

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

**INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA RESISTÊNCIA MECÂNICA DE
LIGAS HIPEREUTÉTICAS Al-Si SOLIDIFICADAS DIRECIONALMENTE**

Rodrigo André Valenzuela Reyes

São Carlos-SP
2016

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

**INFLUÊNCIA DA MICROESTRUTURA NA RESISTÊNCIA MECÂNICA DE
LIGAS HIPEREUTÉTICAS Al-Si SOLIDIFICADAS DIRECIONALMENTE**

Rodrigo André Valenzuela Reyes

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: Dr. José Eduardo Spinelli

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos-SP
2016

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais Victor Ernesto Valenzuela Gallardo e Gladys Blanca Reyes Quezada, aos meus irmãos, Lorena, Paola e Victor e à minha noiva Vivian.

VITAE DO CANDIDATO

Graduado em Engenharia Mecânica pela Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP - Campus Bauru (2013).



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 Rodrigo André Valenzuela Reyes, realizada em 18/01/2017:



Prof. Dr. José Eduardo Spinelli
UFSCar



Profa. Dra. Andrea Madeira Kläuga
UFSCar



Prof. Dr. Noé Cheung
UNICAMP

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. José Eduardo Spinelli pela oportunidade, confiança, paciência, e exemplo profissional durante toda esta jornada.

Aos meus pais Víctor e Gladys pelo apoio dado durante todas as etapas de minha vida.

À minha noiva Vivian, pelo amor, companheirismo e pelo incentivo que ela me dá durante todos esses anos que estamos juntos.

Aos meus irmãos: Lorena, Paola e Víctor, que mesmo com a distância que limita nossos raros encontros, estão sempre disponíveis para conversas, aconselhamentos e todo tipo de apoio.

Aos meus queridos sobrinhos Gabriel, Beatriz e Noa pelo incentivo indireto na minha busca e contribuição para a construção de um mundo melhor.

Aos professores do DEMa/UFSCar pelo conhecimento e experiências compartilhadas durante este período, assim como a todos os funcionários da secretaria do PPG-CEM/DEMa/UFSCar.

Ao Grupo de Microestrutura e Propriedades em Processos de Solidificação (M2PS) do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) por disponibilizar toda a infraestrutura para a realização deste estudo.

A todos os colegas de laboratório: João Dessi, David González, Marcella Gautê, Cinthia Ogata, Luis Rossini e especialmente à Bismarck Silva, Leonardo Gomes e Thômas Bello pelo auxílio no preparo das ligas metálicas, análises posteriores, e ajuda na superação das dificuldades surgidas.

Ao Grupo de Pesquisas em Solidificação (GPS) do DEMa da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), especialmente à Thiago Costa, Noé Cheung, Rafael Kakitani e Amauri Garcia pela parceria nos preparos e análises da ligas metálicas, cujos resultados encontram-se incorporados no presente trabalho.

Aos técnicos: Edson Roberto, pelo auxílio nas fusões das ligas metálicas, Leomar Scarpa pela ajuda nos procedimentos de corte e usinagem dos metais, José Luiz pelo auxílio nos ensaios de tração e Rover Belo, pela ajuda nos procedimentos metalográficos.

RESUMO

O presente trabalho inclui a solidificação direcional das ligas Al-15%Si e Al-18%Si (% em peso), além da caracterização das microestruturas decorrentes. Foi dada ênfase ao crescimento eutético, sendo afetado não só pela cinética de solidificação (velocidade de avanço da frente eutética e gradiente térmico), mas também pelo superaquecimento, que foi variado em dois níveis para cada liga, isto é, 6% e 23% acima da temperatura *liquidus*. As dependências do espaçamento eutético, (λ_E) tanto relacionadas à cinética de solidificação (condições de resfriamento rápido, intermediário e lento) quanto ao superaquecimento durante a solidificação de ligas hipereutéticas, são relatadas pela primeira vez na literatura especializada. Além disso, inter-relações experimentais funcionais de propriedades mecânicas de tração e espaçamentos interfásicos, entre as partículas de Si eutético, foram propostas para ambas as ligas. É mostrado por estas correlações que ductilidade e resistência mecânica aumentam com a diminuição destes espaçamentos microestruturais. Variações mais significativas nas propriedades estão associadas a um determinado intervalo de espaçamentos ($1,0\mu\text{m} < \lambda < 2,3\mu\text{m}$) para o caso da liga Al-15%Si. O limite de resistência à tração (LRT) e o alongamento específico (δ) diminuem com o aumento do teor de silício da liga. A aplicabilidade de expressões de crescimento eutético como $\lambda=f(V^{-1/2})$ e $\lambda=f(G^{-a} \times V^{-b})$ foi verificada para as ligas testadas nas presentes condições experimentais.

Palavras-chave: Ligas Al-Si; Solidificação; Microestrutura; Propriedades mecânicas

TENSILE PROPERTIES AND RELATED MICROSTRUCTURAL ASPECTS OF HYPEREUTECTIC AL-SI DIRECTIONALLY SOLIDIFIED ALLOYS

ABSTRACT

The present research work deals with directional solidification (DS) of Al-15wt.% and 18wt.% Si alloys and further characterization of the related microstructures. Emphasis is given on the eutectic growth being affected not only by solidification kinetics (V -eutectic growth rate and G -thermal gradient) but also by melt superheat, which is varied in two degrees for each alloy, i.e., 6% and 23% above the liquidus temperature. The dependences of interphase spacing (λ) on both solidification kinetics (fast, intermediate and slow cooling conditions) and on melt superheat during solidification of hypereutectic alloys are reported for the first time. Furthermore, functional experimental interrelations of tensile mechanical properties and interphase spacing between eutectic Si particles of both alloys evaluated are proposed. It is shown by these correlations that the tensile properties increase with the decrease in these spacings. More significant variations in properties are associated with a certain range of spacings ($1.0\mu\text{m} < \lambda < 2.3\mu\text{m}$) in the case of the Al-15wt.%Si alloy. Tensile strength and elongation-to-fracture decrease with increasing alloy silicon content. The applicability of eutectic growth expressions such as $\lambda=f(V^{-1/2})$ and $\lambda=f(G^{-a} \times V^{-b})$ has been verified for the present tested alloys and experimental conditions.

Keywords: Al-Si alloys; solidification; microstructure; mechanical properties.

PUBLICAÇÕES

- REYES, R. V.; KAKITANI, R.; COSTA, T. A.; SPINELLI, J. E.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. Cooling thermal parameters, microstructural spacing and mechanical properties in a directionally solidified hypereutectic Al-Si alloy. **Philosophical Magazine Letters**, v.96, p.228-237, 2016
- REYES, R. V.; BELLO, T. S.; KAKITANI, R.; COSTA, T. A.; GARCIA, A.; CHEUNG, N.; SPINELLI, J. E. 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**, v.685, p.235-243, 2017
- REYES, R. V.; COSTA, T. A. P. S. ; KAKITANI, R. ; CHEUNG, N. ; GARCIA, A. ; SPINELLI, J. E. . Evolução do espaçamento eutético e dos parâmetros térmicos durante a solidificação direcional transitória das ligas hipereutéticas Al-15 e 18%Si. In: 22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Natal-RN, 2016. p. 5014-5025.
- BELLO, T. S.; REYES, R. A. V.; SILVA, B. L.; SPINELLI, J. E. Influence of microstructure in mechanical properties of directionally solidified hypereutectic Al-15wt%Si and Al-18wt%Si alloys. In: 22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Natal-RN, 2016. p. 5838-5845.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
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
1.1 Objetivos	3
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 Fundamentos Da Solidificação	5
2.1.1 Aspectos Gerais Do Processo De Solidificação.....	5
2.1.2 Solidificação De Eutéticos	9
2.1.3 Transferência De Calor Na Solidificação	12
2.1.4 Correlações Entre Parâmetros Térmicos E Microestrutura.....	13
2.1.5 Correlações Entre Microestrutura E Propriedades.....	17
2.2 Ligas Hipereutéticas Al-Si.....	19
2.3 Ligas Hipoeutéticas E Eutéticas Al-Si	30
3 MATERIAIS E MÉTODOS	35
3.1 Equipamentos E Materiais Utilizados.....	36
3.2 Dispositivo De Solidificação Vertical Ascendente	38
3.3 Determinação Experimental Das Variáveis Térmicas De Solidificação.....	43
3.3.1 Determinação Experimental Da Temperatura Liquidus	43
3.3.2 Tempo De Passagem Da Frente Eutética (T_e).....	45
3.3.3 Obtenção Das Coordenadas Posição X Tempo	46
3.3.4 Determinação Das Velocidades De Deslocamento Da Isoterma Eutética (V_e)	47
3.3.5 Determinação Das Taxas De Resfriamento (\dot{T}_e).....	48

3.3.6	Determinação Dos Gradientes Térmicos (G_e)	49
3.4	Caracterizações Da Morfologia Macroestrutural E Da Microestrutura De Solidificação	49
3.4.1	Procedimentos Metalográficos Para Revelar As Macroestruturas	50
3.4.2	Procedimentos Metalográficos Para As Microestruturas	51
3.4.3	Determinação Dos Espaçamentos Eutéticos	52
3.5	Ensaio De Tração	54
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
4.1	Variáveis Térmicas De Solidificação Relativas À Frente Eutética	57
4.1.1	Perfis Térmicos	57
4.1.2	Velocidade De Avanço Da Frente Eutética (V_e)	60
4.1.3	Taxas De Resfriamento (\dot{T}_e)	63
4.1.4	Gradientes Térmicos (G_e)	65
4.2	Macro E Microestruturas De Solidificação	66
4.2.1	Macroestruturas De Solidificação	66
4.2.2	Microestruturas De Solidificação	66
4.3	Leis De Crescimento Eutético	72
4.4	Propriedades Mecânicas De Tração	77
5	CONCLUSÕES	83
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	85
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	87

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 2.1 – Correlação entre microestrutura eutética e a morfologia de crescimento de cada fase em sistemas metálico. Adaptado de [20].	11
Tabela 2.2 – Fator exponencial da lei de crescimento dendrítico primário para ligas metálicas solidificadas com condições de extração de calor transiente. Adaptado de [20].	16
Tabela 2.3 – Fator exponencial da lei de crescimento dendrítico secundário para ligas metálicas solidificadas com condições de extração de calor transiente. Adaptado de [20].	17
Tabela 2.4 – Equações genéricas do tipo Hall-Petch ou Hall-Petch modificada correlacionando propriedades mecânicas (σ_u , σ_e , δ e dureza) e parâmetros estruturais ($\lambda_{1,C}^{-1/2}$, $\lambda_2^{-1/2}$) de ligas solidificadas direcionalmente em regime transitório de fluxo de calor.	19
Tabela 2.5 – Resumo das morfologias do silício primário em ligas Al-Si (modificadas ou não) e das condições básicas reportadas na literatura para o desenvolvimento de cada uma delas.	24
Tabela 2.6 – Resumo contendo aspectos microestruturais e propriedades mecânicas de ligas hipereutéticas Al-Si obtidas por diferentes rotas de processamento (LRT – limite de resistência à tração). Adaptado de [43].	29
Tabela 2.7 – Variação da fração volumétrica de Si primário, limite de resistência à tração e ductilidade em função dos passes de FSP em uma liga hipereutética Al-30Si. Adaptado de [43].	29
Tabela 2.8 – Designação da Aluminum Association para ligas de alumínio. Adaptado de [1].	31

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 – Encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal [20].	8
Figura 2.2 – Influência da taxa de resfriamento sobre a microestrutura de solidificação. Adaptado de [20].	9
Figura 2.3 – Representações esquemáticas de estruturas eutéticas, (a) regular lamelar, (b) regular fibrosa, (c) regular globular e (d) irregular. Adaptado de [20].	11
Figura 2.4 – Modos de transferência de calor durante a solidificação direcional. Adaptado de [27].	13
Figura 2.5 – Esquema representativo das ramificações interdendríticas primárias (λ_1), secundárias (λ_2) e terciárias (λ_3) [27].	15
Figura 2.6 – Representação esquemática do arranjo microestrutural de fundidos [27].	18
Figura 2.7 – Diagrama de fases esquemático do sistema de ligas Al-Si [14].	20
Figura 2.8 – Mapas de seleção de microestrutura das ligas Al-Si hipereutéticas (a) Si primário, (b) Si eutético. Adaptado de [42].	22
Figura 2.9 – Microestrutura representativa de uma liga Al-Si hipereutética fundida.	23
Figura 2.10 – Propriedades mecânicas em função da variação composicional (a) Dureza Vickers; (b) Alongamento específico percentual; (c) Densidade; (d) Limite de resistência à tração. Adaptado de [6].	28
Figura 3.1 – Fluxograma do procedimento experimental do presente trabalho de Mestrado. Onde: D.S.V.A - Dispositivo de solidificação vertical ascendente; T.A. – temperatura ambiente; σ_u – limite de resistência à tração σ_e – limite de escoamento e δ – alongamento específico.	36
Figura 3.2 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente (refrigerado): 1. Aquisição via computador; 2. Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida em aço inoxidável AISI 310; 5. Termopares; 6. Registrador de dados térmicos; 7.	

Chapa molde em aço carbono 1020 ou em Cu eletrolítico; 8. Rotômetro; 9. Controlador de potência do forno; 10. Metal líquido [66].	39
Figura 3.3 – (a) Dispositivo de solidificação vertical ascendente (D.S.V.A) e itens da montagem do sistema; (b) Detalhe da parte interna do forno.	40
Figura 3.4 – (a) Componentes da Lingoteira; (b) Detalhe das posições dos furos para os termopares em relação à base do dispositivo; (c) Lingoteira montada para solidificação vertical ascendente em regime transitório (dimensões em mm).	42
Figura 3.5 – (a) Lingoteira após experimento de solidificação direcional transitória da liga Al-15%Si. (b) Lingote da liga Al-15%Si obtido ao final do experimento de solidificação unidirecional. (c) Cadinho com termopar inserido, para obter a T_L	42
Figura 3.6 – Curva de resfriamento obtida para a liga hipereutética Al-15%Si.	43
Figura 3.7 – Diagrama de fases parcial do sistema Al-Si. (a) Destaque para as temperaturas de transformação de fases. (b) Destaque para a rota de solidificação das ligas Al-15%Si e Al-18%Si com dois níveis de superaquecimento.	44
Figura 3.8 – Perfil de temperatura indicando o tempo de passagem da isoterma eutética.	46
Figura 3.9 – Deslocamento da posição da isoterma eutética em função do tempo.	47
Figura 3.10 – Representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição.	48
Figura 3.11 – Resumo da rota de preparo de amostras a partir dos lingotes das ligas hipereutéticas Al-Si.	50
Figura 3.12 – Esquema representativo dos métodos utilizado para quantificar os espaçamentos dendríticos e eutéticos lamelares: (a) Seção transversal de uma estrutura dendrítica para medição de λ_1 ; (b) Seção longitudinal de uma estrutura dendrítica para medição de λ_2 ; (c) Seção transversal de uma estrutura dendrítica para medição de λ_3 ; (d) Seção transversal de uma estrutura eutética para medição de λ [27, 69].	53

Figura 3.13 – Ilustração esquemática do método de medição de eutéticos irregulares [70].	54
Figura 3.14 – Ensaios de tração: (a) máquina universal de ensaios mecânicos Instron modelo 5500R; (b) Dimensões dos corpos de prova (dimensões: mm); (c) Ruptura do corpo de prova.	55
Figura 3.15 – Esquema para retirada dos corpos de prova de tração do lingote Al-Si solidificado direcionalmente (dimensões em mm).	56
Figura 4.1 – Perfis Térmicos obtidos para diferentes termopares inseridos ao longo do comprimento dos lingotes para as seguintes condições: (a) Al-15%Si ($\Delta T_V=6\%$). (b) Al-15%Si ($\Delta T_V=23\%$). As posições apresentadas na legenda se referem à distância a partir da interface metal/molde.	58
Figura 4.2 – Perfis Térmicos obtidos para diferentes termopares inseridos ao longo do comprimento dos lingotes para as seguintes condições: (a) Al-18%Si ($\Delta T_V=6\%$); e (b) Al-18%Si ($\Delta T_V=23\%$). As posições apresentadas na legenda se referem à distância a partir da interface metal/molde.	59
Figura 4.3 – Evoluções experimentais da isoterma eutética ao longo do comprimento dos lingotes Al-15%Si e Al-18%Si obtidos por solidificação direcional com superaquecimentos de (a) $\Delta T_V=6\%$; (b) $\Delta T_V=23\%$	61
Figura 4.4 – Evoluções experimentais da velocidade da frente eutética obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas Al-15 e 18%Si: (a) V_{EXP} para $\Delta T_V=6\%$; (b) V_{EXP} para $\Delta T_V=23\%$	62
Figura 4.5 – Evoluções experimentais das taxas de resfriamento obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas Al-15 e 18%Si: (a) \dot{T}_{EXP} para $\Delta T=6\%$; (b) \dot{T}_{EXP} para $\Delta T=23\%$	64
Figura 4.6 – Evoluções experimentais dos gradientes térmicos obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas Al-15 e 18%Si: (a) G_{EXP} para $\Delta T_V=6\%$; (b) G_{EXP} para $\Delta T_V=23\%$	65
Figura 4.7 – Grãos equiaxiais predominantes ao longo das macroestruturas longitudinais para as ligas (a, b) Al-15%Si e (c, d) Al-18%Si, solidificadas direccionalmente sob dois níveis de superaquecimento.	66

Figura 4.8 – Macroestrutura e microestruturas representativas obtidas a partir do lingote Al-15%Si obtido por solidificação direcional ascendente com $\Delta T_V=23\%$	67
Figura 4.9 – Macroestrutura e microestruturas representativas obtidas a partir do lingote Al-15%Si obtido por solidificação direcional ascendente com $\Delta T_V=6\%$	68
Figura 4.10 – Macroestrutura e microestruturas representativas obtidas a partir do lingote Al-18%Si obtido por solidificação direcional ascendente com $\Delta T_V=23\%$	69
Figura 4.11 – Macroestrutura e microestruturas representativas obtidas a partir do lingote Al-18%Si obtido por solidificação direcional ascendente com $\Delta T_V=6\%$	70
Figura 4.12 – Microestruturas representativas das ligas hipereutéticas Al-Si obtidas por solidificação direcional, considerando três diferentes taxas de resfriamento e dois superaquecimentos para cada composição: (a) Al-15%Si com $\Delta T_V=6\%$; (b) Al-15%Si com $\Delta T_V=23\%$; (c) Al-18%Si com $\Delta T_V=6\%$ e (d) Al-18%Si com $\Delta T_V=23\%$	72
Figura 4.13 – Evolução do espaçamento eutético com a posição (P) para as ligas Al-15%Si produzidas com superaquecimento de: (a) $\Delta T_V=6\%$; (b) $\Delta T_V=23\%$	74
Figura 4.14 – Evolução do espaçamento eutético com a posição (P) para as ligas Al-18%Si produzidas com superaquecimento de: (a) $\Delta T_V=6\%$; (b) $\Delta T_V=23\%$	75
Figura 4.15 – Espaçamento eutético em função da velocidade eutética ($\lambda_E \times V_E$) estabelecendo relações de crescimento para as ligas fundidas Al-15%Si e Al-18%Si solidificadas direcionalmente com $\Delta T_V=6$ e 23%. R^2 é o coeficiente de correlação.....	76
Figura 4.16 – Espaçamento eutético em função de $G_E^{(-1/8)} \times V_E^{(-1/4)}$ com respectivas leis de crescimento para as ligas Al-15%Si e Al-18%Si, com $\Delta T_V=6$ e 23%.	77

- Figura 4.17 – Evolução do (a) limite de resistência à tração e do (b) alongamento específico, ao longo do comprimento de lingotes de Al-15%Si e Al-18%Si solidificados direcionalmente, em função do espaçamento eutético, para um superaquecimento de 6%. 78
- Figura 4.18 – Evolução do (a) limite de resistência à tração e do (b) alongamento específico, ao longo do comprimento de lingotes de Al-15%Si e Al-18%Si solidificados direcionalmente, em função do espaçamento eutético para, um superaquecimento de 23%. 79

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
a_2	Fator de Calibração
C_0	Concentração de Solute
ΔT_v	Superaquecimento
D_L	Coeficiente de difusão de soluto no líquido
DSVA	Dispositivo de Solidificação Vertical Ascendente
DS	Directional Solidification
FSP	Friction Stir Processing
G	Gradiente térmico
h_i	Coeficiente interfacial de transferência de calor metal/molde
k_0	Constante Adimensional
k	Coeficiente de Distribuição de Solute
L_0	Calor latente na base volumétrica
LE	Limite de Escoamento
LRT	Limite de Resistência à Tração
σ_{sL}	Tensão Superficial Sólido-Líquido
σ_y	Limite de Escoamento
σ_u	Limite de Resistência à Tração
MDF	Método de Diferenças Finitas
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
PSC	Primary Silicon Crystals
SANS	Small Angle Neutron Scattering
SC	Squeeze Casting
SRC	Super-resfriamento Constitucional
t	Tempo
T	Temperatura
\dot{T}	Taxa de resfriamento
TCE	Transição Colunar para Equiaxial
T_E	Temperatura eutética
t_{sL}	Tempo Local de Solidificação
T_v	Temperatura de Vazamento

T_f	Temperatura de Fusão
V_E	Velocidade crescimento ou velocidade de avanço da frente eutética
V_L	Velocidade da isoterma <i>liquidus</i>
δ	Alongamento Específico
λ_1	Espaçamento dendrítico primário
λ_2	Espaçamento dendrítico secundário
λ_3	Espaçamento dendrítico terciário
λ_E	Espaçamento eutético

1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio oferecem uma série de vantagens, dentre elas uma relativa boa fluidez, baixo ponto de fusão, ciclos curtos de fundição, relativa baixa tendência de fratura à quente, bom acabamento superficial após processo de fundição e estabilidade química. Dentre as ligas de fundição de alumínio, as ligas Al-Si são as mais amplamente utilizadas, particularmente para aplicações automotivas. O silício proporciona uma boa fluidez, e uma ampla variedade de propriedades podem ser obtidas por ligas deste sistema [1].

Ligas fundidas de Alumínio que contém Silício como principal elemento de liga são as mais produzidas atualmente e representam mais de 90% da produção de ligas de alumínio fundidas. A alta demanda dessas ligas se deve a sua facilidade de fundição, resistência mecânica e boas propriedades tecnológicas atingidas [2].

Os teores de silício normalizados em ligas comerciais Al-Si fundido estão no intervalo de 5 a 23% em peso. As estruturas dessas ligas podem ser aquelas tipicamente associadas com composições hipoeutéticas, hipereutética, ou eutética. As propriedades de uma liga específica podem ser atribuídas às propriedades físicas individuais das fases principais de seus componentes (solução sólida de alumínio α e cristais de silício) e à fração volumétrica e morfologia desses componentes [3].

Ligas de composição hipereutéticas são aquelas cujo teor de Si é superior a 13% em peso. Estas ligas são bastante utilizadas e estudadas no setor de transporte devido a sua baixa densidade, alta rigidez específica, resistência a altas temperaturas, resistência ao desgaste e baixo coeficiente de expansão térmica. Tais propriedades fazem com que ligas hipereutéticas Al-Si sejam aplicadas em substituição ao ferro fundido em peças de motores automotivos tais como pistões, cilindros, braços oscilantes e retentores de válvulas. As ligas comerciais fundidas A390 (Al-17%Si-5%Cu) são reconhecidamente as mais utilizadas na fabricação de componentes automotivos entre as de composições hipereutéticas [2,4,5]. Essas aplicações tornam atraente o desenvolvimento de pesquisas direcionadas ao

desenvolvimento de ferramentas que permitam projetar níveis de propriedades mecânicas em função de parâmetros microestruturais. A maior limitação dessas ligas ainda reside nos baixos valores de ductilidade, por exemplo, alongamento $\leq 1\%$ para a liga A390 (fundida, tratada ou não termicamente).

Para as ligas Al-15, 17 e 20%Si, fundidas e sem tratamento térmico, foram reportados na literatura valores de ductilidade de 4,7%, 3% e 2,5%, respectivamente [2,6].

Alguns estudos [7-11] afirmam que as propriedades das ligas hipereutéticas Al-Si dependem da morfologia e da distribuição do silício primário na matriz da liga, as quais estão relacionadas diretamente com composição química, condições de fusão e de solidificação.

