de solidificação dendrítica é formada caso o gradiente de temperatura (G_L) seja baixo, enquanto a velocidade de avanço da interface (V_L) seja alta. Esses fatores irão fazer com que o efeito do super-resfriamento imposto no material durante a solidificação, assim como o tamanho da região em que esse super-resfriamento irá atuar, sejam elevados, dando origem a estrutura dendrítica (Garcia 2007).

2.4 Estrutura dendrítica

Juntamente dos contornos de grão, outra estrutura que é comumente observada nas microestruturas de ligas de alumínio são as dendritas. A presença dessa estrutura dendrítica é de extrema importância para engenharia de materiais, pois essa configuração é observada para uma multitude de materiais e causam grande influência nas propriedades desses materiais, principalmente nas propriedades mecânicas (Gündüz 2002).

O crescimento das estruturas celulares regulares acontece a velocidades mais baixas, em uma direção perpendicular à interface sólido/líquido e em uma direção paralela em sentido contrário à direção em que o calor está sendo extraído do material, independentemente da orientação cristalográfica das estruturas cristalinas do sólido sendo formado. Já para o caso das estruturas dendríticas, a direção cristalográfica do sólido sendo formado é um fator de extrema importância, tornando-se mandatório o crescimento da estrutura de acordo com essas direções, fazendo com que as dendritas possam crescer em direções diferentes da paralela à direção de extração de calor. O fato de o crescimento da estrutura ser dependente da orientação cristalográfica causa um efeito na forma da seção transversal da dendrita, alterando a sua morfologia de uma circular para uma morfologia em forma de cruz de malta nas regiões em que o crescimento da estrutura passa de celular para dendrítico.

A Figura 9 apresenta como ocorre o crescimento da fase sólida durante a solidificação e a morfologia da interface de solidificação varia de celular para dendrítico com a variação da velocidade de avanço da interface de solidificação.

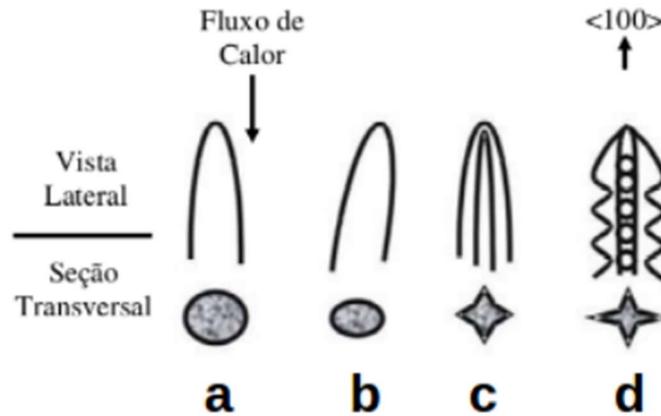


Figura 9: Morfologias de crescimento da dendrita variando com o aumento da velocidade de avanço da interface (V). a) Crescimento celular em baixas velocidades; b) Crescimento celular com variação de direção de crescimento; c) Crescimento transitório entre celular e dendrítico; d) Crescimento dendrítico com instabilidades laterais (adaptado Garcia 2007).

A variação da velocidade com a qual a interface se locomove (V) causa a formação de protuberâncias nas regiões laterais da estrutura, sendo essas protuberâncias denominadas de ramificações ou braços secundários. Essas ramificações surgem em direções perpendiculares à direção de crescimento da estrutura de onde se originam. O crescimento desses braços, os quais também tem sua orientação de crescimento determinada pela orientação cristalográfica do sólido, gera a estrutura de solidificação dendrítica.

2.4.1 Espaçamento interdendrítico

Os efeitos da condição de solidificação e dessa configuração estrutural formada durante a solidificação são determinados através da medição dos espaçamentos interdendríticos, os quais são divididos em espaçamentos primários (λ_1), secundários (λ_2) e terciários (λ_3) (Gündüz 2002).

O espaçamento interdendrítico, ou seja, a distância entre cada braço dendrítico ou ramificação do material é um outro parâmetro que afeta a morfologia da microestrutura e conseqüentemente, as propriedades mecânicas de ligas de alumínio fundidas. Para microestruturas que apresentam um tamanho de grão grande e

bastante superior ao seu espaçamento interdendrítico, os grãos são considerados dendríticos, enquanto para microestruturas que apresentam grãos apenas ligeiramente maiores do que o espaçamento interdendrítico tendem a apresentar uma morfologia celular de grão.

Há também os casos em que a microestrutura observada apresenta grãos esféricos, podendo não haver a presença de dendritas. Os parâmetros de tamanho médio de grão, espaçamento interdendrítico e a morfologia dos grãos presentes na microestrutura do material irão afetar tanto a suas propriedades de resistência mecânica quanto a sua conformabilidade, especialmente as suas propriedades à quente (Easton 2010).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Neste trabalho foram produzidas peças metálicas da liga 2017, pertencentes à série 2XXX de ligas de alumínio trabalhadas mecanicamente, sendo a sua composição química média apresentada na Tabela 2.

Tabela 2: Composição química da liga 2017, com os valores dados em percentual de massa.

Elementos	Al	Cu	Ti	Si	Fe	Mn	Mg	Cr
Composição	93,75	4	0,1	0,4	0,35	0,7	0,6	0,1

Para esse trabalho, foram também produzidas peças metálicas da mesma liga 2017, porém com uma adição de NbB. A adição desses elementos foi realizada através da introdução de uma liga mãe de Nb-B, cuja composição é apresentada na Tabela 3, na liga 2017 enquanto essa estava no estado líquido. A composição final obtida para a liga de 2017 com NbB é apresentada na Tabela 4.

Tabela 3: Composição química da liga mãe de Nb-B utilizada, com os valores dados em percentual de massa.

Elementos	Al	Ti	Si	Fe	Nb	B
Composição	93,593	0,107	0,10	0,10	5,10	1,00

Ambas as ligas foram primeiramente produzidas em um forno de indução Inductotherm, modelo VIP Power-Trak, com fonte de potência de 50 kW e frequência de 3,2 kHz. Os lingotes obtidos foram submetidos à fundição por centrifugação, no sentido de estudar as microestruturas obtidas por solidificação rápida das ligas 2017 e 2017-NbB.

Tabela 4: Composição química da liga 2017 com adição de NbB, com os valores dados em percentual de massa.

Elementos	Al	Cu	Ti	Si	Fe	Mn	Mg	Cr	Nb	B
Composição	93,74	3,60	0,10	0,37	0,33	0,63	0,54	0,09	0,51	0,10

3.2 Métodos

A seguir são apresentadas as atividades práticas realizadas durante a realização do trabalho, as quais consistiram na produção das amostras analisadas, metalografia específica com o intuito de obter as imagens microestruturais das mesmas, determinação dos tamanhos médios de grão e dos espaçamentos interdendríticos obtidos para cada condição, assim como os valores de microdureza Vickers, para que as propriedades mecânicas das amostras pudessem ser comparadas. Foram produzidas amostras para quatro condições diferentes, variando entre elas a espessura da amostra (3 mm e 4 mm) e a composição do material: liga 2017 com e sem adição do inoculante NbB.

3.2.1 Fabricação das amostras

As etapas experimentais do trabalho iniciaram-se com a preparação das pré-ligas de composições a serem estudadas, as quais foram fundidas em um cadinho revestido com óxido de zircônio com o uso do forno de indução Inductotherm Power-Trak. Foi realizada a fusão de aproximadamente 300 g da liga 2017 sem a adição de NbB. Em seguida, foi realizada a fusão de aproximadamente 320 g da liga 2017 com adição de NbB, sendo que primeiramente foi fundido 289 g da liga 2017, seguido da adição de aproximadamente 31 g da liga mãe de Nb-B no metal banho de metal líquido.

Ambas as pré-ligas passaram por um processo de desgaseificação por 2 minutos antes de serem vertidas, para evitar que houvessem gases presos dentro do material durante a solidificação. Esse processo de desgaseificação foi realizado

através da introdução de um gás inerte no metal líquido, sendo utilizado nesse caso, o argônio. Esse gás argônio formou bolhas dentro do metal líquido, as quais capturaram gases como o hidrogênio presos dentro do banho de metal líquido e os arrastam para a superfície, removendo-os do metal fundido.

Após preparadas as pré-ligas, elas foram utilizadas para a produção das amostras metálicas utilizadas nesse trabalho, produzidas com o uso do forno de centrifugação Linn High Therm, modelo Titancast 700 VAC, com fonte de potência de 7 kW e frequência de 800 kHz. Para isso, as amostras foram primeiramente cortadas em tamanhos adequados para preencherem o molde e tiveram suas superfícies escovadas.

O equipamento de centrifugação foi utilizado para produzir quatro peças diferentes, variando a espessura do molde e a composição da liga. As espessuras utilizadas foram de 3 mm e 4 mm. Para as amostras com espessura de 3 mm, foram cortados 26 g de material, enquanto que, para as amostras com 4 mm de espessura, foram cortados 31 g de material.

A Figura 10 a seguir representa um esquema do funcionamento do equipamento de centrifugação utilizado na fabricação das amostras utilizadas nesse trabalho.

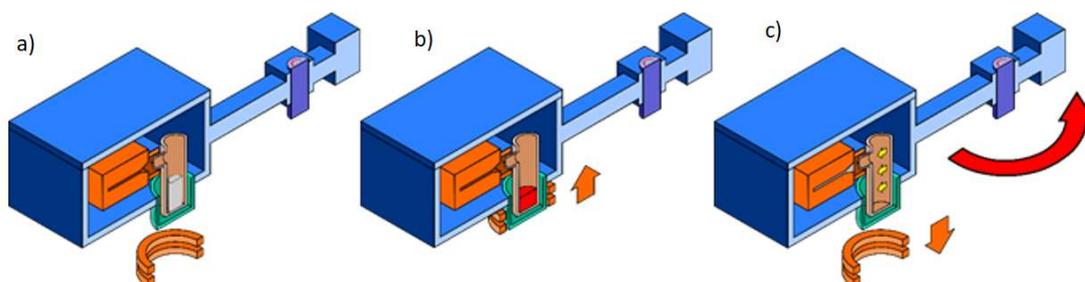


Figura 10: Esquema do equipamento de fundição centrífuga utilizado para produzir as amostras. a) Equipamento estacionário; b) Etapa de fusão; c) etapa de rotação (Gouveia 2021).