É sabido que o controle dos parâmetros térmicos de solidificação, para determinada composição química da liga, definirá a microestrutura final [12]. O ponto de partida do processo de solidificação é a temperatura inicial do metal líquido e, dependendo subsequentemente das formas de transporte de energia térmica a partir daquele instante. As paredes do molde, além de conferir forma à peça, atuam na transferência de calor do metal garantindo a mudança de fase. Se a cinética de transferência de calor variar, as taxas de resfriamento do metal da peça variarão numa função direta. Portanto, a transferência de calor empregada na mudança de fase da massa metálica condicionará o arranjo microestrutural.

Estudos recentes têm mostrado que há parâmetros térmicos significativos para o controle da microestrutura de solidificação, como velocidades de solidificação (V), gradientes térmicos à frente da interface sólido/líquido (G), taxas de resfriamento (\dot{T}), e a composição química da liga (C_0). Estes parâmetros podem ser correlacionados com a morfologia e aspectos quantitativos da microestrutura resultante e com a distribuição das fases, devidamente determinados pela metalografia quantitativa, ótica e eletrônica de varredura.

Korojy e Fredricksson [13] investigaram os efeitos da taxa de resfriamento e do superaquecimento (ΔT_v) em ligas Al-Si hipereutéticas. Neste estudo verificou-se que a temperatura de precipitação do Si primário diminuiu

drasticamente quando a taxa de resfriamento e superaquecimento foram aumentados. Também foi observado que a fração volumétrica de Si primário diminuiu com o aumento da taxa de resfriamento em ligas com 15% e 18% de Silício (em peso).

Sabe-se que o tamanho e distribuição de silício na liga dependem principalmente das rotas de processamento e do tipo de tratamento dado ao metal líquido. Os efeitos das morfologias de silício primário nas propriedades das ligas hipereutéticas Al-Si ainda não foram devidamente investigados. A inabilidade de produzir uma estrutura completamente refinada/modificada limita as aplicações das ligas Al-Si hipereutéticas [14].

Em peças fundidas Al-Si a combinação de taxa de resfriamento e composição química local, podem levar à obtenção de regiões com diferentes arranjos microestruturais. Um estudo sistemático da solidificação sob diversas taxas de resfriamento, analisando a evolução microestrutural e estabelecendo leis de crescimento dendrítico/eutético, levando em consideração os efeitos do nível de superaquecimento e composição química (teor de Si), preencheria uma lacuna importante da literatura. A literatura é ainda escassa no que tange correlações entre aspectos microestruturais e resistência mecânica de ligas hipereutéticas Al-Si.

1.1 Objetivos

Considerando a importância do conhecimento dos aspectos estruturais como morfologias, distribuição e tamanho das partículas de Si componentes do eutético de ligas hipereutéticas Al-Si, o presente trabalho tem como principal objetivo estabelecer correlações entre propriedades mecânicas de tração e microestruturas bruta de fusão para duas composições em duas condições experimentais cada, quais sejam: i. liga Al-15%Si ($\Delta T_v=6\%$); ii. liga Al-18%Si ($\Delta T_v=6\%$); iii. liga Al-15%Si ($\Delta T_v=23\%$); iv. liga Al-18%Si ($\Delta T_v=23\%$). As seguintes atividades foram, portanto, cumpridas ao longo deste trabalho para alcançar este objetivo:

1. Estudo da solidificação de ligas binárias hipereutéticas Al-15%Si e Al-18%Si, realizando experimentos de solidificação unidirecional vertical

ascendente em condições transitórias de extração de calor com análise dos parâmetros térmicos de solidificação tais como velocidades de crescimento (V), gradientes térmicos (G) e taxas de resfriamento (\dot{T}). A influência no nível de superaquecimento também foi examinada;

2. Análise das microestruturas por meio da microscopia ótica com ênfase na quantificação dos espaçamentos eutéticos, empregando técnicas metalográficas adequadas;

3. Realização de ensaios de tração caracterizando e correlacionando os limites de resistência à tração (σ_u), e alongamento específico (δ) com as morfologias das partículas de Si e da mistura eutética, além dos espaçamentos microestruturais;

Dessa forma o presente estudo se propõe através da variação da composição química e superaquecimento, verificar e correlacionar as microestruturas formadas a diferentes taxas de resfriamento.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Fundamentos da Solidificação

2.1.1 Aspectos Gerais do Processo de Solidificação

A fase inicial de solidificação e as fases de refino e produção de metais puros e de ligas são cruciais no processo de produção de metais, pois a ocorrência de defeitos resultará em prejuízos significativos nas operações posteriores de fabricação. Do ponto de vista metalúrgico, é importante o estudo da solidificação de metais e ligas considerando sistemas metal/molde, onde o molde confere forma à peça produzida e transfere calor do metal para o meio, que o dissipará.

Os experimentos de solidificação direcional, com detalhamento químico e análises estruturais dos lingotes resultantes, vêm sendo conduzidos por muitos anos com objetivo do entendimento e melhoria das propriedades e qualidade dos lingotes e peças fundidas. Atualmente o uso de fornos Bridgman é a técnica mais difundida e refere-se à solidificação unidirecional em condições de fluxo de calor estacionário [15,16]. A maioria das ligas em engenharia são solidificadas sob condições de variáveis térmicas transitórias, as quais não são atendidas pelos sistemas Bridgman. Assim, espera-se que as variáveis térmicas de solidificação, a microestrutura, e as propriedades finais do lingote sejam funções do tempo e conseqüentemente da posição no componente solidificado [17].

Outros dispositivos de solidificação direcional são capazes de refletir esta necessidade industrial. Estes dispositivos são aqueles que oferecem regime de extração de calor transitório. De acordo com a literatura recente, uma ampla faixa de taxas de resfriamento pode ser obtida por meio desta técnica [18,19], com valores variando entre 0,1 e 45°C/s a depender da liga solidificada e outras condições como acabamento superficial do molde, material do molde, superaquecimento, etc.

Na maioria das situações práticas de solidificação, para que o líquido possa tomar completamente a forma geométrica que se pretenda dar sólido, é necessário que o vazamento desse líquido ocorra a uma temperatura superior

àquela que dá início à transformação líquido/sólido. A diferença entre essa temperatura de vazamento e a temperatura de transformação é denominada superaquecimento, representada pela Equação 2.1.

$$\Delta T_V = T_V - T_f \quad (2.1)$$

Onde: ΔT_V é o superaquecimento, T_V é a temperatura de vazamento e T_f é a temperatura de fusão [20].

O controle dos parâmetros térmicos de solidificação, para determinada composição química da liga, definirá a microestrutura final. Então, o ponto de partida do processo de solidificação é a temperatura de início de vazamento e, subsequentemente, as formas de transporte de energia térmica a partir daquele instante. As paredes do molde, além de conferir forma à peça, atuam na transferência de calor do metal, garantindo a mudança de fase. Se a cinética de transferência de calor variar, as taxas de resfriamento do metal da peça variarão numa função direta. Portanto, a transferência de calor empregada na mudança de fase da massa metálica condicionará o arranjo microestrutural. Neste contexto insere-se o coeficiente de transferência de calor metal/molde h_i . Este parâmetro é determinado experimentalmente e representa a eficiência térmica de processo, sendo dependente das propriedades termofísicas do sistema metal/molde, fluidez e intervalo de solidificação da liga avaliada [21,22].

Parâmetros estruturais como tamanho de grão, espaçamento interdendrítico/intercelular, espaçamento interfásico são bastante influenciados pelo comportamento térmico do sistema metal/molde durante a solidificação transitória, impondo conseqüentemente, uma correlação estreita entre este e a microestrutura resultante. A microestrutura dendrítica, por exemplo, pode ser caracterizada por meio da quantificação experimental dos espaçamentos interdendríticos, que podem ser primário, secundário e terciário. Diversos estudos contemplam a evolução dendrítica primária e secundária em função dos parâmetros do processo de solidificação V , G e \dot{T} . No caso de ligas hipereutéticas, parâmetros microestruturais da fase primária formada durante a

solidificação também podem ser explorados, como é o caso, por exemplo, da liga Sn-2,8%Cu, a qual foi solidificada direcionalmente [23]. Ficou comprovado que o espaçamento entre-braços (λ) medido no intermetálico Cu_6Sn_5 aumentou com a diminuição de ambos os parâmetros térmicos determinados experimentalmente: taxa de resfriamento (\dot{T}) e a velocidade da isoterma *liquidus* (V_L).

A variação de composição química que ocorre dentro dos limites dos contornos de grão, ou seja, entre ramificações celulares ou dendríticas é conhecida como microsegregação, e tem sido objeto de intensa investigação no sentido do desenvolvimento de ferramentas de quantificação do fenômeno [24-26].

Entre os fatores que mais contribuem para a dificuldade de quantificação desse fenômeno, pode-se citar: o modo de solidificação colunar ou equiaxial, a complexidade da morfologia das ramificações dendríticas, o efeito de diferentes solutos, o engrossamento e refusão de ramos dendríticos, o movimento de soluto no líquido e de retorno no sólido, e a dependência do coeficiente de difusão com a concentração e a temperatura. Já a macrossegregação, ou segregação de longo alcance, é causada pelo movimento de líquido ou soluto de composição química diferente da composição média ou nominal. Pode-se citar como forças motrizes desse movimento, a contração de solidificação, a contração térmica, as variações de densidade, a deformação da fase sólida devido a tensões mecânicas ou térmicas [20].

Diversas são as intercorrências presentes nos produtos solidificados desde a matéria-prima líquida até o produto final. O Fluxograma da Figura 2.1 apresenta o encadeamento lógico dos principais fenômenos decorrentes da solidificação de um metal.

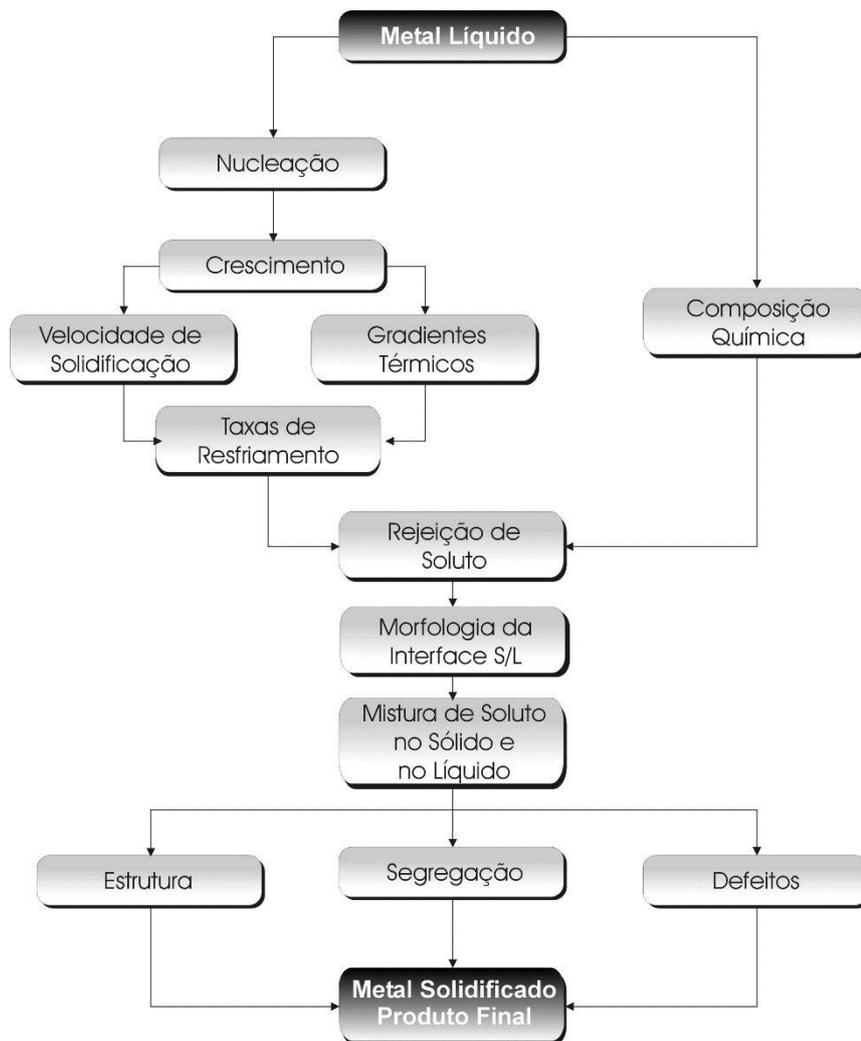


Figura 2.1 – Encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal [20].

Os materiais de um modo geral contêm em sua composição química, elementos solutos ou impurezas que, ao longo da solidificação são redistribuídos internamente a partir da superfície de resfriamento. A termodinâmica do processo irá impor uma rejeição de soluto ou de solvente que dependerá da posição relativa da liga no respectivo diagrama de fases, e que terá como consequência um movimento de espécies associado à transferência de calor que acompanha a transformação líquido/sólido. A redistribuição de soluto ocorre a partir de uma fronteira de solidificação que pode ser considerada macroscopicamente plana quando se trata de ligas diluídas ou de um material com pequeno grau de impurezas, ou constituída por

uma região confinada entre as isotermas *solidus* e *liquidus* quando se tratar da solidificação de ligas mais concentradas. Em ambos os casos, a forma através da qual os solutos/impurezas são distribuídos é fundamental para as propriedades finais da estrutura bruta de solidificação.

As microestruturas resultantes do processo de solidificação são influenciadas pelas taxas de resfriamento, obtendo-se estruturas mais refinadas com em função do aumento dessas taxas. A Figura 2.2 representa a influência das taxas de resfriamento sobre as microestruturas, onde se observa a formação de estruturas convencionais associadas com baixas taxas até o limite da formação de estruturas metálicas vítreas ou amorfas.

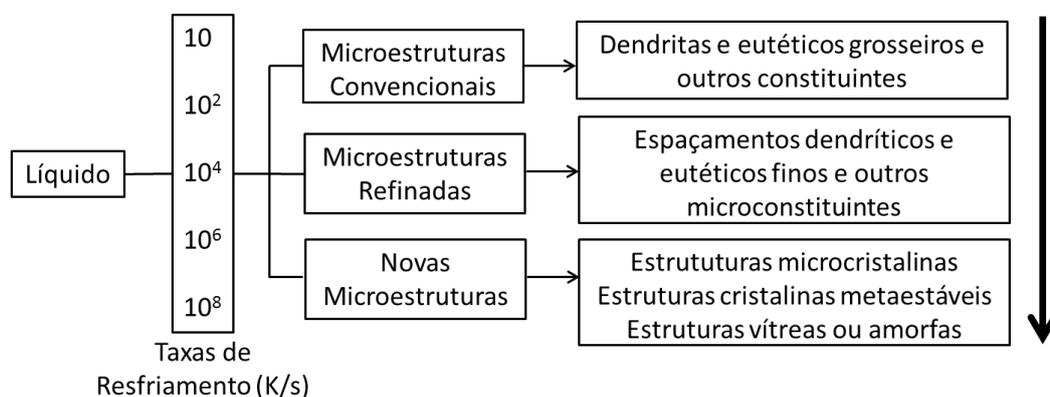


Figura 2.2 – Influência da taxa de resfriamento sobre a microestrutura de solidificação. Adaptado de [20].

2.1.2 Solidificação de Eutéticos

Ligas eutéticas são ligas polifásicas, isto é, apresentam mais de uma fase sólida após a solidificação. São ligas que permitem o crescimento com interface sólido/líquido plana e se destacam pela grande variedade de morfologias que podem assumir durante a solidificação. Mesmo em condições de interface instável e com solidificação fora de equilíbrio, o campo de possibilidades de formação microestrutural das ligas polifásicas é bastante amplo, o que conduz a um espectro de aplicações bastante diversificadas.

Uma característica marcante das ligas eutéticas é a de apresentar um ponto de fusão menor do que os apresentados pelos dois constituintes que as compõe. Dois aspectos principais que caracterizam um diagrama eutético

simples são: a completa solubilidade no estado líquido e solubilidade parcial no estado sólido, e os dois pares de linhas *liquidus* e *solidus* apresentando coeficientes de distribuição de soluto (k) menor do que a unidade. Um aspecto fundamental da solidificação eutética consiste no fato do sólido formado representar uma mistura íntima de duas soluções sólidas, embora a microestrutura que decorre dessa mistura dependa da forma de crescimento de cada fase individual, facetada ou difusa [20].

Em relação às microestruturas, as ligas eutéticas possuem enorme potencial de diversificação, e, dependendo do arranjo morfológico específico, podem ser considerados como materiais compósitos naturais. Várias morfologias podem ser reunidas por meio da seleção de determinadas características e classificadas em três categorias; estruturas regulares, regulares complexas e irregulares.

Os eutéticos regulares consistem basicamente em dois tipos de microestruturas: lamelares ou fibrosas. A estrutura lamelar é constituída de placas paralelas e alternadas das duas fases sólidas que compõem o eutético, conforme mostra esquematicamente a Figura 2.3 a). A microestrutura fibrosa é constituída de barras finas de uma das fases, envolvida pela fase matriz, conforme esquema da Figura 2.3 b). Uma terceira forma de eutéticos regulares são os eutéticos globulares, que ocorrem em algumas ligas de importância comercial (eutético Cu-CuO₂) e apresentam o formato mostrado no esquema da Figura 2.3 c). Nos eutéticos regulares complexos observam-se duas regiões de aspecto distinto, uma delas com um padrão regular repetitivo e outra com orientação ao acaso. Já nos eutéticos irregulares a estrutura consiste essencialmente de orientações ao acaso das duas fases que constituem o eutético, conforme mostra o esquema da Figura 2.3 d) para uma microestrutura acicular [20].

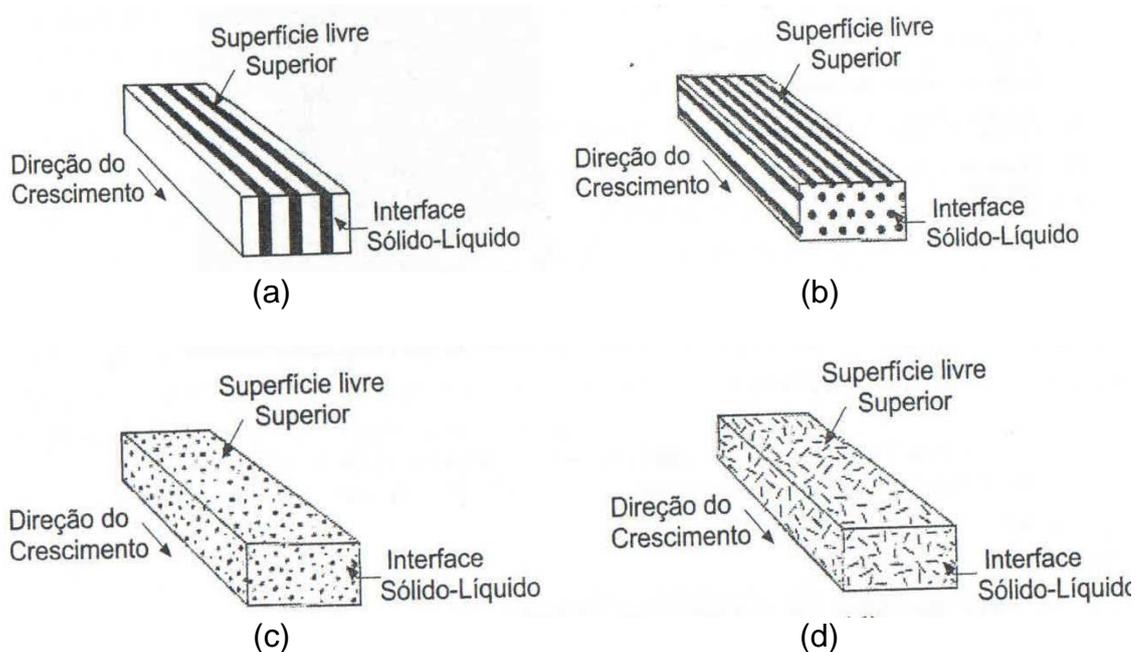


Figura 2.3 – Representações esquemáticas de estruturas eutéticas, (a) regular lamelar, (b) regular fibrosa, (c) regular globular e (d) irregular. Adaptado de [20].

Pode-se estabelecer uma boa correlação entre o tipo de microestrutura do eutético e a morfologia da interface sólido/líquido de cada fase que compõe o eutético, ou seja, se ocorreu um crescimento facetado ou difuso para cada fase individual, conforme mostra a Tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Correlação entre microestrutura eutética e a morfologia de crescimento de cada fase em sistemas metálico. Adaptado de [20].

Tipo	Microestrutura	Morfologia de crescimento das fases do eutético	Exemplos
I	Regular	Difusa/Difusa	Sn-Pb, Al-Zn, Al-Cu, Al-Ag
II	Regular complexa	Difusa/Facetada	Al-Si, Sn-Bi, Pb-Bi, Al-Ge
III	Irregular	Difusa/Facetada	Al-Si, Fe-C
		Facetada/Facetada	Compostos Orgânicos

2.1.3 Transferência de Calor na Solidificação

A solidificação de materiais pode ser considerada fundamentalmente como um processo de transferência de calor em regime transitório. A transformação líquido/sólido é acompanhada por liberação de energia térmica, com uma fronteira móvel separando as duas fases de propriedades termofísicas distintas. A análise da transferência de calor na solidificação apresenta essencialmente dois objetivos: a determinação da distribuição de temperaturas no sistema material/molde e a determinação da cinética da solidificação. A transferência de calor ocorre por três mecanismos básicos: condução, convecção e radiação.

No contexto da solidificação dos materiais, a condução é o mecanismo pelo qual o calor é transferido internamente no material submetido à solidificação e no molde. A convecção está relacionada com as perdas de calor da superfície externa do molde ao meio ambiente, de superfícies do material livres do contato com as paredes do molde e sem proteção isolante e com a tendência de equalização da temperatura dentro do material líquido. A radiação também está associada às perdas de calor para o meio ambiente. Na interface entre o material solidificado e o molde, há uma resistência térmica que decorre de um complexo mecanismo de transferência de calor conhecido como transferência de calor newtoniana, onde seu coeficiente (h_i) deve necessariamente ser determinado de forma experimental para cada par material/molde [20].

Na Figura 2.4 é possível verificar esquematicamente os modos de transferência de calor que podem ocorrer ao longo da solidificação unidirecional ascendente com o molde metálico refrigerado a água, tais como: convecção forçada na água, condução no molde, transferência newtoniana na interface molde/metal, condução no metal, convecção e condução térmica no metal líquido.

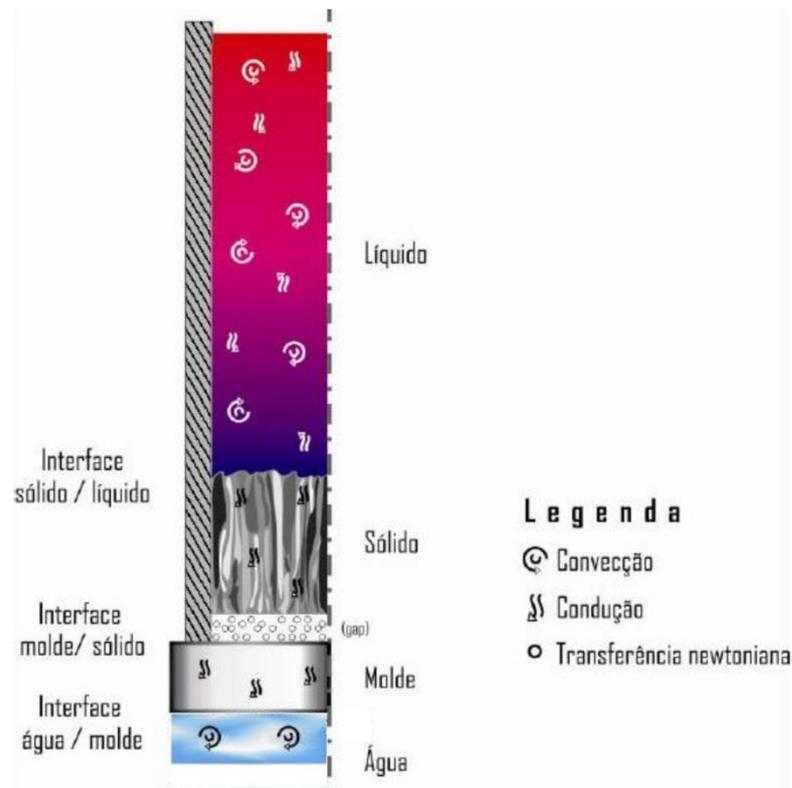


Figura 2.4 – Modos de transferência de calor durante a solidificação direcional. Adaptado de [27].