Primeiramente, foi criado um vácuo na câmara de atmosfera controlada, a fim de remover totalmente o ar e oxigênio da atmosfera durante o processo de fusão da liga, evitando, assim, com que ela sofra oxidação e forme uma camada de óxido

durante a sua fusão, o que iria prejudicar a amostra solidificada devido à presença de óxidos retidos em sua microestrutura. Em seguida, essa câmara foi preenchida com um gás neutro e nesse caso, foi utilizado o gás argônio. Esse processo de criação de vácuo e preenchimento com gás argônio foi realizado três vezes para garantir que houvesse a menor quantidade possível de oxigênio ainda dentro da câmara.

Após feito o processo de remoção do oxigênio da câmara atmosférica e preenchimento com gás argônio, foi iniciado o processo de fundição da liga, o qual foi realizado através do uso de um aquecedor por indução, constituído de uma bobina presente no equipamento. Essa bobina foi elevada até a posição onde se encontra a liga a ser fundida, a qual foi levada a até uma temperatura de 800 °C.

Logo após finalizado o processo de fundição da liga, o sistema de aquecimento foi desativado e a bobina foi abaixada. Em seguida o sistema de rotação foi acionado, levando o equipamento a rotacionar por 1 minuto a 400 rpm. Essa rotação permitiu com que o metal líquido entrasse dentro da câmara do molde de cobre, posicionada horizontalmente, o qual é responsável pela extração de calor do metal líquido. Dentro desse molde, a liga foi rapidamente solidificada, produzindo os corpos de prova utilizados nesse trabalho, como o apresentado pela Figura 11.



Figura 11: Chapa da liga 2017 produzida por meio da utilização do forno de centrifugação.

3.2.2 Caracterização microestrutural

As amostras produzidas foram então preparadas e caracterizadas microestruturalmente através da associação entre técnicas metalográficas, métodos de medição microestrutural e microscopia ótica.

3.2.2.1 Preparação metalográfica

A preparação das amostras se iniciou pelo corte de diferentes regiões das peças produzidas por centrifugação. Os cortes foram realizados na direção transversal da peça. As regiões cortadas foram então embutidas em resina de poliéster e lixadas com lixas d'água de granulometria 320#, 400#, 600#, 1200#, 2000# e 5000#. As amostras utilizadas para a análise do tamanho médio de grão foram apenas lixadas até a lixa de granulometria 5000# e foram atacadas quimicamente com a solução de Keller (HF 1%; HCl 1,5%; HNO₃ 2,5%) por aproximadamente 30 segundos. As amostras utilizadas para análise do espaçamento interdendrítico passaram pelo polimento com pasta de diamante 1/4 µm e foram atacadas com uma solução de HF (3%) por aproximadamente 15 segundos.

3.2.2.2 Microscopia ótica para determinação dos parâmetros microestruturais

Para a realização da microscopia das amostras nesse trabalho foi utilizado um microscópio ótico Olympus BX14 M-LED. As imagens utilizadas foram capturadas por uma câmera de microscópio Infinity 1. Essa análise teve dois objetivos principais, sendo eles a medição do tamanho médio de grão das amostras obtidas da liga 2017 e da liga 2017-NbB, a fim de estudar os efeitos da adição do inoculante NbB no refino de grão dessa liga. O segundo objetivo da análise de microscopia foi a medição dos espaçamentos interdendríticos secundários, também com o intuito de avaliar o efeito da adição de NbB nessa característica. Ambas as análises foram realizadas com o auxílio do software Image J.

O tamanho médio de grão das amostras foi obtido a partir do procedimento de

interceptação linear, de acordo com a norma ASTM E112-13. Essa norma diz que o tamanho médio de grão de uma dada microestrutura pode ser obtido ao se traçar uma linha reta na imagem de microscopia obtida e contar o número de grãos que são interceptados por essa linha. Grãos que são totalmente interceptados são contados como um grão, enquanto grãos que a linha não intercepta totalmente são contados como meio grão. Após obtidos os dados de número de grãos e comprimento da linha de teste, o valor do tamanho médio de grão será determinado pelo comprimento da linha de teste dividido pelo número de grãos que a intercepta (ASTM E112-13). Foram realizadas 5 medições de tamanho de grão pelo método da interceptação linear por amostra.

O procedimento de determinação do espaçamento interdendrítico secundário (λ_2) foi realizado através do método de interceptação, o qual consiste na determinação da distância média entre os braços dendríticos através da medição de uma linha de teste em um devido segmento e do número de ramificações sendo interceptados pela linha de teste, conforme a equação 3.1 apresentada a seguir, onde o termo N corresponde ao comprimento da linha de teste e n corresponde ao número de ramificações, como pode ser observado na Figura 12.

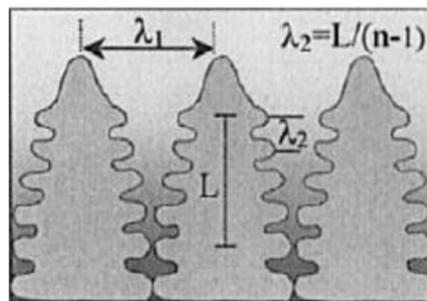


Figura 12: Esquema do método da interceptação para medição dos espaçamentos interdendríticos secundários (Gündüz 2002).

$$\lambda_2 = \frac{N}{(n-1)} \quad (\text{eq. 3.1})$$

Foram realizadas 30 medições pelo método de interceptação por amostra para obter um valor de espaçamento médio. Vale lembrar também que a formação do segmento N tem o seu início e fim no centro dos braços dendríticos.

Foram realizadas medições apenas para os espaçamentos dendríticos secundários, pois o número de estruturas dendríticas primárias observadas nas imagens obtidas foi pequeno quando comparado com o número de dendritas secundárias observadas, não permitindo assim com que fossem calculados os valores de espaçamento dendrítico primário médio para cada amostra.

3.2.3 Ensaio de microdureza Vickers

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados com o uso do microdurômetro Shimadzu HVM-G. Para a realização desses ensaios foram utilizados uma carga de 2 kgf e um tempo de endentação de 15 segundos. Foram realizadas 7 endentações por amostra, a fim de determinar um valor médio de dureza para cada condição.

A obtenção dos valores de dureza deu-se de acordo com a norma ASTM E92-17, que trata de métodos de ensaio para dureza Vickers. Como o equipamento que foi utilizado é automático, não foi necessária a realização do cálculo de dureza pela fórmula. Entretanto, vale lembrar que o valor de dureza Vickers é dado pela equação 3.2, para tempos de endentação de 10 a 15 segundos.

$$HV = 1,8544 \frac{F}{d_v^2} \quad (\text{eq. 3.2})$$

A variável F representa a carga utilizada para o ensaio, em kgf, enquanto a variável d_v representa a média do comprimento das duas diagonais da endentação, em mm, observadas na Figura 13.

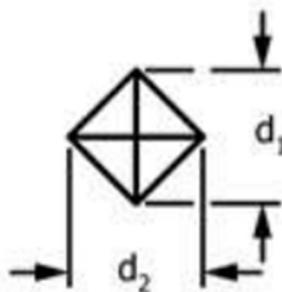


Figura 13: Endentação do ensaio Vickers, com as duas diagonais (d_1 e d_2) que são usadas para conseguir o valor da diagonal média (d_v) (ASTM E92-17).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir serão apresentados os resultados obtidos durante os procedimentos experimentais realizados nesse trabalho, os quais foram discutidos anteriormente. Serão apresentados os resultados da microscopia ótica, as imagens obtidas, avaliação e quantificação dos tamanhos médios de grão e espaçamentos interdendríticos secundários, assim como os resultados dos ensaios de dureza Vickers.

4.1 Caracterização microestrutural

Os resultados obtidos pela microscopia ótica foram utilizados nas análises do tamanho médio de grão e do espaçamento interdendrítico das amostras da liga 2017 e da liga 2017 + NbB, com espessuras de 3 mm e 4 mm.

4.1.1 Caracterização dos tamanhos de grão

A Figura 14 apresenta algumas imagens típicas das microestruturas obtidas para as ligas 2017 e 2017 + NbB. A partir da imagem da microestrutura da liga 2017 não modificada, é possível observar que essa liga apresentou uma estrutura predominantemente colunar. Já a imagem de microestrutura da liga 2017 com adição de NbB apresentou uma estrutura composta predominantemente de grãos equiaxiais com tendência esférica. Ambas as imagens foram obtidas nas regiões centrais das amostras.