2.1.4 Correlações Entre Parâmetros Térmicos e Microestrutura

O processo de solidificação de metais e ligas metálicas é descrito por meio de análises de transferência de calor e massa em regime transitório em conjunto com modelos teóricos e/ou experimentais de caracterização de macro e microestruturas. Dessa forma é possível avaliar a influência das variáveis dos processos nas propriedades do produto final, obtendo dessa forma, um controle prévio da produção [20].

As estruturas formadas na transformação líquido/sólido, isto é, estruturas brutas de solidificação, influenciam diretamente as propriedades dos fundidos, produtos trabalhados mecanicamente ou aqueles que serão submetidos posteriormente a tratamentos térmicos. Os estudos da formação destas estruturas possibilitam estabelecer correlações experimentais com as propriedades desejadas nos produtos acabados em relação às variáveis térmicas do processo, como taxas de resfriamento (\dot{T}), velocidades de

deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) ou frente eutética (V_E) e gradientes de temperatura (G).

Nas análises experimentais dos fenômenos da solidificação, a técnica da solidificação unidirecional tem sido bastante utilizada para a caracterização de aspectos da macroestrutura, microestrutura, transferência de calor, análise da segregação de soluto e propriedades mecânicas.

Estudos de solidificação podem ser divididos em duas categorias: aqueles que tratam da solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor e os que tratam a solidificação com o fluxo de calor em regime transitório. No primeiro caso, o gradiente de temperatura no líquido (G_L) e a velocidade da isoterma de transformação (V) são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do experimento, como nos experimentos com a técnica Bridgman/Stockbarger [20]. Nestas condições, é possível determinar relações quantitativas entre os parâmetros microestruturais e as variáveis térmicas de solidificação, analisando a influência de cada uma delas de forma independente, alcançando um mapeamento microestrutural mais amplo da amostra solidificada.

A análise da solidificação em condições transitórias de fluxo de calor é de fundamental importância, uma vez que reflete a realidade de processos industriais que envolvem solidificação [28,29]. Nesta situação, tanto o gradiente de temperatura quanto a velocidade de crescimento variam livremente com o tempo e com a posição dentro do metal.

Nestas condições são poucos os modelos teóricos desenvolvidos, para o crescimento. Os modelos de Hunt-Lu [30] e Bouchard e Kirkaldy [17] são exemplos de modelos de crescimento dendrítico para solidificação em condições transitórias de fluxo de calor, os demais são para regime estacionário. Esses estudos foram capazes de estabelecer relações entre parâmetros estruturais e parâmetros térmicos de solidificação apresentadas na forma generalizada pela Equação 2.2:

$$(\lambda_C, \lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \lambda) = c (V, G, \dot{T})^{-b} \quad (2.2)$$

onde c é uma constante que depende da composição química da liga e b é um expoente determinado experimentalmente, λ_C , λ_1 , λ_2 , λ_3 , λ , são respectivamente, os espaçamentos celulares e dendríticos primários, secundários, terciários e eutético (ou interfásico), G é o gradiente de temperatura, V é a velocidade de solidificação e \dot{T} é a taxa de resfriamento.

As distâncias entre centros de células e de ramificações ou braços dendríticos estão representadas na Figura 2.5.

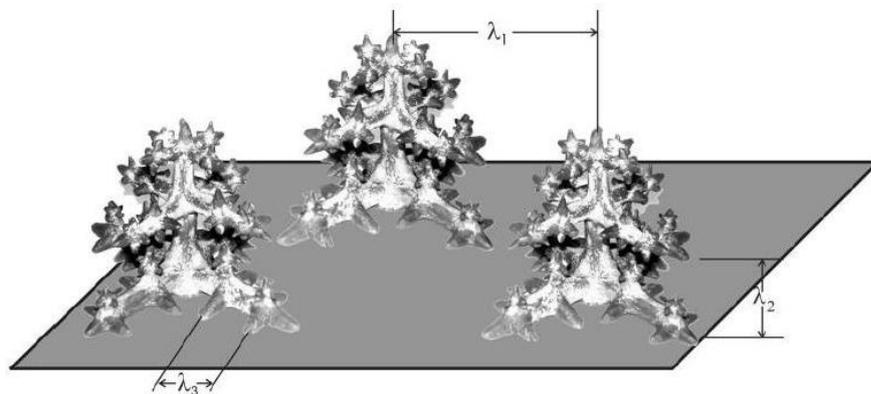


Figura 2.5 – Esquema representativo das ramificações interdendríticas primárias (λ_1), secundárias (λ_2) e terciárias (λ_3) [27].

Hunt [31] foi o pioneiro em desenvolver uma previsão teórica de espaçamentos celulares e dendríticos primários em função da velocidade de crescimento (V_L) e taxa de resfriamento (\dot{T}) da ponta da célula ou dendrita. Várias simplificações de natureza física e matemática são levadas em consideração durante a elaboração deste modelo.

Lapin e colaboradores [32] e Gündüz e Çardili [16] comprovaram que o espaçamento dendrítico primário não é afetado na mesma proporção por G_L e V_L . Posteriormente, Hunt e Lu [30] desenvolveram um modelo numérico também para prever os espaçamentos celulares e dendríticos primários sob regime estacionário e transitório de extração de calor, porém utilizando considerações de naturezas físicas e matemáticas mais próximas da realidade.

Bouchard e Kirkaldy [17] desenvolveram um modelo que denominaram de semiempírico, correlacionando o espaçamento dendrítico primário com os parâmetros térmicos de solidificação para condições de extração de calor em

regime transitório, incorporando a racionalidade e os parâmetros constitutivos dos modelos teóricos desenvolvidos para condições estacionárias de fluxo de calor. Este modelo foi comprovado por Quaresma e coautores [33], no entanto não representou bem os resultados obtidos por Peres [34] em seu estudo de solidificação de ligas hipoeutéticas Al-Si.

Para condições de solidificação com fluxo de calor transitório, Bouchard e colaboradores determinaram relações experimentais do tipo, $\lambda_1 = c(\dot{T})^{-a}$, para ligas binárias à base de alumínio, resumidas na Tabela 2.2 [20].

Tabela 2.2 – Fator exponencial da lei de crescimento dendrítico primário para ligas metálicas solidificadas com condições de extração de calor transiente. Adaptado de [20].

Liga metálica (% em peso)	Relações experimentais
Al-4,0%Cu	$\lambda_1 = c(\dot{T}_L)^{-0,45}$
Al-10,0%Cu	$\lambda_1 = c(\dot{T}_L)^{-0,57}$
Al-1,1%Si	$\lambda_1 = c(\dot{T}_L)^{-0,56}$
Al-2,8%Si	$\lambda_1 = c(\dot{T}_L)^{-0,57}$
Al-0,5%Ni	$\lambda_1 = c(\dot{T}_L)^{-0,48}$

Os espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) também dependem dos parâmetros térmicos de solidificação. A Tabela 2.3 mostra equações experimentais relativas ao crescimento dendrítico secundário de algumas ligas metálicas, em função da taxa de resfriamento (\dot{T}) e o tempo local de solidificação (t_{SL}). O t_{SL} que corresponde à diferença entre os tempos de passagem das isoterma *liquidus* e *solidus* por uma determinada posição (tempo transcorrido do início ao final da solidificação desse ponto). Para solidificação direcional, $t_{SL} = \Delta T / G_L \times V_L = \Delta T / \dot{T}$, onde ΔT é o intervalo de solidificação para condições fora do equilíbrio [20].

Tabela 2.3 – Fator exponencial da lei de crescimento dendrítico secundário para ligas metálicas solidificadas com condições de extração de calor transiente. Adaptado de [20].

Liga metálica (% em peso)	Relações experimentais
	λ_2 (μm); t_{SL} (s); \dot{T} ($^{\circ}\text{C/s}$)
Al-4,5%Cu	$\lambda_2=7,5(t_{\text{SL}})^{0,39}$
Al-Si	$\lambda_2=k(t_{\text{SL}})^{0,43}$, com $k=11,5$ a $k=15,3$
Fe-0,62%C	$\lambda_2=15,8(t_{\text{SL}})^{0,44}$
Fe-C (0,14 a 0,88%C)	$\lambda_2=c(\dot{T})^{-0,39}$

Bouchard e Kirkaldy [17] também desenvolveram uma expressão para o cálculo do espaçamento dendrítico secundário que independe do gradiente térmico e que não considera o fenômeno de engrossamento dos braços secundários, apresentando como única variável de controle do crescimento secundário, a velocidade de deslocamento da ponta da dendrita. Essa expressão é dada pela Equação 2.3.

$$\lambda_2 = 2a_2\pi \left[\frac{4\sigma_{\text{SL}}}{C_0(1-k)^2L_V} \left(\frac{D_L}{v_L} \right)^2 \right]^{1/3} \quad (2.3)$$

Onde: σ_{SL} é a tensão superficial sólido-líquido, D_L é o coeficiente de difusão de soluto no líquido, C_0 é a composição nominal, k_0 é uma constante adimensional L_V é o calor latente na base volumétrica (J/m^3) e a_2 , um fator de calibração usado para ajustar os desvios nos valores de difusividade térmica e de λ_2 [20].

2.1.5 Correlações Entre Microestrutura e Propriedades

A estrutura que se forma imediatamente após a solidificação determina as propriedades do produto final, não somente no caso de peças de fundição que já apresentam essencialmente a forma definitiva, mas também naqueles produtos que serão trabalhados para a produção de chapas, fios ou forjados. As características mecânicas desses produtos dependem do tamanho de grão,

espaçamentos dendríticos, espaçamentos lamelares ou fibrosos, das heterogeneidades de composição química, do tamanho, forma e distribuição das inclusões, de porosidade formada, etc. Todos esses aspectos da microestrutura dependem fortemente das condições de solidificação [20].

A Figura 2.6 é uma representação esquemática das microestruturas de solidificação.

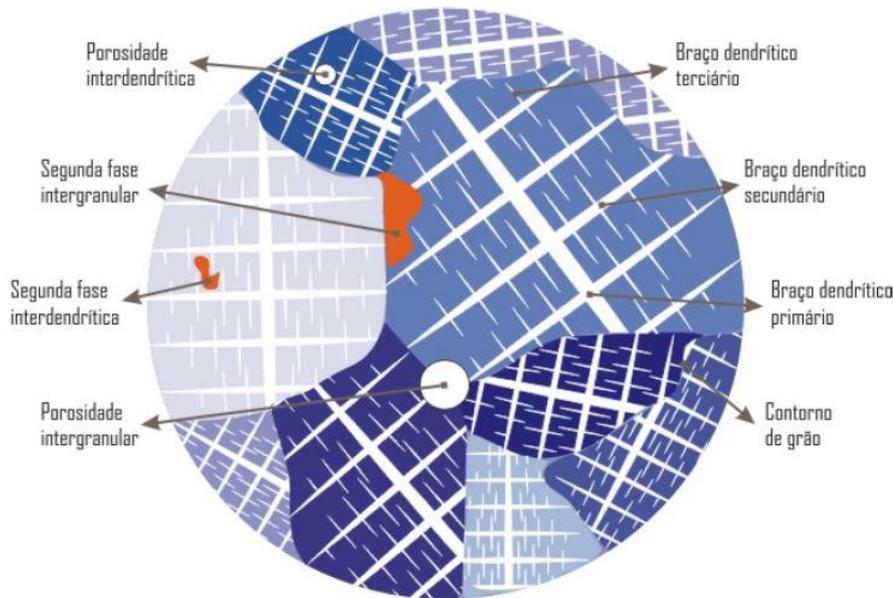


Figura 2.6 – Representação esquemática do arranjo microestrutural de fundidos [27].

A tradicional equação de Hall-Petch [35,36] mostrou que resistência mecânica é proporcional ao inverso da raiz quadrada do diâmetro médio do grão (d). De forma simplificada, para estruturas brutas de fusão, este “ d ” pode ser substituído, por exemplo, por espaçamentos microestruturais, λ , seja ele celular, dendrítico ou interfásico.

Diversos trabalhos foram desenvolvidos no intuito de estabelecer correlações experimentais (tipo Hall-Petch ou Hall-Petch modificada, mostradas na Tabela 2.4) entre propriedades mecânicas de tração (limite de resistência à tração- σ_u , limite de escoamento- σ_e , alongamento específico- δ e dureza Vickers-HV) e parâmetros estruturais como espaçamentos celular, dendrítico e

eutético ($\lambda_C, \lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \lambda$) de ligas Al-Cu [33], Al-Si [37], Zn-Al [38,39], Al-Ni [40] e Al-Fe [41].

Tabela 2.4 – Equações genéricas do tipo Hall-Petch ou Hall-Petch modificada correlacionando propriedades mecânicas ($\sigma_u, \sigma_e, \delta$ e dureza) e parâmetros estruturais ($\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2}$) de ligas solidificadas direcionalmente em regime transitório de fluxo de calor.

Tipo	$\sigma_u, \sigma_e, \delta$ e dureza como função de espaçamentos celulares/dendríticos
Hall-Petch	$\sigma_u = \sigma_{u0} + k(\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2})$
	$\sigma_e = \sigma_{e0} + k(\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2})$
	$\delta = \delta_0 + k(\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2})$
	$HV = HV_0 + k(\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2})$
Hall-Petch modificada	$\sigma_u = \sigma_{u0} + k_1(\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2}) \text{ -/+ } k_2(\lambda_{1,C}^{-1}, \lambda_2^{-1})$
	$\sigma_e = \sigma_{e0} + k_1(\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2}) \text{ -/+ } k_2(\lambda_{1,C}^{-1}, \lambda_2^{-1})$
	$\delta = \delta_0 + k_1(\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2}) \text{ -/+ } k_2(\lambda_{1,C}^{-1}, \lambda_2^{-1})$
	$HV = HV_0 + k_1(\lambda_{1,C}^{-1/2}, \lambda_2^{-1/2}) \text{ -/+ } k_2(\lambda_{1,C}^{-1}, \lambda_2^{-1})$

2.2 Ligas Hipereutéticas Al-Si

As ligas binárias hipereutéticas Al-Si são ligas à base de alumínio com teores de silício acima de 13% (em peso). As estruturas de equilíbrio dessas ligas são conhecidas por meio do diagrama de fases, o qual é bem consolidado na literatura. As fases formadas para concentração acima de 13%Si são partículas primárias de silício (“flakes”) seguida da reação eutética com formação de Al- α e Si. Estas ligas podem apresentar complexas morfologias dos cristais de Si primário, como por exemplo o formato estrela (“starlike”) e lamelar. A morfologia do silício é influenciada por alguns fatores como composição química, taxa de resfriamento e adição de modificadores e/ou refinadores. O Si eutético também apresenta relativa complexidade em suas morfologias, por exemplo, angular, flocular e fibrosa [4].

As ligas hipereutéticas são muito utilizadas e estudadas no setor de transporte devido sua baixa densidade, alta rigidez específica, resistência à alta temperatura, resistência ao desgaste e baixo coeficiente de expansão térmica. Estas propriedades fazem com que essas ligas sejam de grande interesse para esta indústria, pela capacidade de substituir o ferro fundido em peças de motores automotivos, tais como pistões, cilindros, braços e retentores de válvula [2,4,5].

O teor de silício em ligas comerciais Al-Si varia de 4 a 25% de Si (em peso) e são classificados como hipoeutéticas (<12% de Si), eutética (12-13% de Si) e hipereutéticas (14-25% de Si), dependendo da concentração de silício na liga. O diagrama de fases parcial esquemático do sistema binário Al-Si pode ser visto na Figura 2.7. As ligas de composição hipereutética tem seu teor de silício variando entre 14 e 25% de silício em peso no que tangem aplicações comerciais [14].

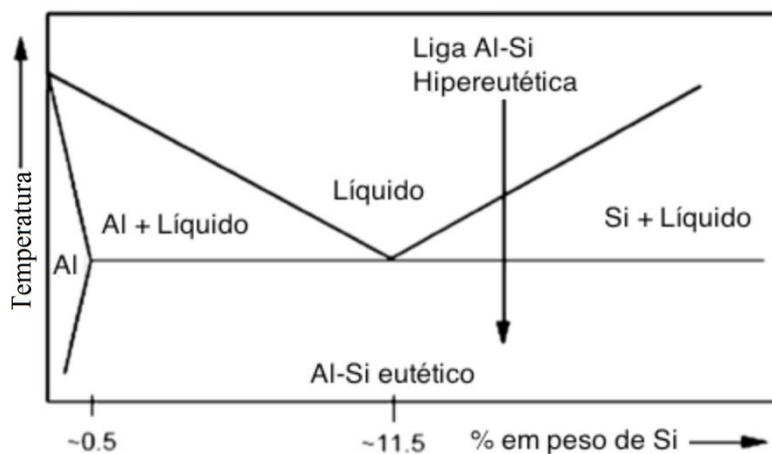


Figura 2.7 – Diagrama de fases esquemático do sistema de ligas Al-Si [14].

É de conhecimento geral que tanto a morfologia do Si primário quanto a morfologia do Si eutético dependem das condições de solidificação, tais como a taxa de resfriamento e velocidade de crescimento do sólido em relação ao líquido, além da presença de agentes modificadores. No entanto, as condições envolvendo taxa de resfriamento e teor de soluto que estabelecem o predomínio de uma determinada morfologia do Si primário sobre outra ainda não são completamente compreendidas [14].

Kang e coautores [42] investigaram as microestruturas de ligas hipereutéticas Al-Si em função da imposição de diferentes super-resfriamentos térmicos (ΔT), atingindo valores de até 125K. A técnica utilizada foi a da emulsificação, por meio da mistura do fundido com um fluido condutor. Para medidas da temperatura de nucleação as gotas foram submetidas à análise térmica. O modelo de Jackson-Hunt (JH) permitiu posteriormente a relação destes valores experimentais de ΔT com a velocidade de crescimento eutético para a liga próxima da composição eutética Al-13%Si. As equações abaixo (2.4 a 2.6) expressam a teoria proposta por JH:

$$\lambda^2 V = \frac{K_c}{K_r} \quad (2.4)$$

$$\frac{\Delta T}{V^{1/2}} = 2(K_c K_r)^{1/2} \quad (2.5)$$

$$\Delta T \lambda = 2K_r \quad (2.6)$$

onde K_r e K_c são constantes em função da liga metálica e composição, V é velocidade de avanço da frente eutética e λ é o espaçamento eutético.

Portanto, a teoria de crescimento eutético JH é aplicável para representar a solidificação eutética Al-Si em condições de resfriamento controlado.

Dessa forma, mapas empíricos de seleção de microestruturas não modificadas Al-Si foram propostos levando em consideração a limitação dos resultados de laboratório. Ou seja, a aplicabilidade desses mapas não foi inteiramente verificada contra resultados industriais. Através do estudo de diferentes composições e valores de super-resfriamento, Kang e coautores propuseram mapas de seleção de microestruturas para as ligas Al-Si hipereutéticas mostrados na Figura 2.8. Observa-se que os valores de super-resfriamento (ΔT) para mudança de morfologia aumentam de acordo com o aumento na concentração de Si na liga hipereutética.

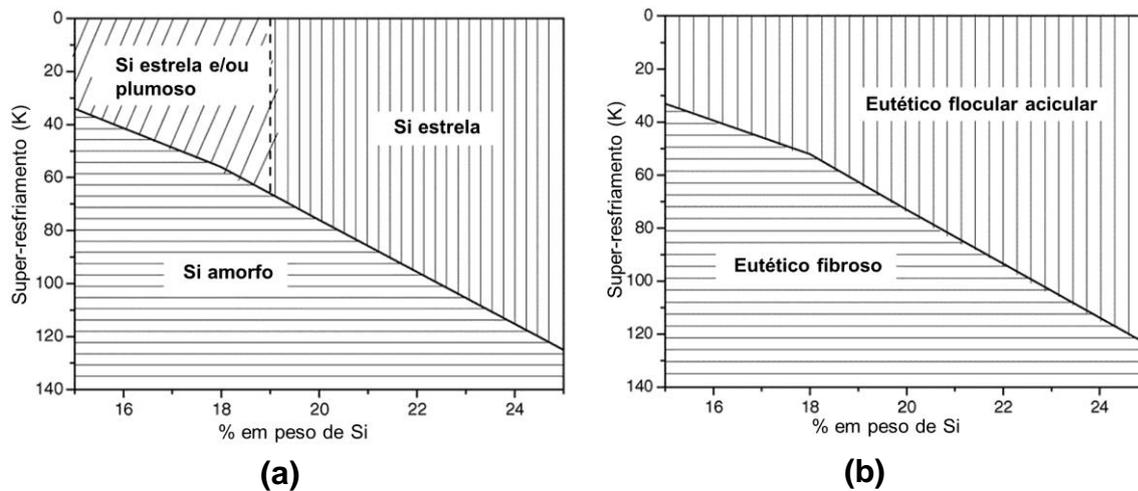


Figura 2.8 – Mapas de seleção de microestrutura das ligas Al-Si hipereutéticas (a) Si primário, (b) Si eutético. Adaptado de [42].

Estudos da literatura afirmam que as propriedades das ligas Al-Si hipereutéticas estão diretamente ligadas às morfologias e distribuição do silício primário na matriz da liga, as quais dependem diretamente da composição química, condições de fusão e de solidificação [7-11]. No entanto, segundo Rao e colaboradores [43] o refino da partícula de Si primário pelas mais diversas técnicas de processamento (envolvendo fusão ou não) é restrito a valores de tamanho entre 5 e 40 μm . Além disso, a fase predominante é a eutética, que também afeta as propriedades das ligas. No entanto, pouco se conhece acerca das características da mistura eutética em ligas Al-Si solidificadas sob diferentes condições de processamento, assim como seus efeitos decorrentes.

De acordo com Koroji e Fredriksson [13] as partículas de silício (Si) primárias na forma de placas são formadas devido à presença de defeitos tipo macla que se organizam paralelamente aos lados mais regulares da partícula. Partículas tipo octaédrica e *star-like* são formadas sob condições em que novas camadas atômicas se desenvolvem em vários lugares nos planos cristalográficos $\{1\ 1\ 1\}$ do silício. No caso de altas taxas de resfriamento (\dot{T}), partículas dendríticas de silício são formadas em função do aumento da supersaturação e crescimento nos vértices da unidade cristalina. Se houver silício suficiente, poderá ocorrer a coalescência dos braços dendríticos

primários. Dendritas facetadas de Si crescem preferencialmente em regiões de menor concentração de silício em ligas Al-Si.

De um modo geral, a microestrutura de uma liga Al-Si hipereutética apresenta fases conhecidas como partículas de silício primário (PSC), silício eutético e dendritas Al- α , conforme mostra a Figura 2.9.