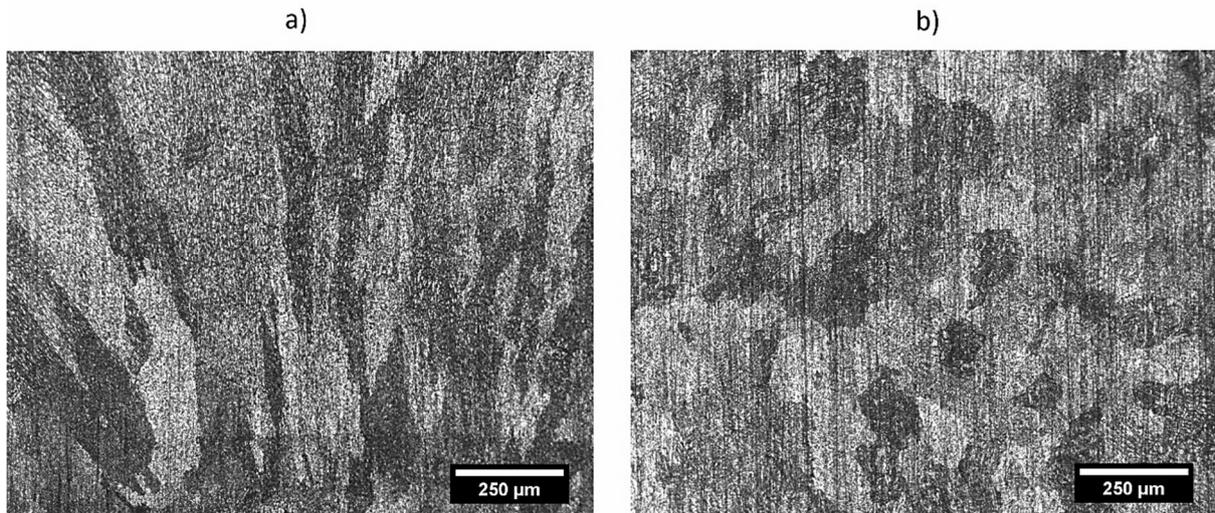


Figura 14: a) Microestrutura da liga 2017 com 3 mm de espessura; b) Microestrutura da liga 2017 + NbB com 3 mm de espessura, ambas obtidas em amostras produzidas por centrifugação.

A adição do inoculante NbB na liga 2017 promoveu alteração da morfologia caracterizada por grãos alongados para uma morfologia de grãos equiaxiais não alongados. Essa transição de grãos colunares para grãos equiaxiais dá-se graças ao aumento da taxa de nucleação da liga inoculada durante a solidificação.

O crescimento dos grãos equiaxiais é dependente da fração de cristais equiaxiais que são formados conforme há o avanço da frente de solidificação, o que faz com que o aumento do número de sítios de nucleação facilite a transição de grãos colunares para grãos equiaxiais (Hunt 1984). A presença do inoculante promove a formação de um maior número de sítios de nucleação, promovendo assim a formação de uma microestrutura formada por grãos equiaxiais, principalmente no caso de altas taxas de resfriamento, como as que são tipificadas na solidificação por centrifugação.

Através da Figura 15 observa-se também que houve um efeito similar de refino de grão nas amostras fabricadas por centrifugação com espessura de 4 mm. As amostras com espessura de 4 mm apresentaram grãos levemente maiores quando comparados com os grãos observados para as amostras com espessura de 3 mm, porém o efeito da redução da espessura da amostra no tamanho de grão não parece ter sido muito expressivo.

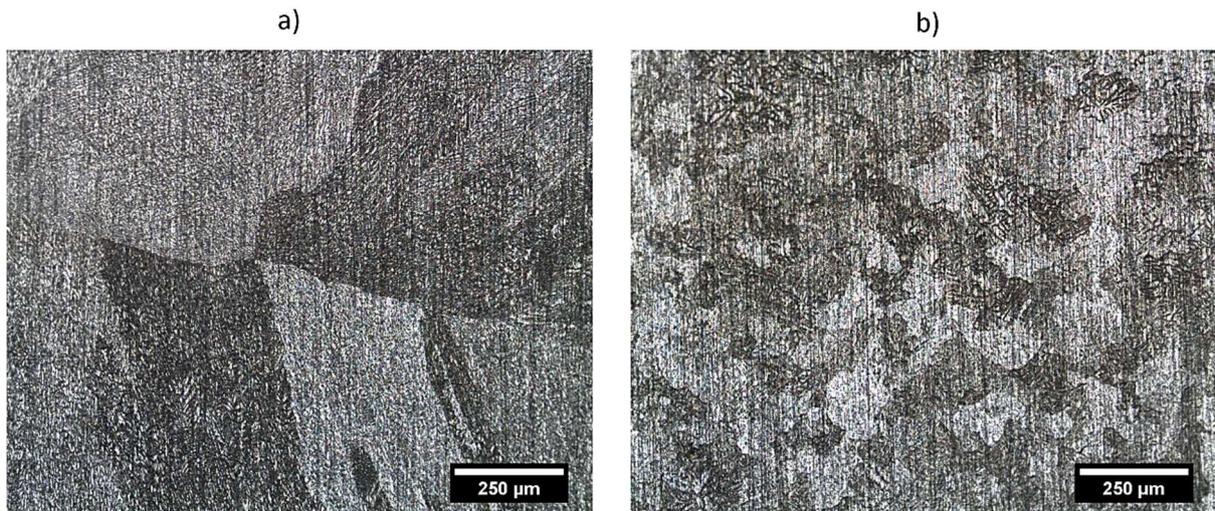


Figura 15: a) Microestrutura da liga 2017 com 4 mm de espessura; b) Microestrutura da liga 2017 + NbB com 4 mm de espessura, ambas obtidas em amostras produzidas por centrifugação.