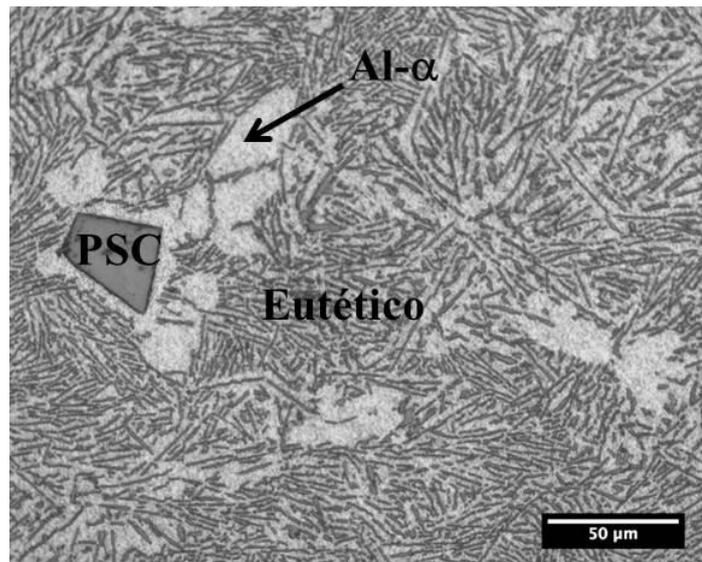
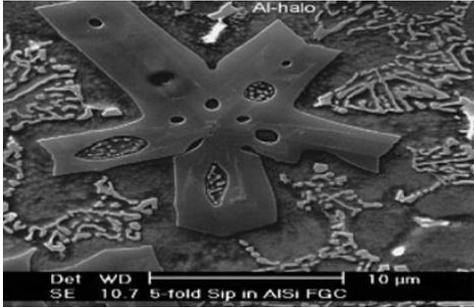
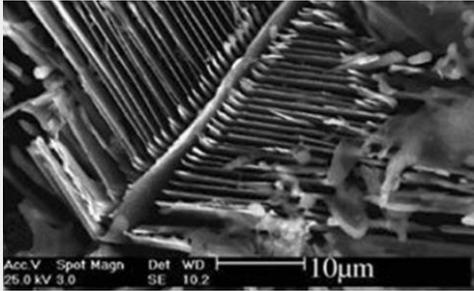
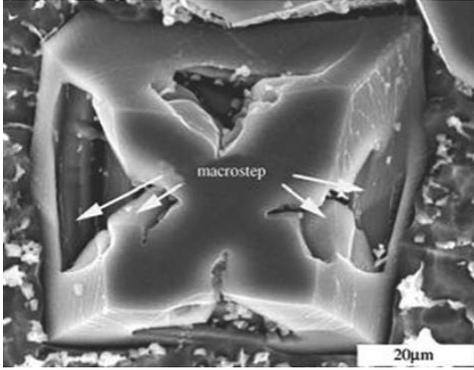
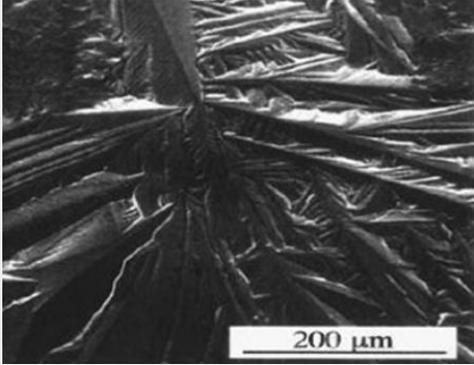
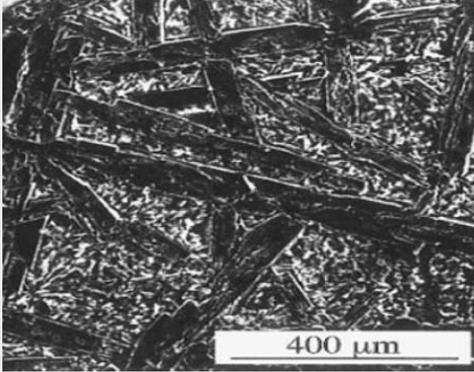


Figura 2.9 – Microestrutura representativa de uma liga Al-Si hipereutética fundida.

As morfologias do Si primário encontradas nas microestruturas das ligas Al-Si hipereutéticas fundidas são bastante variáveis de acordo com as condições de solidificação como taxas de resfriamento, presença de impurezas e facilidade de nucleação das partículas de silício. Essas variáveis fazem com que as partículas primárias de silício cresçam em diferentes tamanhos e formas, sendo as morfologias do Si primário classificadas em seis tipos diferentes, conforme especificado na Tabela 2.5 a seguir.

Tabela 2.5 – Resumo das morfologias do silício primário em ligas Al-Si (modificadas ou não) e das condições básicas reportadas na literatura para o desenvolvimento de cada uma delas.

Morfologia	Condições	Composição Química	Ref.
<p>Si Estrela</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Baixas taxas de resfriamento durante a solidificação. - Ligas Al-Si não modificadas. - O valor do super-resfriamento para formação dessa fase aumenta com aumento do silício e se atingidos valores críticos o Si passará a apresentar-se na forma de cristais maciços. 	40% Si 13,18,20,25 % Si 15, 75%Si	[44] [45]
<p>Si plumoso</p> 	<ul style="list-style-type: none"> -Superaquecimento superior a 100°C: estudos indicam que as temperaturas impostas à liga Al-Si no estado líquido podem afetar a morfologia do Si devido à formação preliminar de clusters dessa fase. - Pode ocorrer mesmo na presença de agitação e vibração eletromagnética. 	17% Si	[46]
<p>Si Poliédrico</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Adição de Fósforo. - No caso da liga hipereutética Al-18%Si foi reportada para taxa de resfriamento da ordem de 2,0K/s. - A formação de cristais octaédricos perfeitos depende da rejeição de impurezas e da velocidade de crescimento dos planos. 	18% Si 18,3% Si 20% Si	[11] [47]

Morfologia	Condições	Composição Química	Ref.
<p>Silício dendrítico</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Ligas modificadas com Sr. - Baixos valores de super-resfriamento: <math><10^{\circ}\text{C}</math>. - O estrôncio (Sr) inibe os defeitos de macla e facilita o crescimento de estruturas ramificadas. 	<p>20% Si +0,2% Sr</p>	<p>[48] [49]</p>
<p>Silício esferoidal</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Ligas modificadas com Na. - A presença de sódio inibe a formação de maclas e quanto maior a quantidade de Na menor a densidade de maclas presentes na partícula. 	<p>16 e 20% Si</p>	<p>[47] [50] [51]</p>
<p>Silício na forma de placas</p> 	<ul style="list-style-type: none"> - Baixos super-resfriamentos e baixas taxas de resfriamento favorecem sua formação. - Comumente identificado em ligas Al-Si hipereutéticas não modificadas. 	<p>18.3% Si 50% Si</p>	<p>[11] [49] [51]</p>

Korojy e Fredriksson [13] demonstraram também que a fração volumétrica de Si primário diminuiu com o aumento da taxa de resfriamento para ligas entre Al-15%Si e Al-18%Si. O aumento do superaquecimento também teve efeito perceptível, modificando a morfologia do Si de

dendrítica/octaédrica para placas para estas mesmas ligas mencionadas (ligas entre Al-15%Si e Al-18%Si). No caso de baixas taxas de resfriamento (0,1K/s) a morfologia do silício foi modificada de dendrítica para placas considerando altos valores de superaquecimento, com temperaturas do líquido acima de 850°C. No caso da aplicação de altas taxas de resfriamento (50K/s) foi notado que a precipitação de partículas primárias foi dificultada para as ligas Al-15%Si e Al-18%Si. No caso de ligas Al-25%Si nenhuma correlação foi possível entre superaquecimento e fração volumétrica das partículas de Si primário. No entanto, o aumento da taxa de resfriamento propiciou modificação no tamanho das partículas de silício, passando de grosseiras para refinadas.

Nikanorov e coautores afirmam em seu estudo [52] que tanto as microestruturas quanto as propriedades mecânicas de liga hipereutéticas Al-Si com teor de silício acima de 19% (em peso) não foram completamente ou satisfatoriamente investigadas. De acordo com estes mesmos autores, a resistência mecânica de ligas hipoeutéticas Al-Si tende a crescer com aumento de Si ao passo que no caso das ligas hipereutéticas ocorre o contrário. Ficou demonstrado que o valor limite de tensão entre os campos elástico e plástico durante ensaio de tração de ligas hipereutéticas diminui com aumento do teor de Si (20-35%Si). Tal comportamento foi atribuído ao aumento de área interfacial entre as partículas de Si e o eutético.

Em estudo realizado por Li e coautores [9], foram reportados os efeitos do superaquecimento, resfriamento do líquido e taxa de resfriamento no processamento da liga Al-16%Si (em peso). Se considerado baixo nível de superaquecimento (<80°C), o resfriamento do líquido e as taxas de resfriamento e velocidade de solidificação afetam decisivamente a microestrutura. Já no caso de elevados superaquecimentos, os efeitos reportados na microestrutura são atenuados e menos sensíveis aos parâmetros mencionados.

Calvo-Dahlborg e coautores estudaram, através da difração de nêutrons, a estrutura durante o ciclo térmico da liga eutética $Al_{87,8}Si_{12,2}$ (% atômica). O estudo mostrou que após o aquecimento acima da temperatura *liquidus*, a liga apresentou partículas de 2 tipos, sendo elas partículas ricas em alumínio e

partículas ricas em silício, sendo as de silício parcialmente dissolvidas após aquecimento. Além disso, o estudo aponta a presença de duas temperaturas acima da temperatura *liquidus*, quais sejam: uma temperatura de dissolução, T_d , na qual a microestrutura do material fundido proveniente do lingote começa a dissolver e uma temperatura de ramificação, T_b , na qual o fundido atinge a completa dissolução [53].

Posteriormente Dahlborg e colaboradores [54] verificaram, através da técnica SANS (*Small Angle Neutron Scattering*), para diferentes composições de ligas Al-Si (Al-7%Si, Al-12,2%Si e Al-20%Si) a variação das microestruturas durante os ciclos térmicos. Nesse estudo, os autores buscam oferecer um panorama geral envolvendo a compreensão da morfologia e propriedades físicas das ligas Al-Si de composições diferentes e produzidas sob diversas condições. Seus resultados mostraram que existem partículas de diversos tamanhos para as diferentes composições e que sua distribuição varia durante os ciclos térmicos acima do ponto de fusão. Para a liga hipereutética Al-20%Si, após a fusão, foi observada a existência de duas famílias de tamanhos de partículas, entre 60 e 120nm e menores que 6nm e ambas reduziram seu tamanho ao nível mínimo após aquecimento à 1066K (793°C).

Elzanaty [6] verificou em seu estudo, sobre efeito da composição em propriedades mecânicas de ligas fundidas Al-Si, que a distribuição de silício na liga permanece homogênea ao se variar a composição e que ocorre o aumento da quantidade de silício primário com o aumento dos teores de silício na liga. Considerando ligas hipereutéticas, foi reportado que os valores de dureza aumentaram com o aumento do teor de silício, ao contrário do alongamento específico, limite de resistência à tração e densidade que diminuíram com o aumento dos teores de silício nas ligas. A Figura 2.10 mostra alguns resultados obtidos no referido estudo.

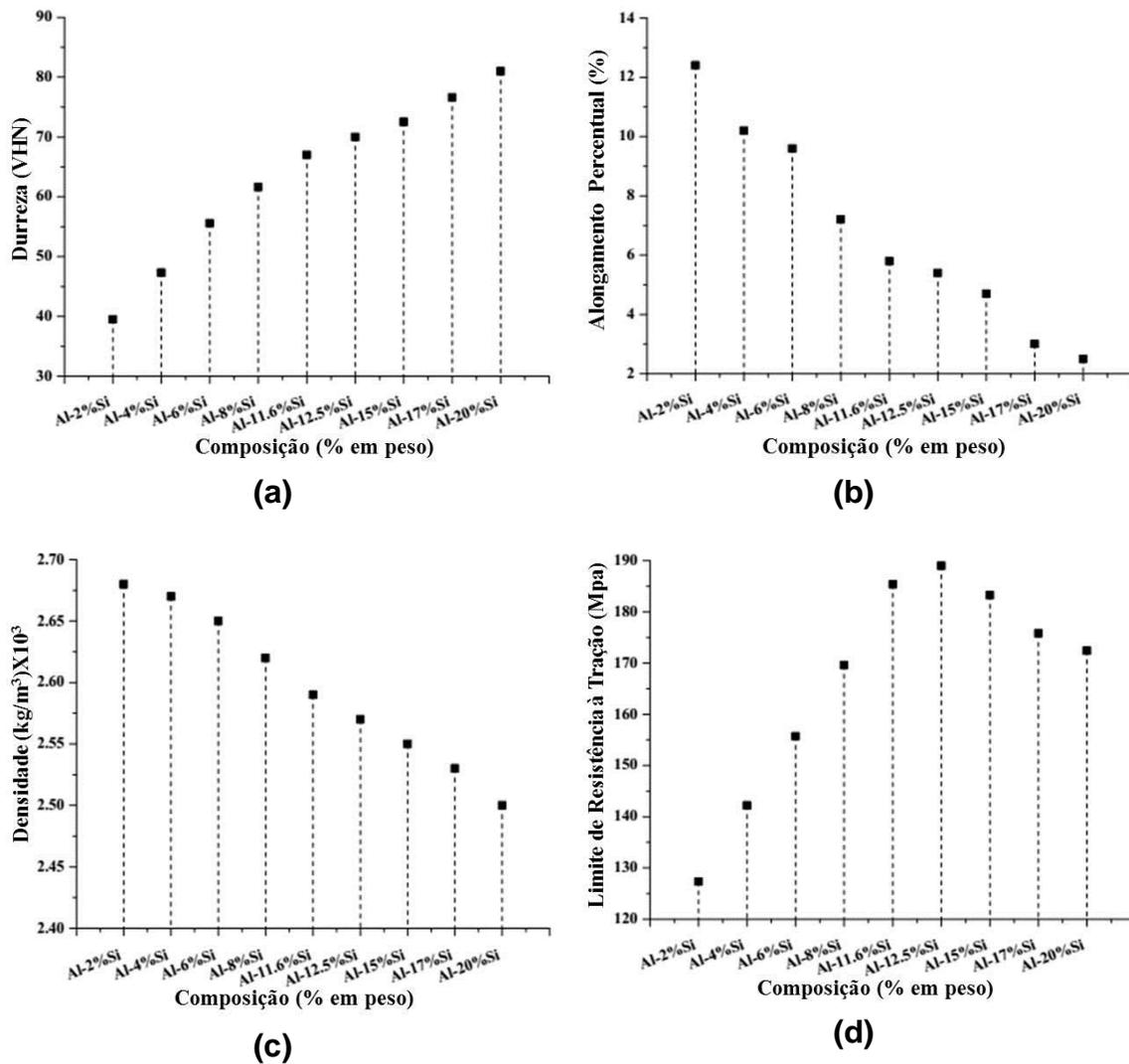


Figura 2.10 – Propriedades mecânicas em função da variação composicional (a) Dureza Vickers; (b) Alongamento específico percentual; (c) Densidade; (d) Limite de resistência à tração. Adaptado de [6].

Em estudo recente Rao e coautores, fizeram uso da técnica *friction stir processing* (FSP) na liga hipereutética Al-30%Si [43] buscando aumento da ductilidade de ligas hipereutéticas Al-Si. Verificaram o refino microestrutural causado por meio de sucessivos passes de FSP e seu efeito nas propriedades de tração. A Tabela 2.6 mostra um resumo das microestruturas e propriedades mecânicas reportadas da literatura para algumas ligas hipereutéticas Al-Si e com diferentes composições e formas de obtenção, como por exemplo: fundição convencional, pelo processo *squeeze casting* (SC) e FSP. Para cada passe de FSP, os autores obtiveram melhorias das propriedades mecânicas e

aumento da fração volumétrica de silício primário, tais resultados estão apresentados na Tabela 2.7.

Tabela 2.6 – Resumo contendo aspectos microestruturais e propriedades mecânicas de ligas hipereutéticas Al-Si obtidas por diferentes rotas de processamento (LRT – limite de resistência à tração). Adaptado de [43].

Liga	Tamanho das partículas de Silício (μm)	LRT (MPa)	Ductilidade (%)
Al-20Si	75-350	43	1,67
Al-28Si-5Cu-4Fe	150-250	163-356	6,53-16,67
Al-50Si	38-171	26-160	-
Al-18Si (SC)	25	205	3,5
Al-30Si (Fundida)	188 \pm 20	-	-
Al-30Si (FSP)	1,3 \pm 0,95	-	-

Tabela 2.7 – Variação da fração volumétrica de Si primário, limite de resistência à tração e ductilidade em função dos passes de FSP em uma liga hipereutética Al-30Si. Adaptado de [43].

n° passes FSP	Fração volumétrica de Si primário (%)	LRT (Mpa)	Ductilidade (%)
0	35 \pm 4	56	<2
1	55 \pm 5	135	~8
2	59 \pm 3	170	~12
3	61 \pm 5	205	~15

O sistema Al-Si não é um sistema completamente compreendido, o que demanda investigações tanto com ênfase em aspectos microestruturais tanto relacionando microestrutura vs. propriedades.

Estudos recentes buscam caracterizar as ligas hipereutéticas Al-Si por meio da reconstrução e visualização em 3D tanto das partículas de Si primário quanto do silício eutético, contribuindo na busca do controle da formação dessas microestruturas [55,56].

Agulhas grosseiras de silício eutético podem causar a fragilização das ligas Al-Si, reduzindo o campo de aplicações possíveis. Micro adições de elementos ternários, métodos de solidificação rápida e técnicas de metalurgia do pó tem sido tentadas com a finalidade de melhorar a ductilidade, que é considerada a maior limitação destas ligas [57-59].

O Al-Si eutético se enquadra na categoria dúctil/frágil dependendo do compósito formado. Seu comportamento é complicado, pois com o aumento da velocidade de crescimento e se o gradiente térmico diminui, a morfologia do Si eutético muda de Si-angular para agulhas de Si ou Si fibroso, além de surgirem morfologias complexas em áreas ricas em Si [60].

2.3 Ligas Hipoeutéticas e Eutéticas Al-Si

Em 2014 o Brasil produziu 962,0 mil toneladas de alumínio primário e 1381,6 mil toneladas de produtos transformados de alumínio (chapas, extrudados, fios, cabos, fundidos e forjados, dentre outros). Desse total de transformados 33,3% são consumidos em embalagens, 17,0% transportes, 16,2% na construção civil e o restante em eletricidade, bens de consumo, máquinas e equipamentos dentre outros. Além disso, no mesmo ano, o país reciclou 540 mil toneladas de alumínio, 289,5 mil toneladas referentes à sucata de latas de alumínio para bebidas, correspondendo a 98,4% do total de embalagens consumidas em 2014. Esses índices mantêm o Brasil desde 2001 na liderança mundial de reciclagem [61].

Para processos de fundição de ligas Al-Si sob baixas taxas de resfriamento (moldes de areia, gesso) a faixa de composições usuais vai de 5 a 7% em peso de Si, para moldes permanentes de 7 a 9% Si e para fundição sob pressão de 8 a 12% [62].

Não existe um sistema mundial de designação para ligas de alumínio, a realidade é que muitos países possuem seu próprio sistema. As designações da *Aluminum Association* (EUA) é descrita na Tabela 2.8, mostrando os elementos principais de cada série das ligas de alumínio [1].

Tabela 2.8 – Designação da Aluminum Association para ligas de alumínio. Adaptado de [1].

Séries	Ligas
1XX	>99,0% Al
2XX	Al-Cu
3XX	Al-Si-Mg, Al-Si-Cu, Al-Si-Cu-Mg
4XX	Al-Si
5XX	Al-Mg
7XX	Al-Zn
8XX	Al-Sn

As ligas eutéticas Al-Si são, dentre as ligas de fundição de alumínio, as mais amplamente utilizadas atualmente. O refino da morfologia do silício eutético através da modificação tem sido extensivamente utilizado na indústria desde 1970 para melhorar as propriedades mecânicas do fundido [63].

Pode-se conseguir a modificação de forma natural pela imposição de altas velocidades de solidificação ou pela adição de agentes químicos modificadores quando tratar-se de um típico processo de resfriamento lento, como fundição em moldes de areia. Uma série de elementos químicos tem capacidade de modificar a estrutura do eutético, mas somente o sódio e o estrôncio produzem uma ação modificadora forte nas baixas concentrações que são exigidas para aplicações comerciais. Ambos os efeitos modificadores (natural e químico) transformam os veios de silício em uma forma fibrosa e ramificada envolvida pela matriz metálica na forma de uma estrutura composta e que apresenta um nível muito melhor de propriedades e características como limite de resistência à tração, ductilidade, dureza e usinabilidade [20].

Kaya e coautores realizaram estudo [64] de solidificação direcional ascendente da liga eutética Al-12,6%Si. Utilizando um forno tipo Bridgman os autores buscaram investigar as relações entre gradiente térmico (G), velocidade de crescimento (V) e espaçamento eutético (λ) com a microdureza (H_v). A liga foi solidificada com uma velocidade de crescimento constante ($8,3 \times 10^{-3}$ mm/s) e submetida a diferentes gradientes térmicos (2,0 – 7,8 K/mm). Também foi aplicado um gradiente constante de temperatura (7,8 K/mm) com diferentes velocidades de crescimento ($8,3 - 498,7 \times 10^{-3}$ mm/s). O estudo

mostrou que os valores de microdureza (H_V) aumentaram, conforme foi aumentado o gradiente térmico, e diminuíram na medida em que o espaçamento lamelar foi aumentado.

Em estudo recente, Carvalho e seus colaboradores [65] investigaram a influência de parâmetros térmicos (coeficientes de transferência de calor, velocidades de crescimento, taxas de resfriamento, gradientes térmicos e composição) na transição colunar para equiaxial (TCE) da solidificação direcional horizontal em estado não estacionário para ligas hipoeutéticas Al-Si (Al-3%Si, Al-7%Si e Al-9%Si). O estudo não apontou uma alteração significativa da TCE, que ocorreu com taxas de resfriamento entre 0,35 e 0,64 K/s, para todas as ligas estudadas, porém buscando relacionar o trabalho com estudos anteriores de solidificação direcional vertical ascendente, os resultados mostraram que o final da região colunar, durante a solidificação direcional horizontal, é abreviado como resultado do gradiente térmico 6 vezes maior do que os encontrados nos casos de solidificações unidirecional vertical.

Peres e coautores [34] realizaram estudo do desenvolvimento macro e microestrutural, em ligas hipoeutéticas Al-Si (com 3, 5, 7 e 9% de Si em peso) obtidas por solidificação direcional vertical ascendente em regime não estacionário. Combinando uma abordagem teórica e experimental, foram determinadas quantitativamente as variáveis térmicas de solidificação, como coeficientes de transferência de calor metal/molde, velocidades de crescimento, gradientes térmicos, taxas de resfriamento e tempos locais de solidificação.

A análise macroestrutural mostrou que, para todas as ligas estudadas, a transição colunar-equiaxial ocorreu na mesma posição em relação à base refrigerada do lingote, e não foi possível identificar um critério de transição estrutural baseado nas variáveis térmicas consideradas. A análise microestrutural das ligas testadas, sob condições de regime transitório, deu ênfase aos espaçamentos dendríticos e suas dependência das variáveis térmicas de solidificação e conteúdo de soluto na liga. Espaçamentos primário e secundário diminuíram na medida em que a taxa de resfriamento e velocidade crescimento aumentaram. Os espaçamentos primários foram

considerados independentes da composição e os secundários diminuíram à medida que foi aumentado o teor de soluto das ligas examinadas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste estudo foi utilizada uma metodologia onde as seguintes etapas experimentais foram desenvolvidas:

- i. Solidificação unidirecional vertical ascendente das ligas binárias Al-15%Si e 18%Si em dois níveis de superaquecimento cada ($\Delta T_v=6\%$ e 23% acima da temperatura *liquidus* de cada liga), em regime transiente de extração de calor;
- ii. Determinação de parâmetros térmicos da solidificação transitória: (V_E e \dot{T}_E) (velocidade de avanço da isoterma eutética e taxa de resfriamento eutético);
- iii. Mapeamento da morfologia microestrutural ao longo do comprimento dos lingotes solidificados unidirecionalmente;
- iv. Determinação das correlações dos espaçamentos eutéticos (λ_E) com os parâmetros térmicos de solidificação (V_E e \dot{T}_E) para as ligas analisadas e estabelecer leis experimentais de crescimento;
- v. Realização de ensaios de tração nas 2 ligas Al-Si testadas em 2 condições: Al-15%Si/ $\Delta T_v=6\%$; Al-18%Si/ $\Delta T_v=6\%$; Al-15%Si/ $\Delta T_v=23\%$ e Al-18%Si/ $\Delta T_v=23\%$, em amostras representativas da faixa de variação microestrutural;
- vi. Determinação de leis experimentais correlacionando propriedades de tração com espaçamento microestrutural (λ_E).

Os detalhes estão representados no fluxograma simplificado da Figura 3.1.