A Tabela 5 apresenta os valores de tamanho médio de grão das amostras da liga 2017 e liga 2017 + NbB, para as espessuras 3 mm e 4 mm. É possível observar que houve uma redução do tamanho médio de grão de um pouco mais de 2 vezes para a liga 2017 com a adição do inoculante Nb-B. Porém, a variação da espessura da amostra não aparentou causar um efeito muito grande no refino de grão, sendo que os valores de tamanho de grão para a liga 2017 e 2017 + Nb com 3 mm de espessura foram bastante similares aos valores de tamanho de grão para as mesmas ligas com 4 mm de espessura.

Tabela 5: Tamanho médio de grão das ligas 2017 e 2017 + NbB com 3 mm e 4 mm de espessura processadas por centrifugação.

Liga	Tamanho médio de grão (μm)	Desvio padrão (μm)
2017 3 mm	290,39	29,96
2017 4 mm	292,95	23,04
2017+NbB 3 mm	126,97	6,65
2017+NbB 4 mm	136,19	13,00

As microestruturas das ligas estudadas nos mostram que a variação do

tamanho médio de grão dessas ligas, quando fabricadas por um processo de solidificação rápida como a solidificação por centrifugação, está diretamente relacionada com a composição da liga e com a adição de inoculantes, porém os valores de tamanho médio de grão não foram alterados pela variação da espessura das amostras.

Como foi discutido anteriormente, para que um inoculante possa ser considerado efetivo ele deve produzir uma microestrutura que apresente tamanho médio de grãos menor do que o nível de refino aceitável, o qual é comumente utilizado como sendo 220 μm . As microestruturas das ligas 2017 + NbB apresentaram uma redução dos tamanhos médios de grão da ordem de 290 μm para 130 μm , indicando assim que houve um refino de grão provocado pela adição do inoculante NbB na liga 2017 e que pode ser considerado efetivo.

4.1.2 Caracterização dos espaçamentos interdendríticos secundários

A Figura 16 mostra as microestruturas dendríticas das ligas 2017 e 2017 + NbB para amostras com 4 mm de espessura. Ambas as microestruturas da liga 2017 e 2017 + NbB apresentaram a prevalência de grãos dendríticos na sua microestrutura. A formação de dendritas nessa microestrutura pode estar ligada às altas velocidades de solidificação impostas no material durante a fundição centrífuga, além do relativo elevado teor de solutos nestas ligas. Como foi discutido anteriormente na revisão bibliográfica, o aumento da taxa de resfriamento e consequentemente, aumento da velocidade de avanço da interface sólido/líquido causa a variação da formação da estrutura planar para a celular e eventualmente, caso a velocidade seja alta o bastante, a formação de dendritas.

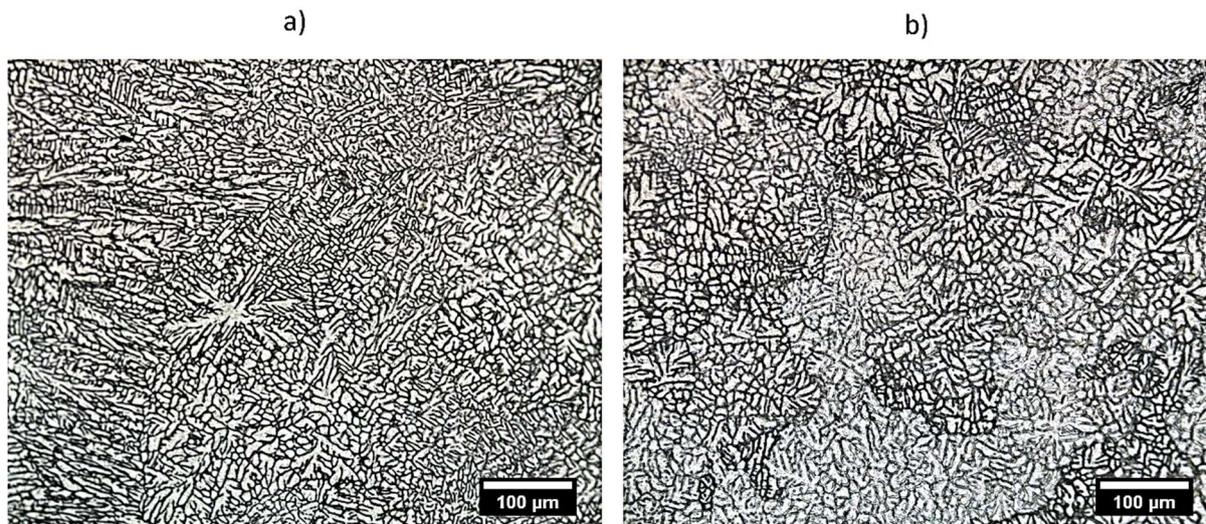


Figura 16: a) Microestrutura da liga 2017 com 4 mm de espessura; b) Microestrutura da liga 2017 + NbB com 4 mm de espessura; ambas mostrando a rede dendrítica formada após solidificação por centrifugação.

Nessa imagem da microestrutura da liga 2017 sem adição de Nb com espessura de 4 mm, é possível observar também a presença de dendritas primárias, as quais são caracterizadas pela presença de uma morfologia em forma de cruz de malta. Porém, como o seu número foi consideravelmente menor do que o número de dendritas secundárias observadas, foram realizadas medições apenas dos espaçamentos dendríticos secundários.