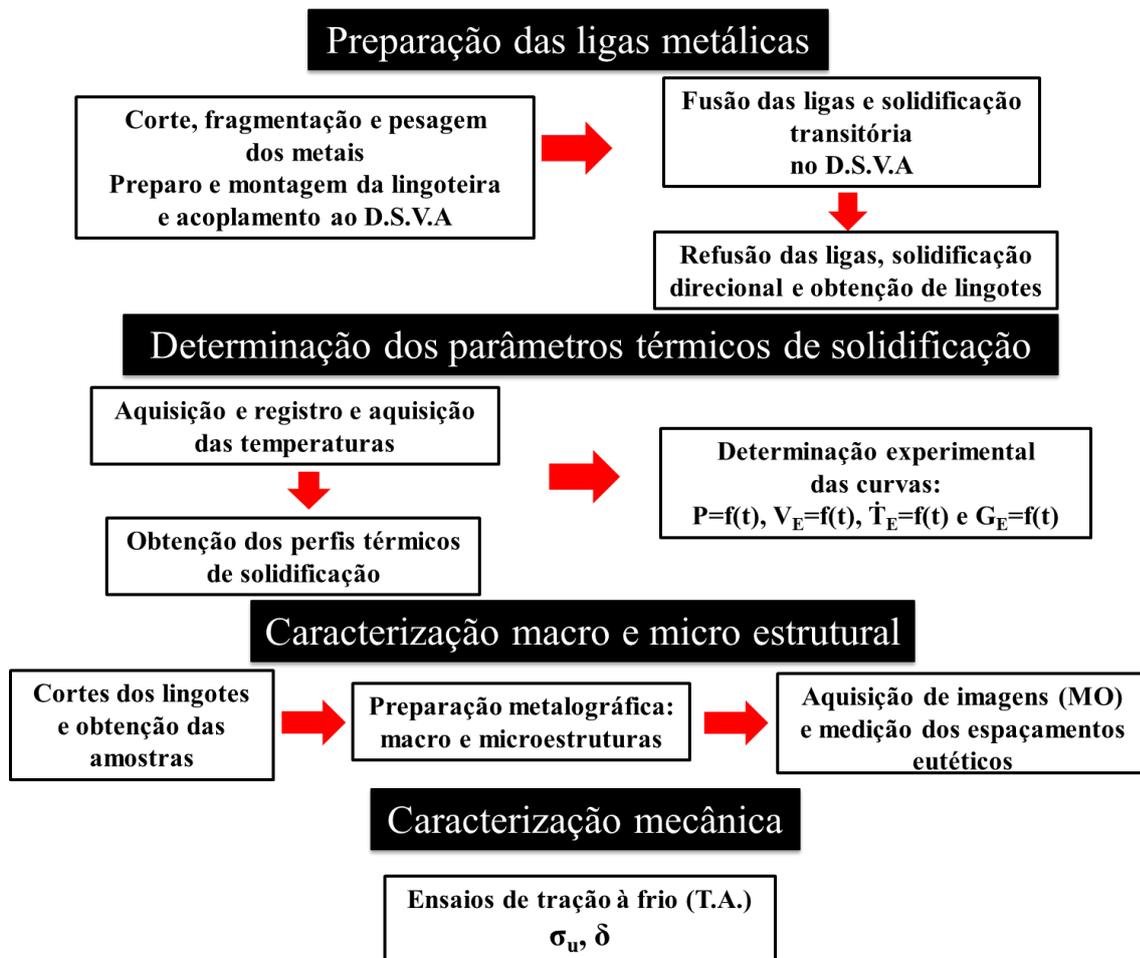


Figura 3.1 – Fluxograma do procedimento experimental do presente trabalho de Mestrado. Onde: D.S.V.A - Dispositivo de solidificação vertical ascendente; T.A. – temperatura ambiente; σ_u – limite de resistência à tração σ_e – limite de escoamento e δ – alongamento específico.

3.1 Equipamentos e Materiais Utilizados

Os cortes do alumínio puro foram feitos utilizando uma serra de fita da marca Franho, modelo FM-50 e o silício granulado foi fragmentado em pequenos pedaços para facilitar a dissolução deste componente na etapa de fundição. Conhecendo a capacidade volumétrica da lingoteira e do cadinho de carvão de silício, foi calculada a quantidade de metal líquido para preencher tanto a lingoteira quanto o cadinho utilizado para determinação prévia da temperatura *liquidus* (T_L). Essa etapa contribui ainda para minimizar desperdícios de itens experimentais. A determinação experimental da T_L é de

fundamental importância para o cálculo dos valores de superaquecimento do metal líquido.

Após essa etapa foram feitas as pesagens dos metais em uma balança eletrônica de precisão, visando obter uma exata estequiometria das massas na elaboração das ligas. Os metais puros (Alumínio: 99,83% e Silício: 99,01%) foram inseridos em um forno de indução da marca Indutherm VIP, modelo Power-trak 50-30R para a fusão e obtenção das ligas binárias (Al-15%Si e Al-18%Si).

Inicialmente fundiu-se o alumínio completamente para depois adicionar-se o silício fragmentado reduzindo a ocorrência de silício ainda em estado sólido na parte inferior do fundido. Uma vez fundidas as ligas, foram submetidas a um processo de desgaseificação com gás argônio por aproximadamente 10 minutos. A desgaseificação é uma etapa importante para remover o hidrogênio solubilizado no alumínio, evitar porosidades no lingote a ser formado que prejudicam as propriedades mecânicas das ligas de alumínio [1].

Após essas etapas uma parte do metal líquido é vertida na lingoteira acoplada ao dispositivo de solidificação direcional e a outra em um cadinho de carvão de silício com um termopar fixado em seu interior. Depois de solidificado, o aquecimento por resistências do dispositivo de solidificação direcional é acionado e o lingote é refundido. O aquecimento é novamente desligado e a temperatura do metal fundido começa a cair lentamente. Ao atingir a temperatura do superaquecimento desejado, verificado através do primeiro termopar mais próximo à base, a refrigeração forçada à água é acionada e passa a resfriar a chapa molde (base) montada sob a lingoteira. O resfriamento forçado permanece acionado até a completa solidificação dos lingotes.

As temperaturas no interior das lingoteiras (ou seja, no metal líquido) são medidas com termopares posicionados no seu interior de maneira que se possam obter as temperaturas do metal líquido em diferentes posições ao longo do lingote, porém, posicionados visando preservar parte do volume de metal solidificado que será utilizado posteriormente para preparo de corpos de

prova de tração. Os termopares utilizados neste experimento são da marca ECIL do tipo K, isto é, constituído de termoelementos Chromel/Alumel, faixa de utilização de 0°C a 1260°C e limite de erro de $\pm 2,2^\circ\text{C}$. Todos os termopares são conectados ao sistema de aquisição de dados e este ao computador.

O sistema de aquisição de dados, para registro dos perfis térmicos, é da marca ALMEMO, modelo 2890-8 com resolução de leitura de um ponto por segundo e permite a aquisição de temperatura de até nove canais de entrada e dois canais de saída. Este sistema possui um software, do mesmo fabricante, que realiza as medições das temperaturas dos termopares em tempo real e permite que esses dados sejam armazenados e manipulados no computador.

3.2 Dispositivo De Solidificação Vertical Ascendente

Uma representação esquemática do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente é feita na Figura 3.2. O metal é fundido dentro do dispositivo e quando a temperatura atinge certo valor, a solidificação é iniciada através do acionamento de um jato água na parte inferior do molde. Assim, a solidificação se desenvolve de forma vertical, de baixo para cima. Uma série de termopares é inserida no metal em diferentes posições ao longo da lingoteira para posterior análise da evolução térmica do processo. Os dados são armazenados em um computador e posteriormente utilizados para levantamento das variáveis térmicas de solidificação.

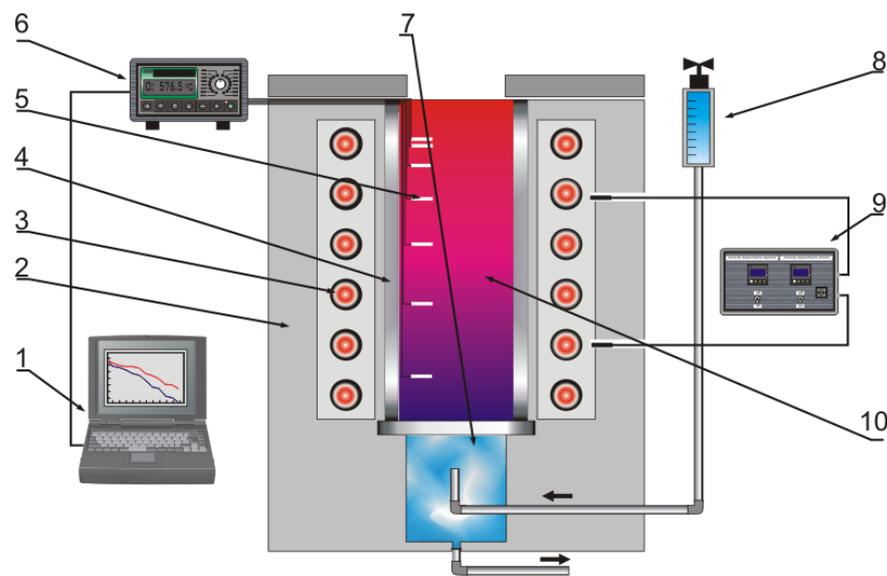
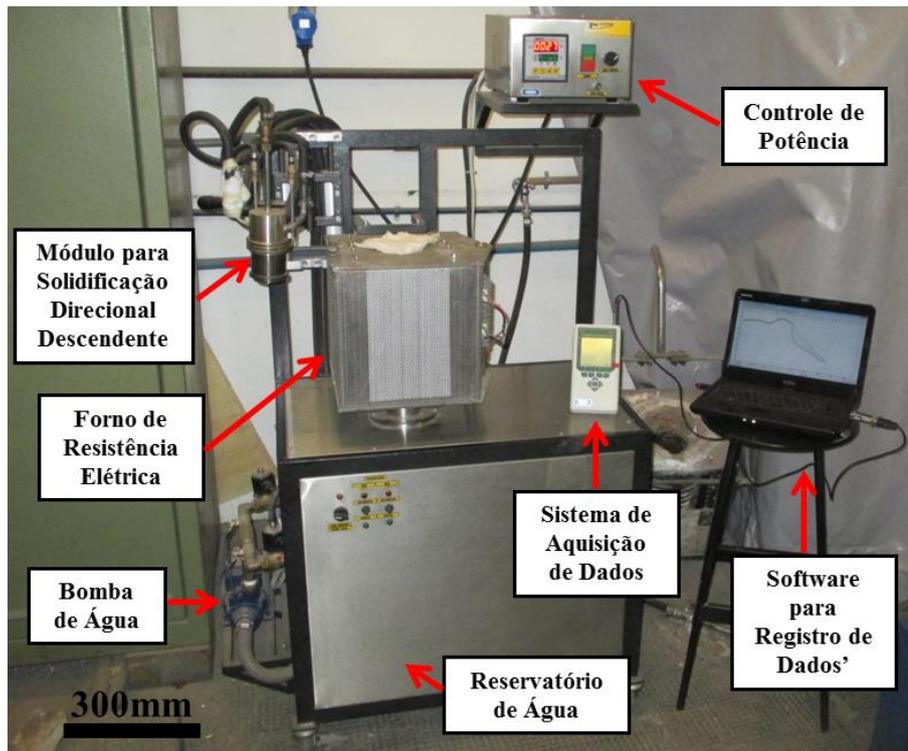
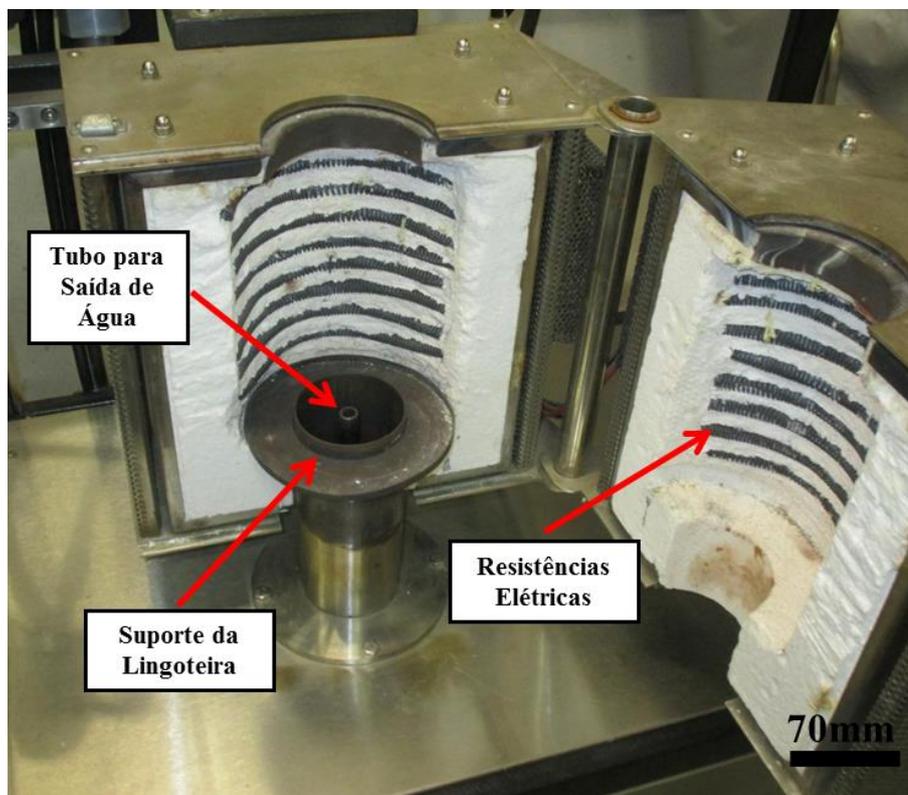


Figura 3.2 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente (refrigerado): 1. Aquisição via computador; 2. Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida em aço inoxidável AISI 310; 5. Termopares; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Chapa molde em aço carbono 1020 ou em Cu eletrolítico; 8. Rotâmetro; 9. Controlador de potência do forno; 10. Metal líquido [66].

O equipamento utilizado na solidificação direcional ascendente é mostrado na Figura 3.3. Consiste em um forno, onde o aquecimento é realizado em por resistências elétricas montadas dentro de uma cerâmica refratária formando uma cavidade cilíndrica onde a lingoteira é posicionada. O equipamento conta com um controlador de potência que permite a obtenção de diferentes temperaturas de superaquecimentos no metal líquido dos experimentos realizados.



(a)



(b)

Figura 3.3 – (a) Dispositivo de solidificação vertical ascendente (D.S.V.A) e itens da montagem do sistema; (b) Detalhe da parte interna do forno.

A lingoteira utilizada nos experimentos, representada pela Figura 3.4, é feita em aço inoxidável AISI 310 e a chapa molde de aço carbono 1020 com 3mm de espessura, a qual foi lixada sucessivamente com lixas de granulação 240 até 1200 mesh (com exceção da lingoteira usada para o preparo da liga Al-15%Si com $\Delta T_v=23\%$, que foi lixada até 400 mesh para forçar baixas taxas de resfriamento). As lingoteiras montadas contém 8 furos de 1,5mm de diâmetro utilizados para a fixação dos termopares. As dimensões da lingoteira de aço inoxidável são: 60mm de diâmetro interno, 157mm de altura e 5mm de espessura de parede.

As paredes internas da lingoteira foram revestidas com uma camada de aproximadamente 1,5mm de cimento a base de fibra cerâmica sílico-aluminosa QF-180. O revestimento tem a finalidade de minimizar o fluxo de calor na direção radial, vedar a lingoteira para evitar vazamentos do metal líquido e facilitar a desmoldagem dos lingotes sólidos. Após o fechamento das lingoteiras, com os termopares devidamente posicionados, foram revestidas também, externamente, todas as partes sujeitas a possíveis vazamentos de metal líquido.

A montagem das lingoteiras sobre as chapas molde é representada pela Figura 3.4 (c) , assim como os furos de fixação dos termopares e suas posições em relação à chapa molde (Figura 3.4 (b)).

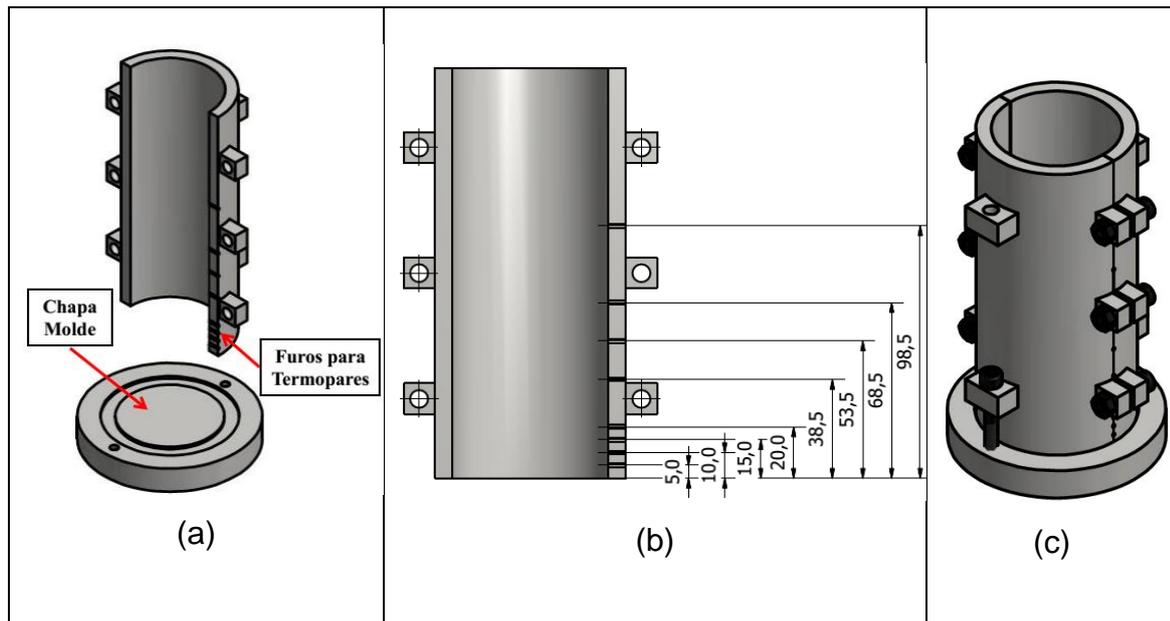


Figura 3.4 - (a) Componentes da Lingoteira; (b) Detalhe das posições dos furos para os termopares em relação à base do dispositivo; (c) Lingoteira montada para solidificação vertical ascendente em regime transitório (dimensões em mm).

A Figura 3.5 mostra a lingoteira após o experimento de solidificação direcional, o lingote gerado a partir do experimento de solidificação direcional e o cadinho utilizado para determinação da temperatura *liquidus* (T_L).

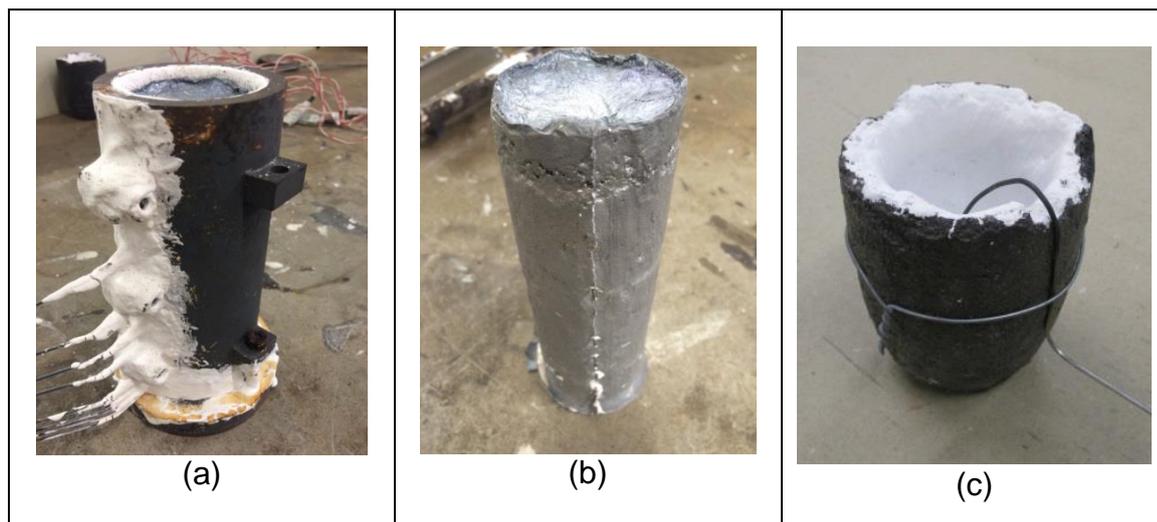


Figura 3.5 - (a) Lingoteira após experimento de solidificação direcional transitória da liga Al-15%Si. (b) Lingote da liga Al-15%Si obtido ao final do experimento de solidificação unidirecional. (c) Cadinho com termopar inserido, para obter a T_L .

3.3 Determinação Experimental das Variáveis Térmicas de Solidificação

3.3.1 Determinação Experimental da Temperatura Liquidus

O ponto de partida para o experimento de solidificação direcional é a aquisição das temperaturas *liquidus* (T_L) das ligas, com elas em mãos, foi possível calcular o superaquecimento que foi aplicado em cada liga (6 e 23% acima de T_L). As temperaturas *liquidus* foram adquiridas através da análise da curva de resfriamento obtidas durante o resfriamento lento (taxas de resfriamento inferiores a $1^\circ\text{C}/\text{min}$) do metal líquido que foi vertido nos cadinhos de carbeto de silício com um termopar tipo K fixo em seu interior. Os cadinhos foram envolvidos com lã de rocha, para aumentar o isolamento térmico, e alocados dentro do mesmo forno de indução, onde as ligas foram anteriormente preparadas.

A Figura 3.6 mostra uma curva de resfriamento típica da liga Al-15%Si. Nela é possível verificar a temperatura liquidus, T_L , representada pela região onde ocorre a primeira recalescência da curva. Na curva de resfriamento é possível também observar o patamar eutético a 577°C .

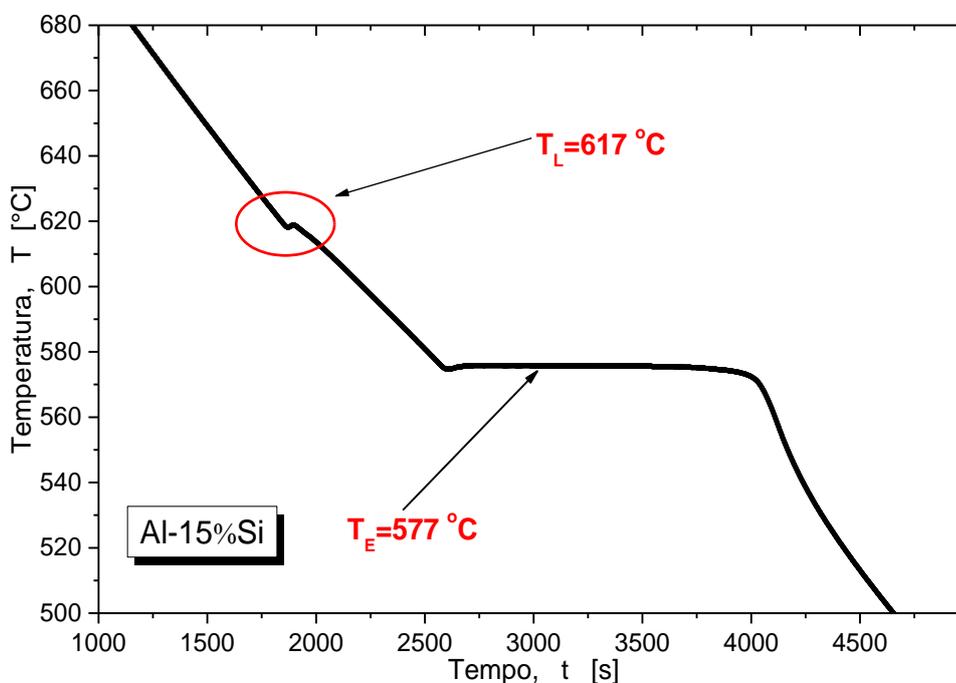


Figura 3.6 – Curva de resfriamento obtida para a liga hipereutética Al-15%Si.

Por meio das curvas de resfriamento é possível também verificar as composições das ligas metálicas formadas. Isso é feito por meio do confronto dos valores das temperaturas de transformação de fases, verificados nas curvas de resfriamento, com aqueles do diagrama de fases do sistema binário Al-Si representado na Figura 3.7.

O diagrama de fases foi obtido com o auxílio do software ThermoCalc, utilizando a base TCAL3, para ligas de alumínio.