A Tabela 6 mostra os valores de espaçamentos interdendríticos secundários médios das ligas estudadas. Como é possível observar-se, esses espaçamentos interdendríticos não sofreram uma variação muito grande com a variação da composição química da liga, indicando que, para altas taxas de resfriamento, como as impostas durante a solidificação por centrifugação, a presença do inoculante não afeta significativamente o espaçamento.

Tabela 6: Espaçamentos interdendríticos secundários médios obtidos para as ligas 2017 e 2017 + NbB para amostras centrifugadas com espessuras de 3 mm e 4 mm.

Liga	Espaçamento interdendrítico médio (μm)	Desvio padrão (μm)
2017 3 mm	8,95	1,83

2017 4 mm	7,03	1,69
2017+NbB 3 mm	8,60	1,58
2017+NbB 4 mm	7,22	1,58

Contudo, os valores de espaçamento interdendrítico apresentaram uma variação mais significativa com a variação da espessura da amostra, o que indica que para essas altas taxas de resfriamento, a espessura da chapa sendo solidificada possui um papel maior na variação do espaçamento quando comparado com o efeito do inoculante.

O espaçamento interdendrítico é influenciado por alguns parâmetros de solidificação, como a taxa de resfriamento e composição química. O número de partículas nucleantes e a potência de nucleação dessas partículas tende a ser parâmetros que possuem um menor impacto no espaçamento interdendrítico (Easton 2010). Quando solidificado a altas taxas de resfriamento, a adição do inoculante NbB não parece ter efeito, ou ter um efeito mínimo, no espaçamento interdendrítico dessas ligas.

A adição de NbB na liga 2017 parece causar um efeito similar ao aquele observado com a adição do inoculante titânio, causando forte influência na nucleação do material. Porém, as etapas de crescimento em ambas as ligas 2017 e 2017 + NbB aparentam ocorrer de maneiras similares, resultando na formação de uma estrutura dendrítica com espaçamentos similares.

4.3 Microdureza Vickers

A Tabela 7 apresenta os valores de dureza Vickers medidos para as ligas 2017 e 2017 com adição de NbB. Esses ensaios foram realizados com o intuito de estudar as propriedades mecânicas das ligas e avaliar essas propriedades em função das alterações microestruturais ocasionadas pelo processo de fabricação. Portanto, eles foram realizados em regiões similares das amostras, para manter a consistência na comparação entre as propriedades de dureza, as quais estão relacionadas com as propriedades de resistência mecânica do material.

Tabela 7: Valores de dureza Vickers das ligas 2017 e 2017 + NbB para amostras centrifugadas com espessuras de 3 mm e 4 mm.

Liga	Dureza Vickers média (HV)	Desvio padrão (HV)
2017 3 mm	74,2	2,09
2017 4 mm	74,3	1,73
2017+NbB 3 mm	82,6	0,93
2017+NbB 4 mm	83,4	1,05

A partir desses resultados, foi possível observar que as amostras com a adição do NbB apresentaram valores maiores de dureza, muito provavelmente devido ao seu efeito inoculante que causou uma redução do tamanho de grão médio. Esse aumento, entretanto, não aparentou ser muito elevado, havendo apenas um aumento de aproximadamente 10% na dureza.

Outro fator de importância para o estudo das propriedades mecânicas é o espaçamento interdendrítico secundário, o qual não aparentou causar muita influência na variação da dureza no material, provavelmente devido ao fato da redução desse espaçamento se comparadas as ligas 2017 e 2017 + NbB não ter sido significativa. A variação do espaçamento entre as amostras de espessura diferentes também não aparentou ter causado uma variação na dureza do material, visto que as amostras de 3 mm e 4 mm de espessura apresentaram valores de dureza similares.

5. CONCLUSÕES

- A microestrutura da liga 2017 produzida pela solidificação rápida por centrifugação consistiu primariamente de grãos colunares grosseiros, enquanto a microestrutura da liga 2017 + NbB apresentou predominantemente grãos equiaxiais. Verificou-se que essa modificação da microestrutura foi causada pela adição do inoculante Nb-B;
- Foi concluído que o NbB causou um efeito de refino de grão efetivo na liga 2017 a altas taxas de resfriamento, pois as microestruturas das ligas que continham o NbB apresentaram tamanhos médios de grão menores do que o nível de refino aceitável de 220 μm ;
- Para ambas as composições da liga, a fase $\alpha\text{-Al}$ obtida exibiu uma morfologia dendrítica, com espaçamentos secundários na ordem de 8 μm ;
- A variação da espessura das amostras em 3 mm e 4 mm não causou um efeito no refino do grão, porém provocou uma pequena redução no espaçamento interdendrítico, indicando que a espessura da amostra não possui um efeito significativo no tamanho de grão da liga quando essa é solidificada nas condições estudadas;
- As amostras com a adição do inoculante Nb-B não apresentaram alterações no espaçamento interdendrítico quando comparadas com as amostras sem a presença do inoculante, indicando que em taxas de resfriamento elevadas (como as estudadas no presente trabalho), o efeito do inoculante no espaçamento interdendrítico secundário não é tão significativo;
- Os valores de dureza Vickers das ligas que continham NbB foram superiores aos observados para as ligas sem NbB, o que parece ser consequência do refino de grão ocasionado por essa adição. A variação do espaçamento interdendrítico secundário entre as amostras de diferentes espessuras não aparentou ter efeito nessa propriedade.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