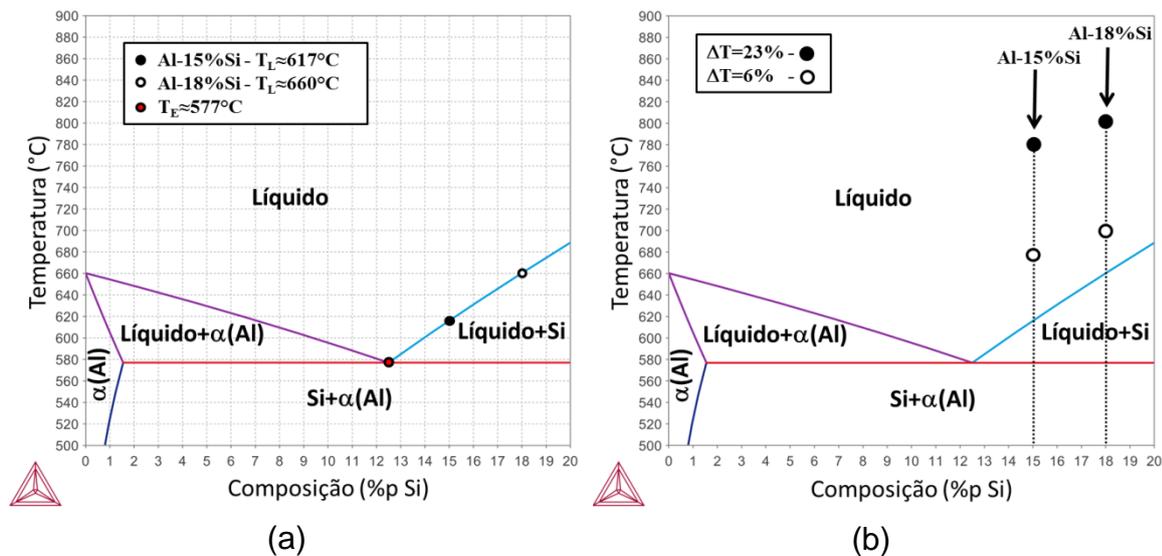


Figura 3.7 – Diagrama de fases parcial do sistema Al-Si. (a) Destaque para as temperaturas de transformação de fases. (b) Destaque para a rota de solidificação das ligas Al-15%Si e Al-18%Si com dois níveis de superaquecimento.

Os parâmetros térmicos de solidificação; tempo de passagem da frente eutética (t_E) por cada posição dos termopares inseridos nos lingotes, velocidade de deslocamento da isoterma eutética (V_E), taxa de resfriamento (\dot{T}_E) e gradiente térmico (G_E) foram obtidas a partir de análises detalhadas das curvas de resfriamento obtidas durante os experimentos de solidificação direcional.

A determinação dos parâmetros se deu em duas etapas: em um primeiro momento foi feita a coleta dos dados da solidificação onde os termopares enviam as informações ao dispositivo conectado a um computador que transforma a leitura de dados em um arquivo de bloco de notas tabelado em pares ordenados, tempo e temperatura (t, T), para cada termopar.

Posteriormente foram feitos os cálculos dos parâmetros térmicos de solidificação por meio dos procedimentos a seguir:

3.3.2 Tempo de Passagem da Frente Eutética (T_E)

Os resultados dos pares ordenados, posição do termopar em relação à base refrigerada do lingote e tempo (P,t), obtidos a partir do procedimento experimental permitem, que sejam traçados gráficos experimentais da posição da isoterma eutética com o tempo. Esses tempos são obtidos a partir da intersecção de uma horizontal indicativa de cada temperatura eutética (T_E) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares (P), ou seja, a partir da T_E da liga analisada traça-se uma reta paralela ao eixo dos tempos. Através das intersecções dessa reta com as respectivas curvas de resfriamento, em cada uma das posições monitoradas, obtêm-se os tempos correspondentes. Esses tempos definem-se como sendo os tempos de passagem da frente eutética em cada posição monitorada pelo termopar.

Os resultados dos pares ordenados obtidos são interpretados pelo software que, para cada coluna de dados de um termopar, reconhece o tempo em que a temperatura eutética foi atingida durante a solidificação e cria um novo arquivo de dados de tempo e posição (t , posição). A Figura 3.8 representa esquematicamente a indicação dos tempos em que a T_E é atingida para diferentes posições de termopares, sendo P_1 o termopar mais próximo da superfície do molde com seu respectivo tempo t_1 e P_4 o mais afastado, com a indicação do tempo t_4 .

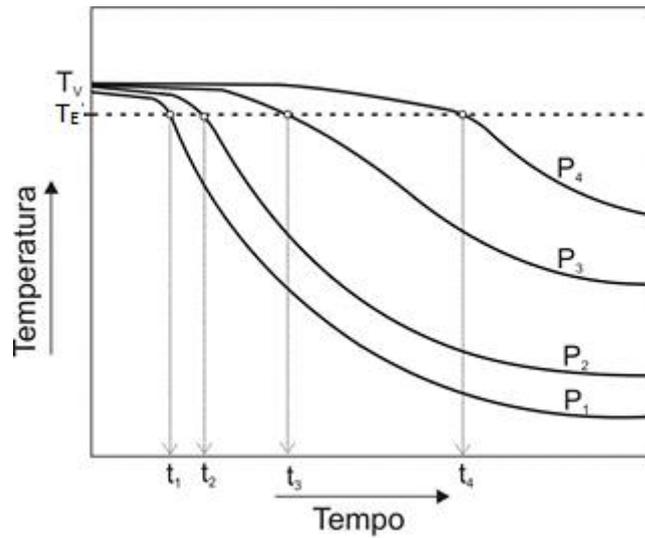


Figura 3.8 – Perfil de temperatura indicando o tempo de passagem da isoterma eutética.

3.3.3 Obtenção das Coordenadas Posição X Tempo

A obtenção das coordenadas “posição x tempo” permite que seja traçado o gráfico experimental para o deslocamento da posição da isoterma eutética em função do tempo durante o processo de solidificação. Para gerar uma curva que represente o deslocamento desta isoterma em todo o lingote solidificado, os dados são ajustados matematicamente, gerando uma função $P(t) = a.t^b$. A Figura 3.9 apresenta um esquema do gráfico com os pontos experimentais de coordenadas (tempo, posição) e o ajuste matemático.

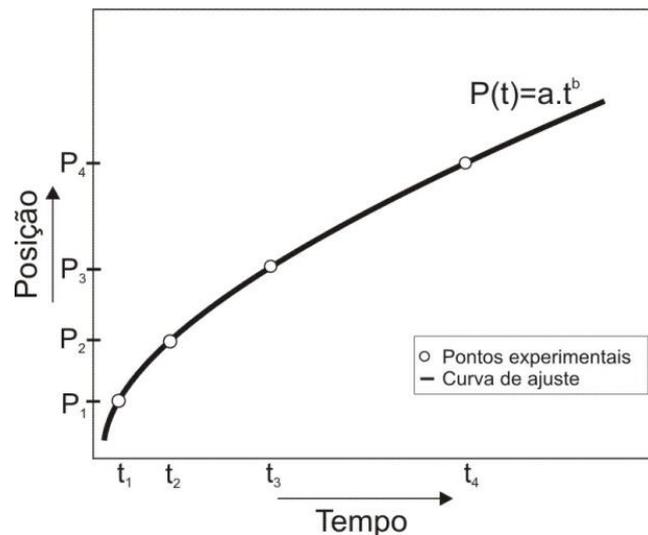


Figura 3.9 – Deslocamento da posição da isoterma eutética em função do tempo.

3.3.4 Determinação das Velocidades de Deslocamento da Isoterma Eutética (V_e)

As velocidades experimentais de deslocamento da isoterma eutética (V_E), para todas as ligas, são determinadas pela derivada da função experimental $P(t)$, isto é, $V_E = \frac{dP}{dt}$. A derivada da função P é aplicada em cada instante de tempo de passagem da frente eutética correspondente a cada termopar, gerando outro arquivo de dados com as derivadas pontuais tabeladas com seus respectivos tempos (tempo, $P'(t)$). Para obtenção do gráfico de velocidade em função da posição (posição $P'(t)$), a variável tempo é substituída pela posição. Porém, para obtenção de uma função do tipo potencial que represente esse novo gráfico, é necessário fazer outro ajuste, conforme exemplificado na Figura 3.10.

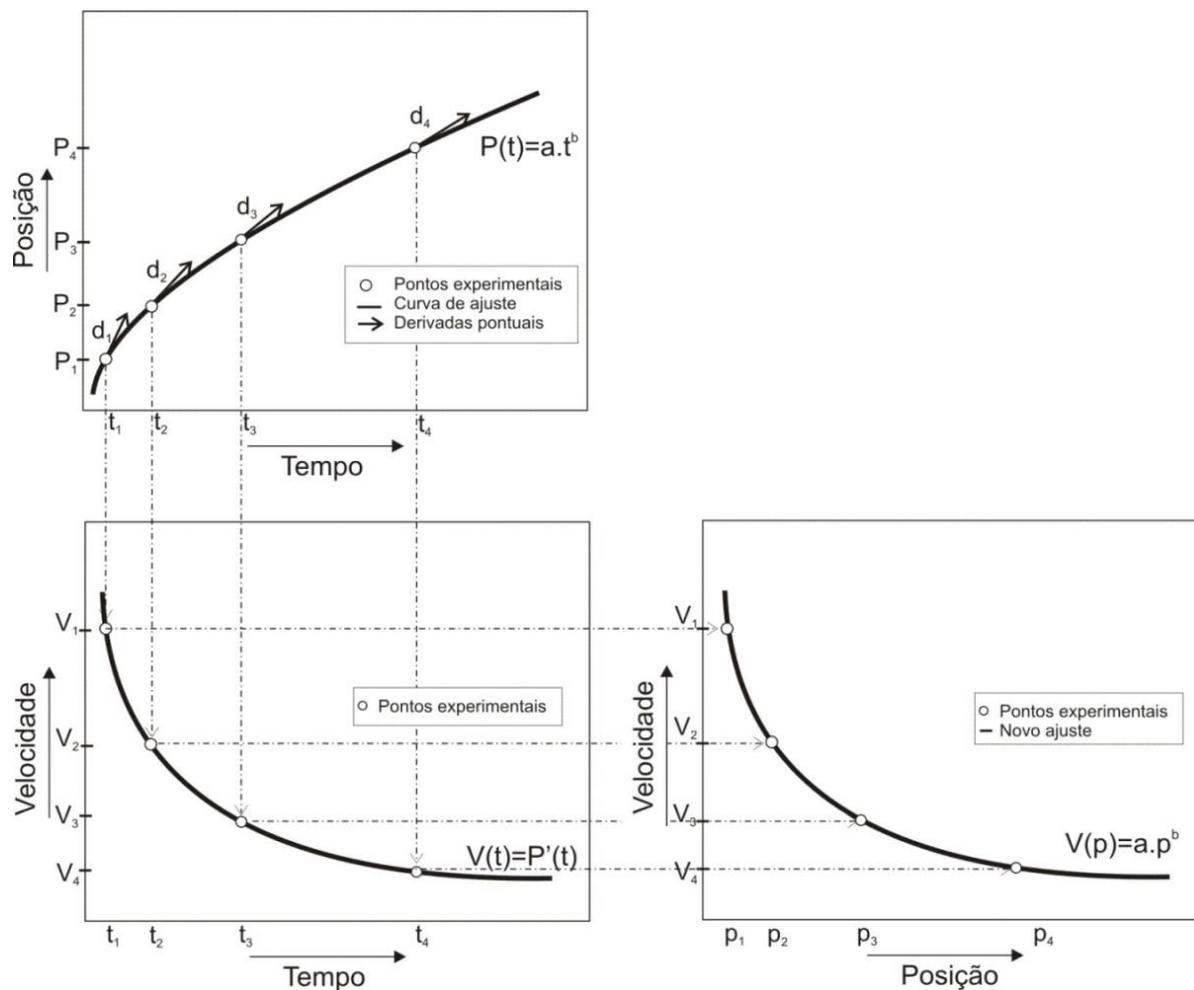


Figura 3.10 – Representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição.

3.3.5 Determinação das Taxas de Resfriamento (\dot{T}_E)

As taxas de resfriamento $\dot{T}_E = \frac{\Delta T}{\Delta t}$ à frente da isoterma eutética são calculadas por meio da utilização de um ponto anterior e um posterior ao tempo de passagem da T_E , sendo possível determinar os valores locais de ΔT e Δt . A taxa de resfriamento expressa de fato a inclinação da curva de resfriamento associada com a passagem da frente eutética.

3.3.6 Determinação dos Gradientes Térmicos (G_E)

Após obter os valores das taxas de resfriamento (\dot{T}_E) e das velocidades de deslocamento da frente eutética (V_E), os gradientes térmicos foram calculados através da equação $G_E = \frac{\dot{T}_E}{V_E}$.

3.4 Caracterizações da Morfologia Macroestrutural e da Microestrutura de Solidificação

Os lingotes produzidos nos experimentos de solidificação passaram por uma sequência de cortes e, após os devidos preparos, utilizados para análises macroestrutural, microestrutural e preparo de corpos de prova para ensaio de tração uniaxial. A Figura 3.11 representa um resumo da rota de preparo dos lingotes Al-Si para as análises realizadas, assim como um esquema de como foi utilizado o volume do fundido no preparo das amostras metalográficas (macrografia e micrografia) e corpos de prova. Os primeiros cortes foram realizados utilizando uma serra fita modelo FM-500 e os cortes para análise microestrutural foram feitos usando uma cut-off da marca Buehler, modelo IsoMet 1000.

As macroestruturas revelam o grau de direcionalidade que ocorreu na solidificação por meio das morfologias estruturais, assim como as morfologias associadas com a presença de grãos coquilhados, equiaxiais, colunares e os eventuais locais de transição entre um tipo e outro.

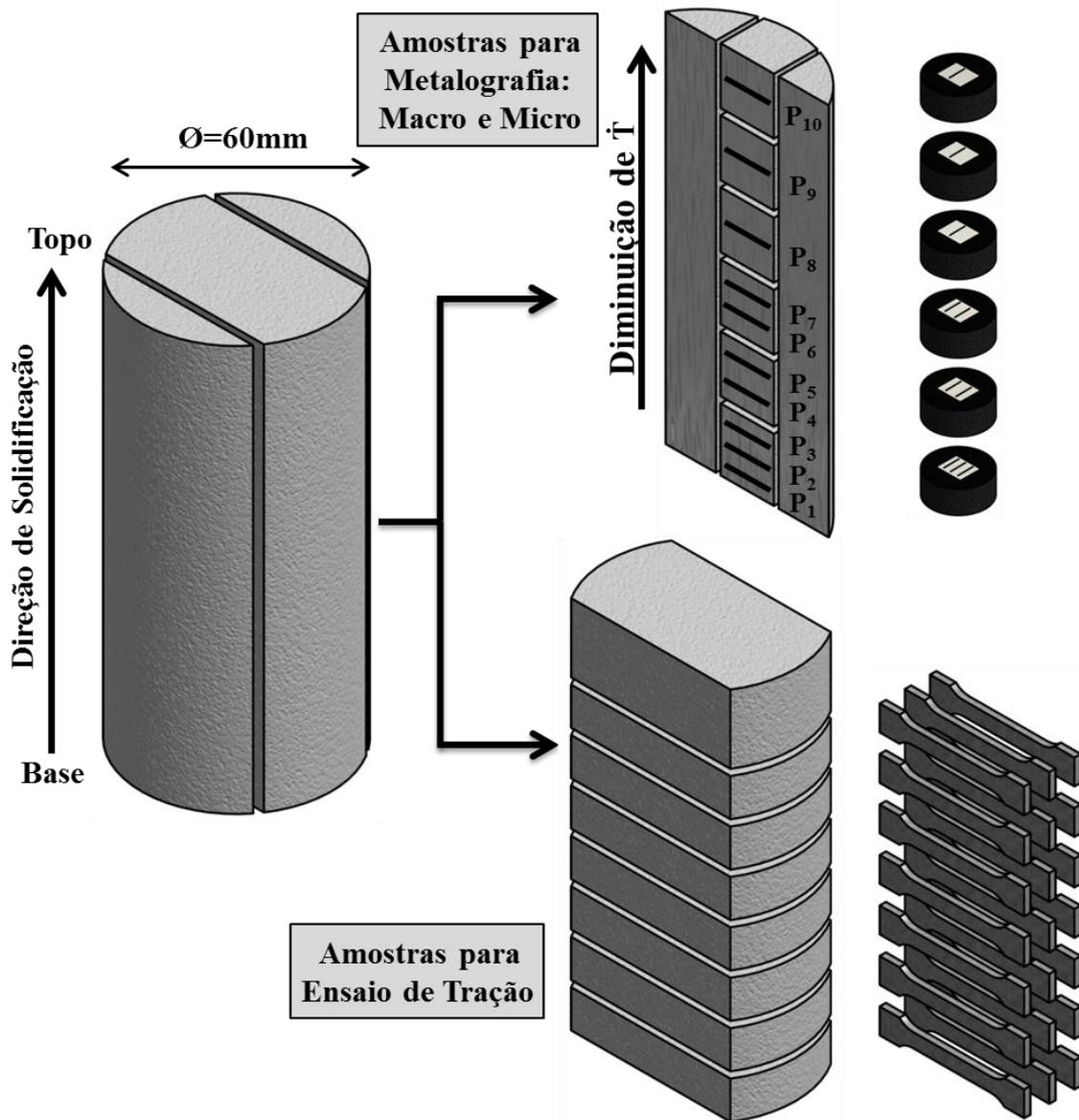


Figura 3.11 – Resumo da rota de preparo de amostras a partir dos lingotes das ligas hipereutéticas Al-Si.

3.4.1 Procedimentos Metalográficos Para Revelar as Macroestruturas

Após os cortes dos lingotes as superfícies planas das partes selecionadas para as macrografias foram lixadas sucessivamente com lixas de granulometrias 120, 180, 240, 320, 400 e 600 mesh. Feito isso, receberam ataque químico por aproximadamente 15s com uma solução do reagente Poulton (5mL de H_2O , 30mL de HNO_3 , 60mL de HCl e 5mL de HF). Os ataques foram realizados utilizando algodão embebido no reagente e após o tempo de

contato da solução com a faces das peças, foram imediatamente lavadas em água corrente e secadas, em seguida foram registradas as imagens das macrografias.

3.4.2 Procedimentos Metalográficos Para as Microestruturas

O objetivo principal dos exames metalográficos é revelar os constituintes e a estrutura dos metais e suas ligas por meio de microscopia ótica ou microscopia eletrônica de varredura. A análise dos grãos dos materiais, suas respectivas porcentagens, suas dimensões, arranjo e formato, assim como a interpretação desses dados são o escopo do exame micrográfico dos metais [67].

A técnica de solidificação unidirecional em regime transitório permite a obtenção de um perfil de taxa de resfriamento ao longo do lingote, onde a posição 0mm corresponde à interface metal/molde. Foram preparadas 9 amostras longitudinais (L1 a L9) embutidas à frio, em moldes de silicone, com adesivo para laminação e catalisador. As amostras para análise microestrutural foram retiradas em posições a partir dessa interface, sendo selecionadas amostras das posições 3, 5, 10, 14, 19, 24, 29, 41, 58, 74, 89, 105, 122 e 137mm à partir da interface metal/molde de cada lingote solidificado direcionalmente, de modo a obter microestruturas provenientes do maior intervalo de taxa de resfriamento possível para cada condição testada: Al-15%Si/ $\Delta T_v=6\%$; Al-18%Si/ $\Delta T_v=6\%$; Al-15%Si/ $\Delta T_v=23\%$ e Al-18%Si/ $\Delta T_v=23\%$.

Após o embutimento, as amostras foram sucessivamente lixadas com lixas de granulação de 120, 150, 240, 320, 400, 600 e 1200 mesh e na sequência polidas em uma politriz rotativa Aropol 2V – Arotec com o auxílio de suspensão metalográfica de alumina de granulometria 0,3 μm .

O ataque químico usado para revelar a microestrutura foi feito utilizando uma solução de NaOH e H₂O na proporção de 1:1 por 5 segundos aproximadamente. Verificou-se também um bom resultado no ataque químico usando uma solução de 0,5% em volume de HF em H₂O.

3.4.3 Determinação dos Espaçamentos Eutéticos

Pode-se quantificar a microestrutura através de mensuração de espaçamentos celulares ou dendríticos, isto é, analisando a distância entre células (λ_c) ou braços dendríticos primários (λ_1), secundários (λ_2) ou de maior ordem. Espaçamentos menores caracterizam uma rede dendrítica ou celular mais refinada, que permite que a microestrutura seja caracterizada por uma distribuição mais uniforme da segregação que existe entre as ramificações, favorecendo ao comportamento mecânico [37].

Para realizar a análise dos espaçamentos eutéticos foram utilizadas as imagens adquiridas por microscopia ótica com a aplicação do método do intercepto [68] para se obter os valores médios dos espaçamentos e respectivas dispersões. Para cada posição foram feitas entre 40 e 50 medidas nas imagens com aumento de 500X.

Foi utilizada a expressão $\lambda = \frac{l}{(n-1)}$, onde λ representa a distância eutética, l representa o comprimento pré definido da reta de referência adotada e n o número de interseções ao longo da distância l . Dessa maneira foi possível obter uma média dos valores para cada posição analisada e um intervalo de dispersão.

As micrografias óticas foram adquiridas com auxílio de um microscópio ótico da marca Olympus BX41M-LED, com câmera INFINITY1 acoplada, e aumentos de até 1000X. O software para registro das imagens usado foi o INFINITY V6.3.0. Posteriormente os espaçamentos eutéticos (λ_E) foram medidos através do software ImageJ.

A Figura 3.12 representa os principais métodos utilizados nas medições dos espaçamentos microestruturais no sentido de caracterizar estruturas de solidificação.

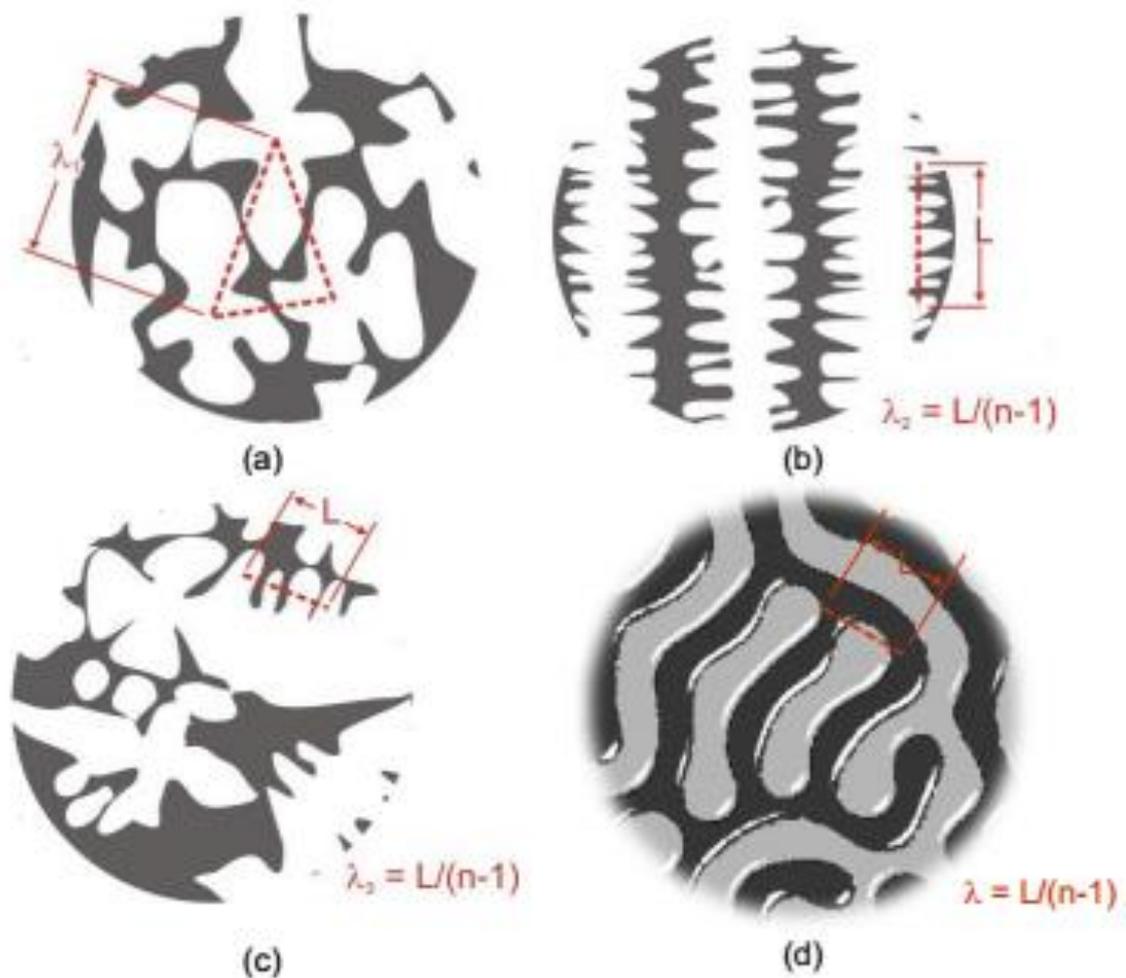


Figura 3.12 – Esquema representativo dos métodos utilizado para quantificar os espaçamentos dendríticos e eutéticos lamelares: (a) Seção transversal de uma estrutura dendrítica para medição de λ_1 ; (b) Seção longitudinal de uma estrutura dendrítica para medição de λ_2 ; (c) Seção transversal de uma estrutura dendrítica para medição de λ_3 ; (d) Seção transversal de uma estrutura eutética para medição de λ [27, 69].

Os espaçamentos eutéticos (λ_E) de eutéticos irregulares podem ser determinados por meio de medições sucessivas das distâncias mínimas (λ_m) e máximas (λ_M) entre as agulhas do eutético irregular, onde o espaçamento eutético médio (λ_a) é calculado por meio da expressão $\lambda_a = \frac{\lambda_M + \lambda_m}{2}$ [70]. Na figura 3.13 é possível visualizar o método de medição do espaçamento eutético para eutéticos irregulares.

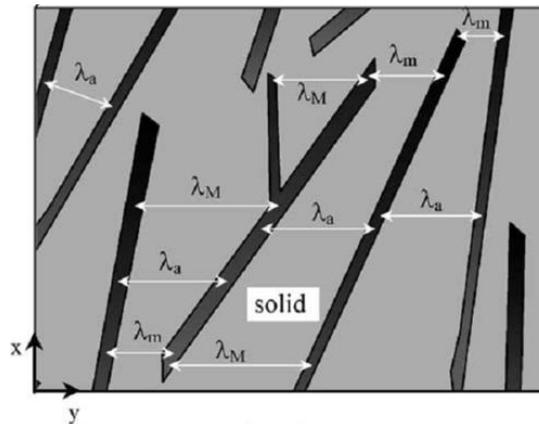


Figura 3.13 – Ilustração esquemática do método de medição de eutéticos irregulares [70].

3.5 Ensaios de Tração

Um dos objetivos do presente estudo de Mestrado é estabelecer relações entre os parâmetros estruturais e as propriedades mecânicas da ligas binárias hipereutéticas Al-Si solidificadas unidirecionalmente contra uma chapa molde de aço carbono 1020.

Os ensaios de tração foram realizados à temperatura ambiente e segundo a norma ASTM/E8-E8M-15a [71] utilizando um equipamento universal de ensaios mecânicos Instron modelo 5500R, com uma velocidade de deslocamento de 1mm/min. A Figura 3.14 mostra o equipamento durante os ensaios uniaxiais de tração, as dimensões dos corpos de prova e o padrão de ruptura dos mesmos após os ensaios.

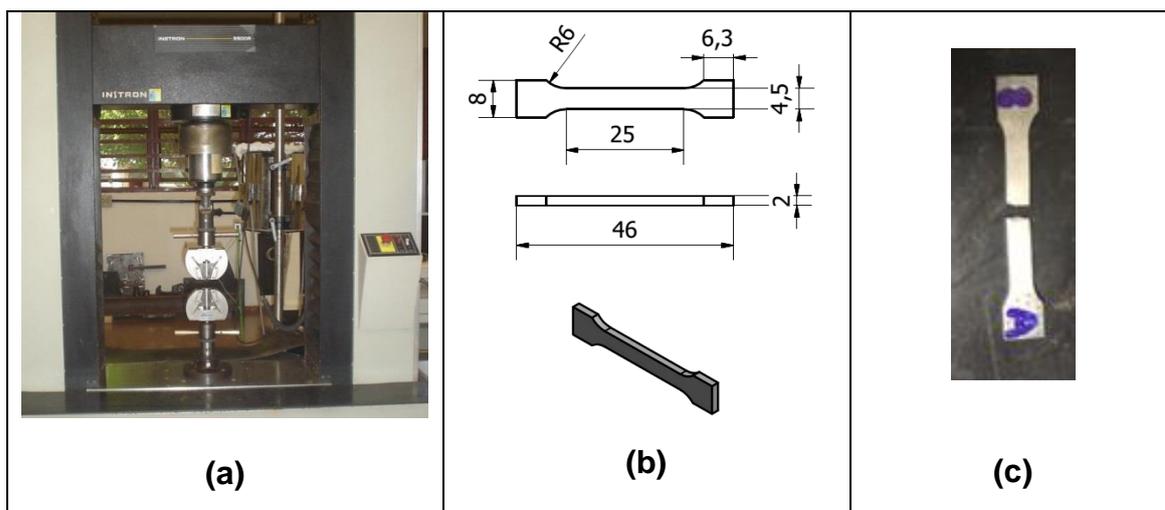


Figura 3.14 – Ensaio de tração: (a) máquina universal de ensaios mecânicos Instron modelo 5500R; (b) Dimensões dos corpos de prova (dimensões: mm); (c) Ruptura do corpo de prova.

As amostras para o ensaio de tração foram retiradas ao longo do comprimento de lingotes obtidos por solidificados unidirecional vertical ascendente, solidificados em regime transiente de extração de calor. Para cada lingote foram usinadas no mínimo 21 amostras a partir de cortes transversais realizados a cada 12mm da base refrigerada, de maneira a representarem toda o espectro microestrutural resultante das taxas de resfriamentos obtidas durante os experimentos.

A Figura 3.15 mostra esquematicamente o modo como foram obtidos os 3 corpos de prova por cada seção do lingote da liga produzida. Os corpos de prova são do tipo chapa, sendo que tal tipo de corpo de prova foi escolhido para maximizar o número de amostras por camada selecionada, com a finalidade de melhorar a amostragem. As posições de retirada de corpos de prova foram 0-12mm, 14-26mm, 28-40mm, 42-54mm, 56-68mm, 70-82mm e 84-96mm. Deve ser observado que ocorre uma perda de aproximadamente 2mm para cada corte devido à espessura da serra utilizada.

Os corpos de prova associados com cada faixa de posição são, portanto, representativos de um determinado valor médio de espaçamento microestrutural, tipicamente determinado para cada posição. Isso torna

possível a correlação entre um valor médio do parâmetro microestrutural de solidificação e as propriedades de resistência à tração em cada posição.

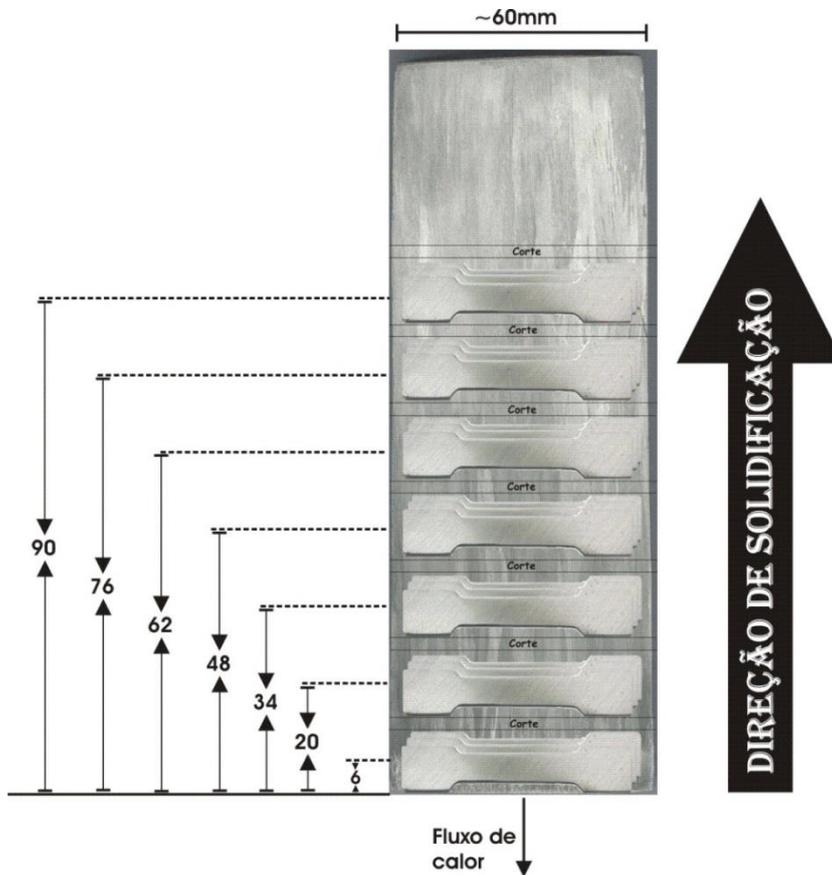


Figura 3.15 – Esquema para retirada dos corpos de prova de tração do lingote Al-Si solidificado direcionalmente (dimensões em mm).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

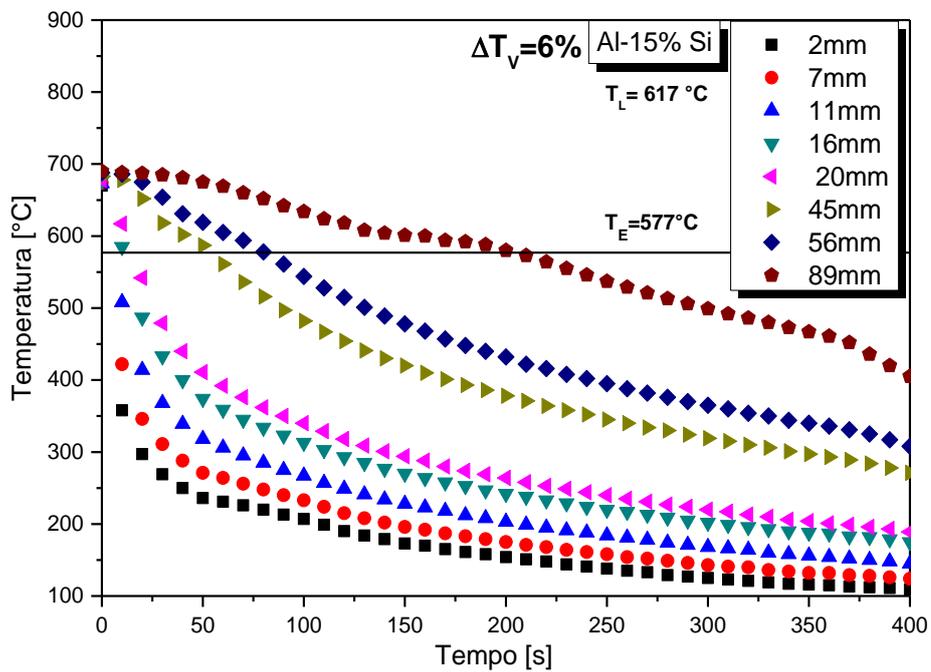
4.1 Variáveis Térmicas de Solidificação Relativas à Frente Eutética

4.1.1 Perfis Térmicos

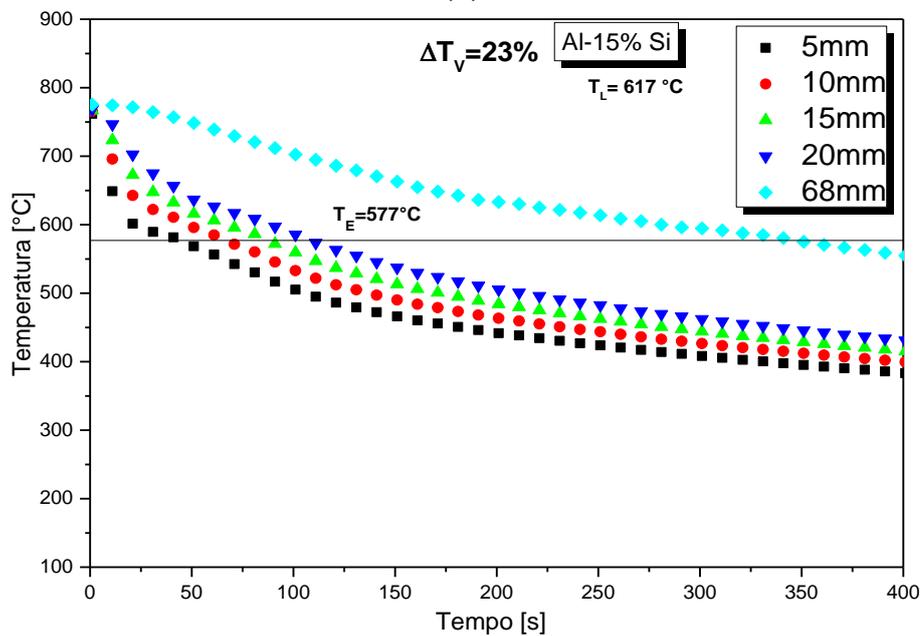
As Figuras 4.1 e 4.2 mostram os perfis térmicos, registrados para as todas as condições experimentais, envolvendo solidificação direcional das ligas hipereutéticas Al-Si do presente estudo (Al-15%Si e Al-18%Si, respectivamente). Estes dados foram utilizados para determinação experimental de V_E , \dot{T}_E e G_E .

Uma vez que todos os gráficos estão traçados nas mesmas escalas de temperatura e tempo, nota-se que a temperatura diminui mais lentamente com o aumento do superaquecimento para ambas as composições das ligas Al-Si examinadas. Assim, o superaquecimento empregado afeta as condições de resfriamento durante a solidificação de ligas hipereutéticas Al-Si.

As análises das temperaturas realizadas por meio das Figuras 4.1 e 4.2 foram realizadas para mapear a posição da passagem da frente eutética, em relação à interface metal/molde, em cada termopar.



(a)



(b)

Figura 4.1 – Perfis Térmicos obtidos para diferentes termopares inseridos ao longo do comprimento dos lingotes para as seguintes condições: (a) Al-15%Si ($\Delta T_V = 6\%$). (b) Al-15%Si ($\Delta T_V = 23\%$). As posições apresentadas na legenda se referem à distância a partir da interface metal/molde.

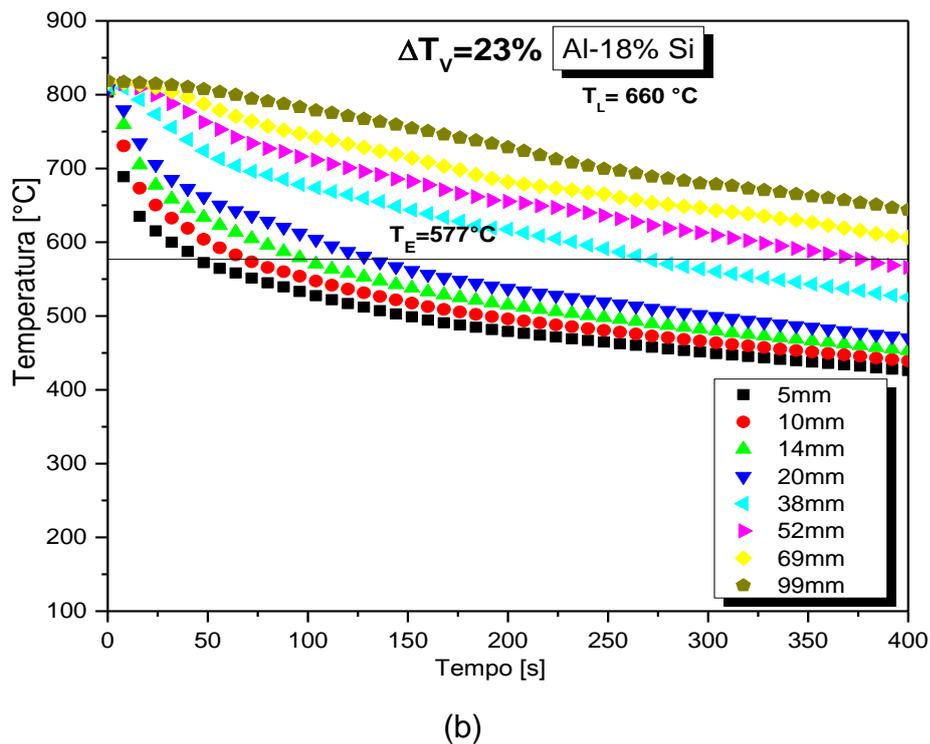
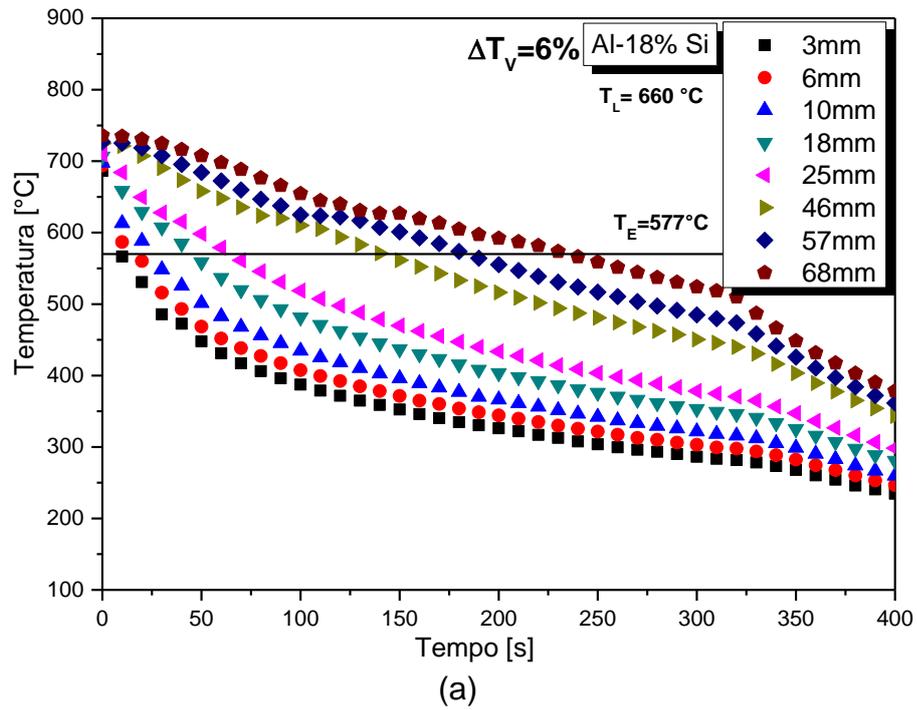


Figura 4.2 – Perfis Térmicos obtidos para diferentes termopares inseridos ao longo do comprimento dos lingotes para as seguintes condições: (a) Al-18%Si ($\Delta T_v=6\%$); e (b) Al-18%Si ($\Delta T_v=23\%$). As posições apresentadas na legenda se referem à distância a partir da interface metal/molde.

4.1.2 Velocidade de Avanço da Frente Eutética (V_E)

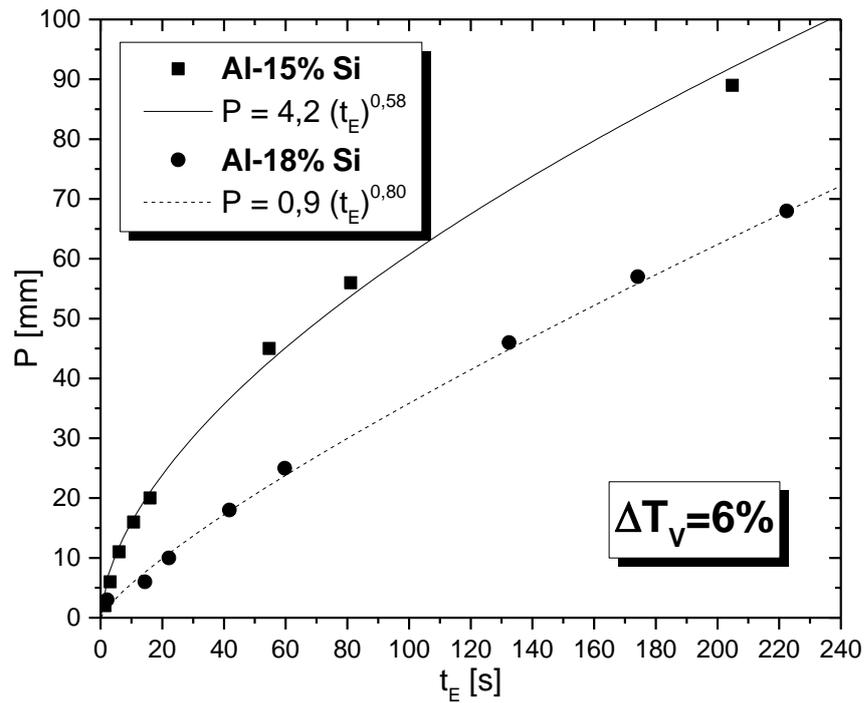
De acordo com os presentes resultados, à medida que a solidificação avança em relação à chapa-molde resfriada (que delimita a interface metal/molde), observou-se uma desaceleração da velocidade de avanço da frente eutética, devido à presença de camadas solidificadas, que se tornam progressivamente mais espessas. Sob tais condições, a extração de calor é inibida resultando na diminuição da velocidade de avanço (V_E), taxa de resfriamento (\dot{T}_E) e gradiente térmico (G_E) ao longo do comprimento do lingote solidificado.

Após a obtenção dos perfis térmicos de todas as condições experimentais, uma importante etapa para a determinação das variáveis térmicas de solidificação é a construção das curvas experimentais do deslocamento da posição da isoterma eutética (P) em função do tempo de passagem da isoterma eutética (t_E). A Figura 4.3 (a) e (b) mostram a evolução da isoterma eutética ao longo do comprimento dos lingotes Al-15%Si e Al-18%Si com $\Delta T_V=6\%$ e $\Delta T_V=23\%$ respectivamente.

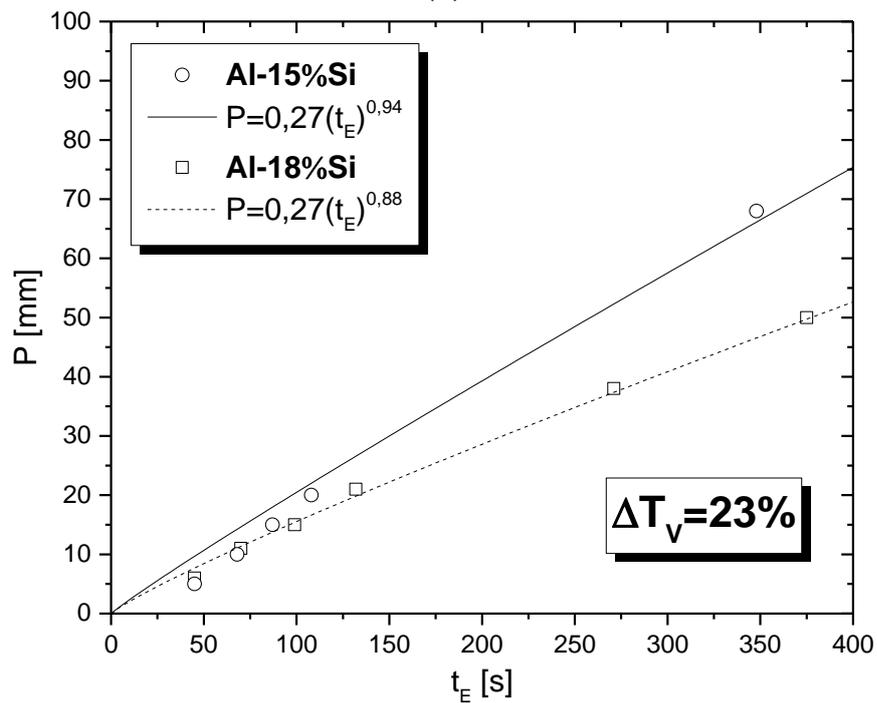
A Figura 4.4 mostra a evolução da taxa de crescimento eutética obtida a partir dos experimentos de solidificação unidirecional vertical ascendente, sob condições transitórias de extração de calor, das ligas hipereutéticas Al-15%Si (Figura 4.4 (a)) e Al-18%Si (Figura 4.4 (b)).

A Figura 4.4 (b) mostra que apenas uma pequena variação nos valores da velocidade de avanço da frente eutética pode ocorrer ao longo do comprimento dos lingotes solidificados de Al-15%Si e Al-18%Si. Isto pode estar associado com o superaquecimento mais elevado ($\Delta T_V=23\%$) adotado nestas condições experimentais.

Comparando os perfis experimentais obtidos para ambas as ligas, é possível observar que os perfis de velocidade de crescimento (V_E) da liga Al-18%Si são inferiores aos obtidos para a liga de Al-15%Si como pode ser visto nas Figuras 4.4 (a) e 4.4 (b). Em suma, o aumento do teor de Si nas ligas tende a diminuir a eficiência da extração de calor durante a solidificação direcional. Uma faixa de valores de V_E entre 0,11mm/s e 4,30mm/s foi obtida para as ligas e condições estudadas.