L. Bolzoni, M. Nowak, N. Hari Babu. Grain refining potency of Nb–B inoculation on Al–12Si–0.6Fe–0.5Mn alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, Volume 623, 2015. Pages 79-82.

M. Nowak, W.K. Yeoh, L. Bolzoni, N. Hari Babu. Development of Al–Nb–B master alloys using Nb and KBF₄ Powders, *Materials & Design*, Volume 75, 2015. Pages 40-46.

M. Nowak, L. Bolzoni, N. Hari Babu. Grain refinement of Al–Si alloys by Nb–B inoculation. Part I: Concept development and effect on binary alloys, *Materials & Design (1980-2015)*, Volume 66, Part A, 2015. Pages 366-375.

L. Bolzoni, M. Nowak, N. Hari Babu. Grain refinement of Al–Si alloys by Nb–B inoculation. Part II: Application to commercial alloys, *Materials & Design (1980-2015)*, Volume 66, Part A, 2015. Pages 376-383.

L. Bolzoni, M. Nowak, N. Hari Babu. Assessment of the influence of Al–2Nb–2B master alloy on the grain refinement and properties of LM6 (A413) alloy, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 628, 2015. Pages 230-237.

T.E. Quested. Understanding mechanisms of grain refinement of aluminium alloys by inoculation, *Materials Science and Technology*, Volume 20, 2004. Pages 1357-1369.

D.G. McCartney. Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants, *International Materials Reviews*, Volume 34, 1989, Pages 247-260

M.A. Easton, C.J. Davidson, D.H. StJohn. Grain Morphology of As-Cast Wrought Aluminium Alloys, *Materials Transactions*, Volume 52, 2010. Pages 842-847.

E.L. Rooy, J.G. Kaufman. Aluminum Alloy Castings Properties, Processes, and Applications, Materials Park, Ohio: ASM International, 1988.

Z. Szklarz, H. Krawiec, Ł. Rogal. The effect of vacuum suction casting on the microstructure and corrosion behavior of aluminium alloy 2017, *Materials Science and Engineering: B*, Volume 240, 2019. Pages 23-32.

J.R. Davis. ASM Speciality Handbook: Aluminium and Aluminium Alloys, Materials Park, Ohio: ASM International, 1993.

ASM handbook Volume 2 Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials, Materials Park, Ohio: ASM International, 1990.

ASM Handbook Volume 9 Metallography and Microstructures, Materials Park, Ohio: ASM International, 2004.

ASTM E112-13: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. ASTM International, West Conshohocken, 2021.

ASTM E92-17: Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. ASTM International, West Conshohocken, 2017.

J.E. Hatch. Aluminum Properties and Physical Metallurgy, Metals Park, Ohio: ASM International, 1984.

J.H. Li, F.S. Hage, Q.M. Ramasse, P. Schumacher. The nucleation sequence of α -Al on TiB₂ particles in Al-Cu alloys, *Acta Materialia*, Volume 206, 2021. Number 116652.

O.F. Mondolfo. Aluminum Alloys: Structure and Properties, London: Butterworths and Co, 1976.

Y. Birol. Grain refinement of Al-Cu foundry alloys with B additions, *International Journal of Cast Metals Research*, Volume 25, 2012. Pages 117-120.

B. S. Murty, S. A. Kori, M. Chakraborty. Grain refinement of aluminium and its alloys by heterogeneous nucleation and alloying, *International Materials Reviews*, Volume 47, 2013. Pages 3-29.

G.P. Jones, J. Pearson. Factors affecting the grain-refinement of aluminum using titanium and boron additives. *Metallurgical and Materials Transactions B*, Volume 7, 1976. Pages 223–234.

M. Gündüz, E. Çadırlı. Directional solidification of aluminium–copper alloys, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 327, 2002. Pages 167-185.

A. Garcia. *Solidificação: Fundamentos e aplicações*, Campinas: Editora Unicamp, 2007.

G. Gouveia, L.F. Gomes, N. Cheung, A. Garcia, J.E. Spinelli. Mechanical Properties, Microstructural Features and Correlations with Solidification Rates of Al–Cu–Si Ultrafine Eutectic Alloys, *Advanced Engineering Materials*, Volume 23, 2021. Number 2001177.

J.D. Hunt. Steady State Columnar and Equiaxed Growth of Dendrites and Eutectic, *Materials Science and Engineering*, Volume 65, 1984. Pages 75-83.

C. Sagan. *The demon-haunted world: science as a candle in the dark*, New York, Random House, 1995.