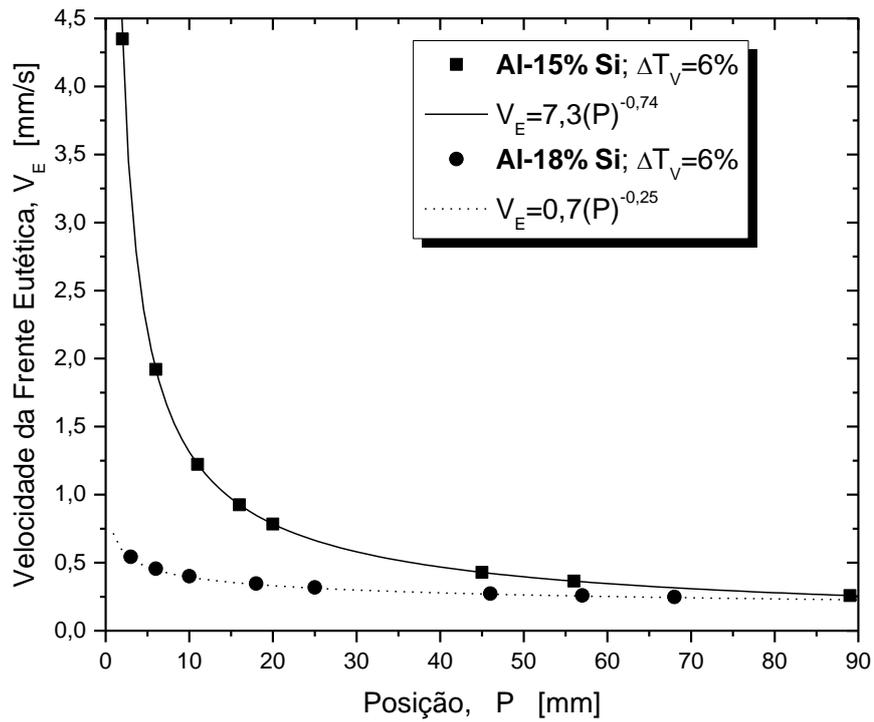


(a)

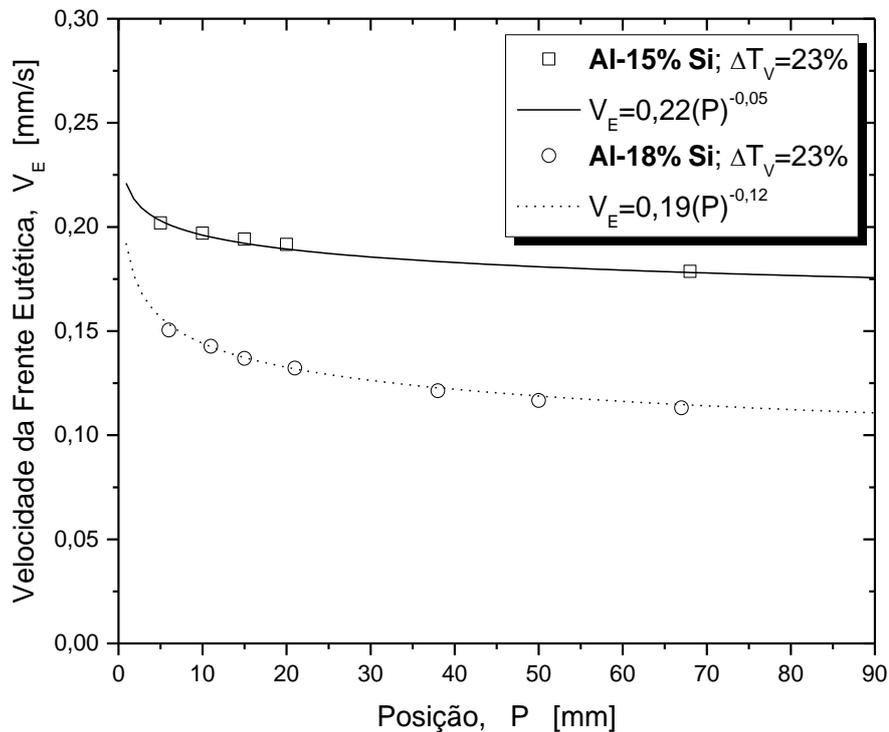


(b)

Figura 4.3 – Evoluções experimentais da isoterma eutética ao longo do comprimento dos lingotes Al-15%Si e Al-18%Si obtidos por solidificação direcional com superaquecimentos de (a) $\Delta T_V = 6\%$; (b) $\Delta T_V = 23\%$.



(a)



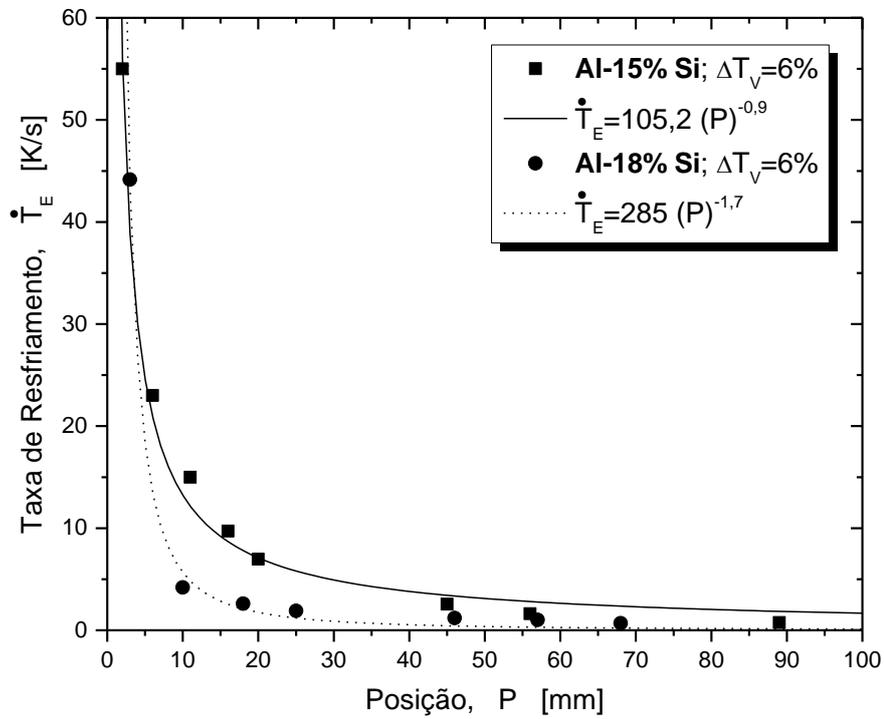
(b)

Figura 4.4 – Evoluções experimentais da velocidade da frente eutética obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas Al-15 e 18%Si: (a) V_{EXP} para $\Delta T_V = 6\%$; (b) V_{EXP} para $\Delta T_V = 23\%$.

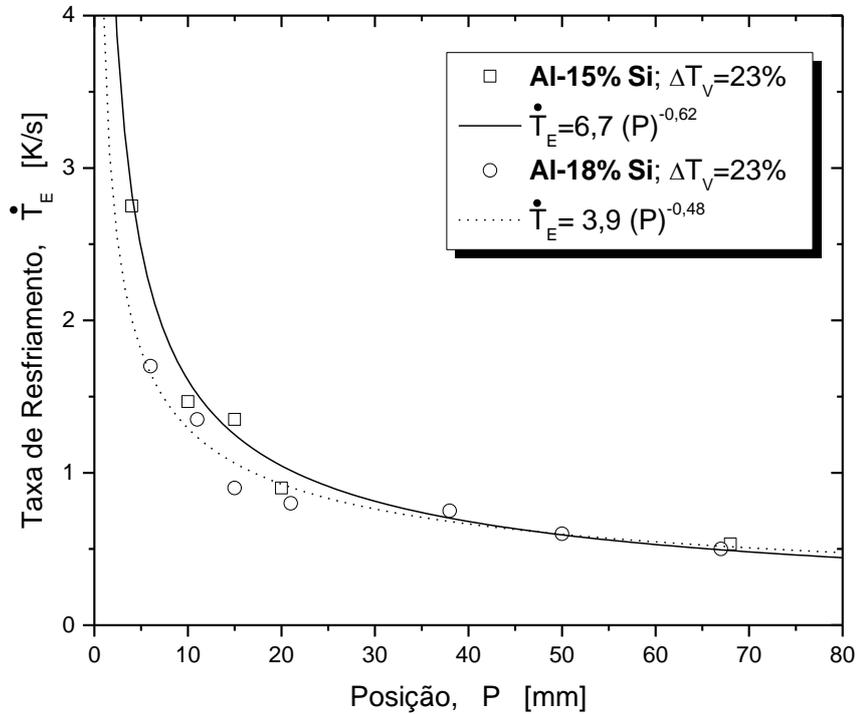
4.1.3 Taxas de Resfriamento (\dot{T}_E)

As taxas de resfriamento (\dot{T}_E), assim como todas as curvas experimentais relativas às variáveis térmicas de solidificação estudadas, diminuíram ao longo do comprimento do lingote solidificado. Sua determinação para todas as condições analisadas é de fundamental importância para o posterior cálculo dos gradientes térmicos (G_E).

A Figura 4.5 mostra a evolução das taxas de resfriamento (\dot{T}_E) em função da posição ao longo dos lingotes das ligas hipereutéticas Al-15%Si e Al-18%Si obtidos por solidificação direcional vertical ascendente, com superaquecimentos de $\Delta T_V=6\%$ (Figura 4.5 (a)) e $\Delta T_V=23\%$ (Figura 4.5 (b)).



(a)

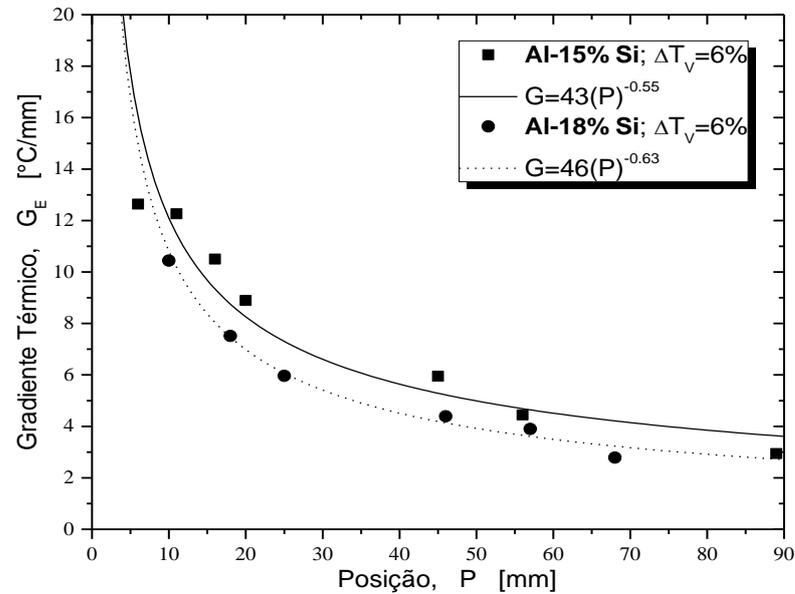


(b)

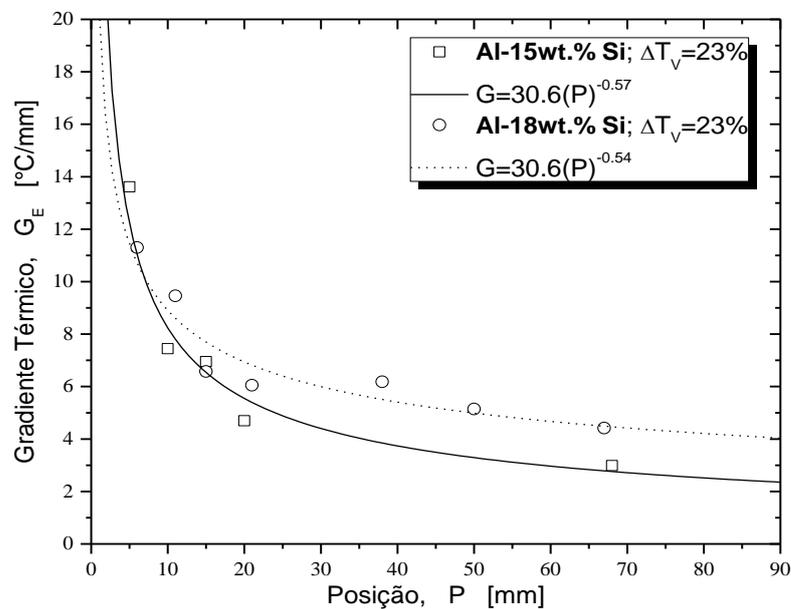
Figura 4.5 – Evoluções experimentais das taxas de resfriamento obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas Al-15 e 18%Si: (a) \dot{T}_{EXP} para $\Delta T = 6\%$; (b) \dot{T}_{EXP} para $\Delta T = 23\%$.

4.1.4 Gradientes Térmicos (G_e)

Evoluções experimentais razoavelmente semelhantes de G foram obtidas para todas as condições experimentais com as ligas Al-Si hipereutéticas como pode ser visto nas Figuras 4.6.



(a)



(b)

Figura 4.6 – Evoluções experimentais dos gradientes térmicos obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas Al-15 e 18%Si: (a) G_{EXP} para $\Delta T_V=6\%$; (b) G_{EXP} para $\Delta T_V=23\%$.

4.2 Macro e Microestruturas de Solidificação

4.2.1 Macroestruturas de Solidificação

A Figura 4.7 mostra as macroestruturas resultantes, referentes aos planos médios longitudinais de cada liga fundida obtida por solidificação direcional vertical ascendente. Em todas as macrografias foi observada uma predominância de grãos equiaxiais.

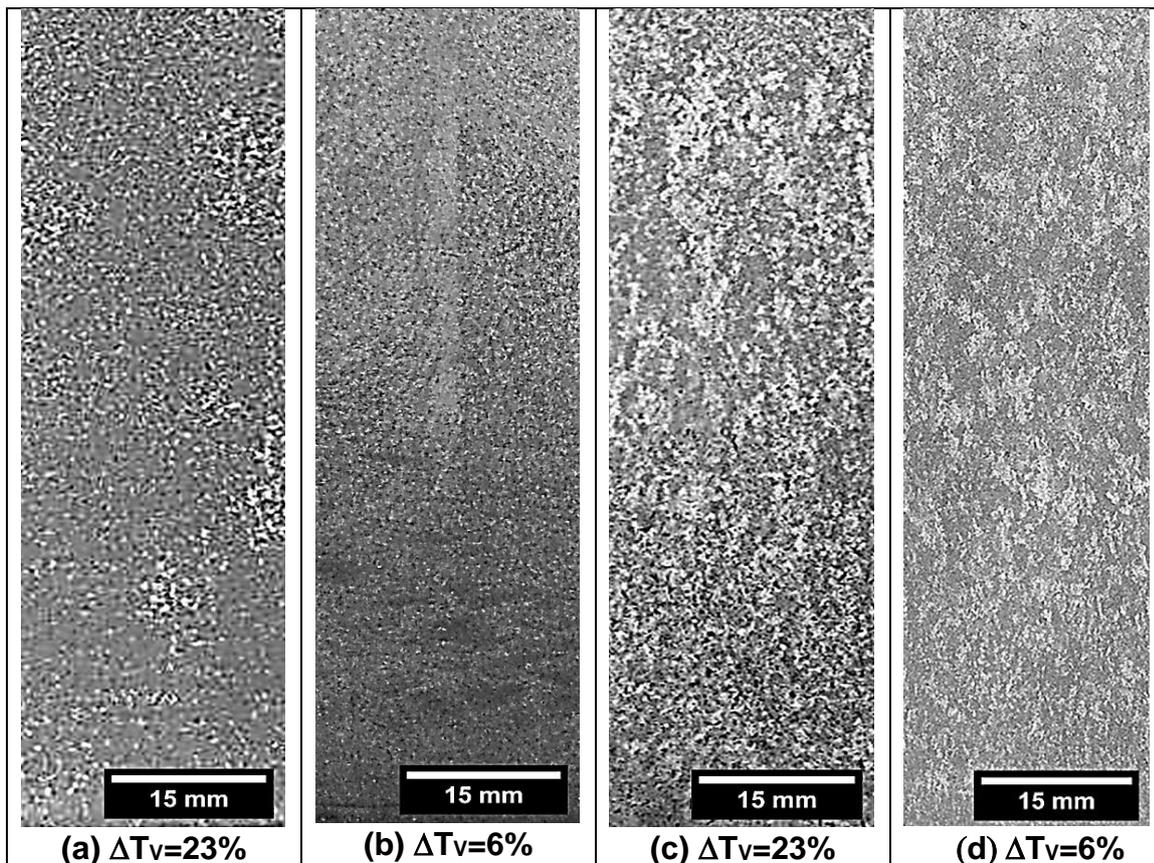


Figura 4.7 – Grãos equiaxiais predominantes ao longo das macroestruturas longitudinais para as ligas (a, b) Al-15%Si e (c, d) Al-18%Si, solidificadas direccionalmente sob dois níveis de superaquecimento.

4.2.2 Microestruturas de Solidificação

Para as análises das microestruturas, foram extraídas amostras longitudinais para diversas posições (P) em relação à chapa resfriada (que delimita a interface metal/molde) com o objetivo de mapear as microestruturas existentes ao longo do lingote. No entanto, foram analisadas microestruturas somente até a posição 100 mm, pois além dessa posição estar próxima à

posição do último termopar (usado para monitorar as temperaturas dentro do metal testado), a partir dela as taxas de resfriamento (\dot{T}) são consideravelmente baixas e a perda de calor na direção radial deixa de ser desprezível, assumindo-se dessa forma um limite da solidificação de forma unidirecional. As Figuras 4.8 a 4.11 apresentam as macrografias e algumas micrografias óticas representativas das ligas obtidas para todas as condições testadas no presente estudo. Nessas figuras é possível visualizar as morfologias típicas encontradas para as ligas hipereutéticas Al-Si considerando 3 posições ao longo dos lingotes produzidos. Além disso, para cada posição analisada são mostrados os valores de \dot{T}_E , V_E e λ_E associados com cada posição.

As morfologias para todos os casos estudados, tais como o Si primário, Si eutético e dendritas de Al- α (halos) também podem ser observadas nas Figuras 4.8 a 4.11.

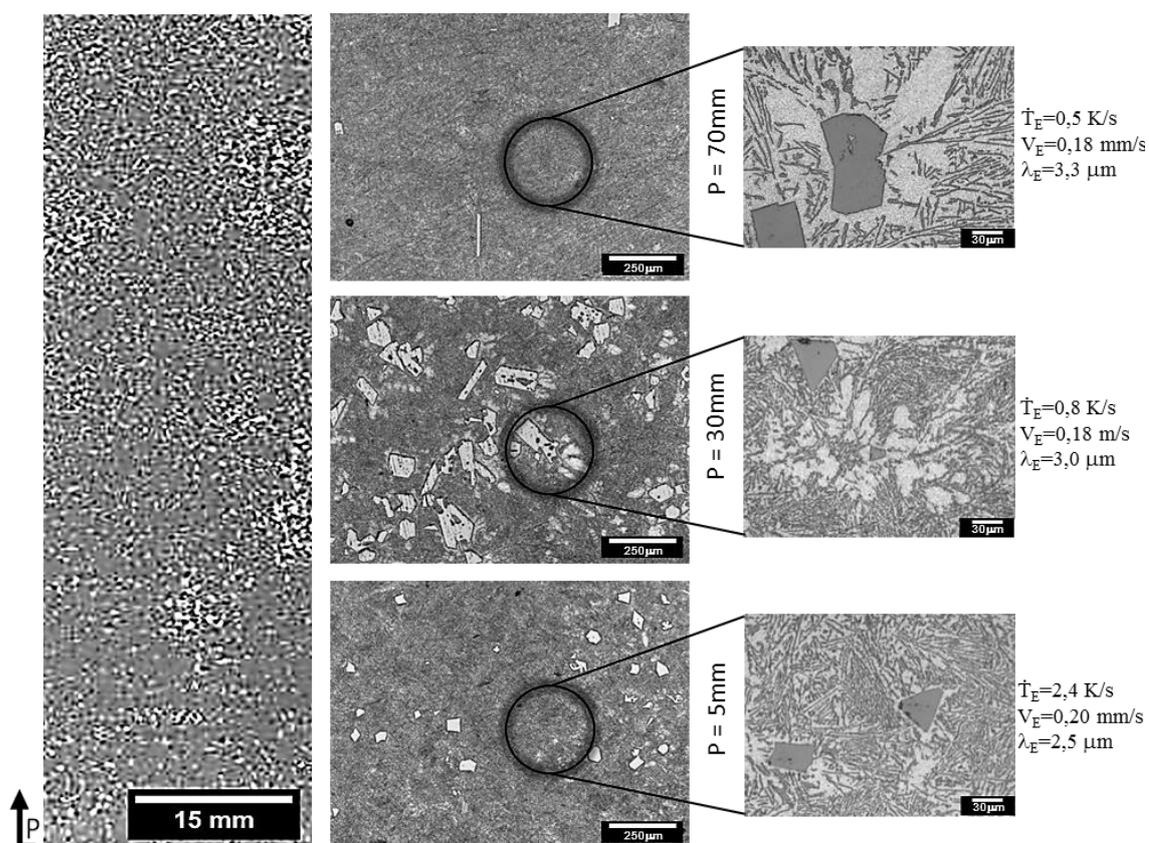


Figura 4.8 – Macroestrutura e microestruturas representativas obtidas a partir do lingote Al-15%Si obtido por solidificação direcional ascendente com $\Delta T_V=23\%$.

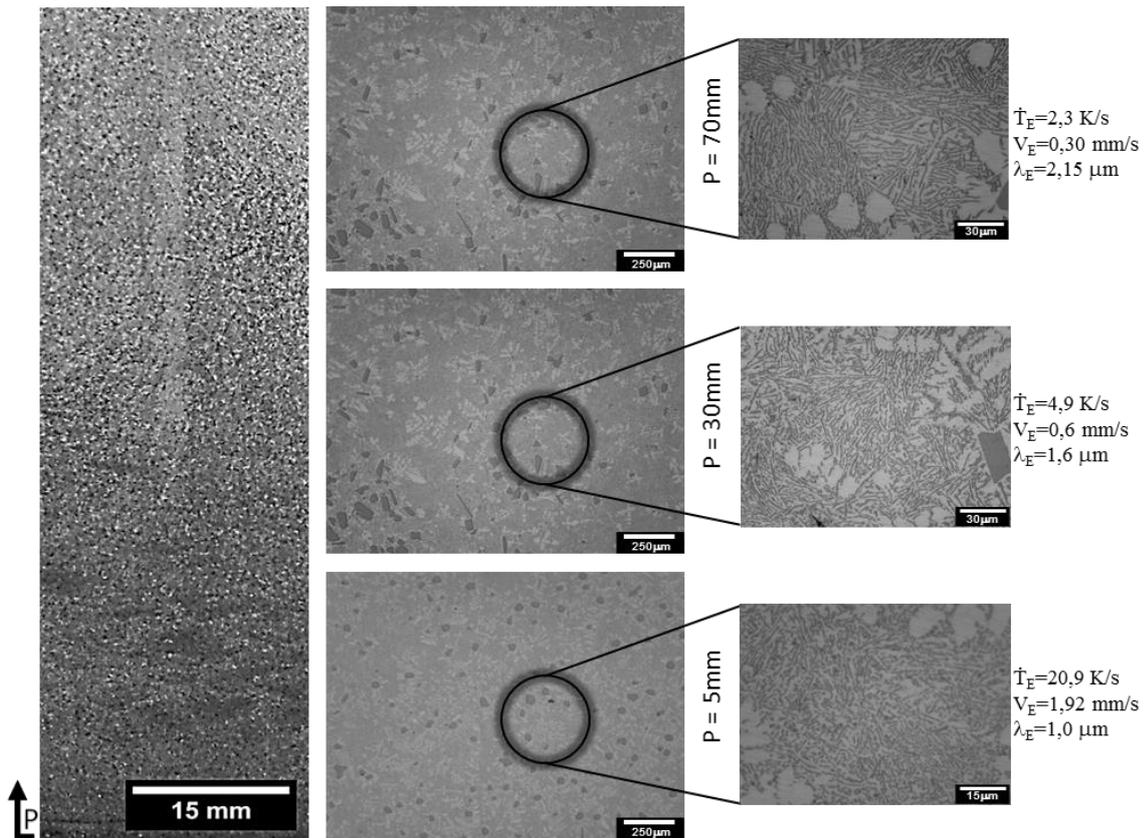


Figura 4.9 – Macroestrutura e microestruturas representativas obtidas a partir do lingote Al-15%Si obtido por solidificação direcional ascendente com $\Delta T_v=6\%$.

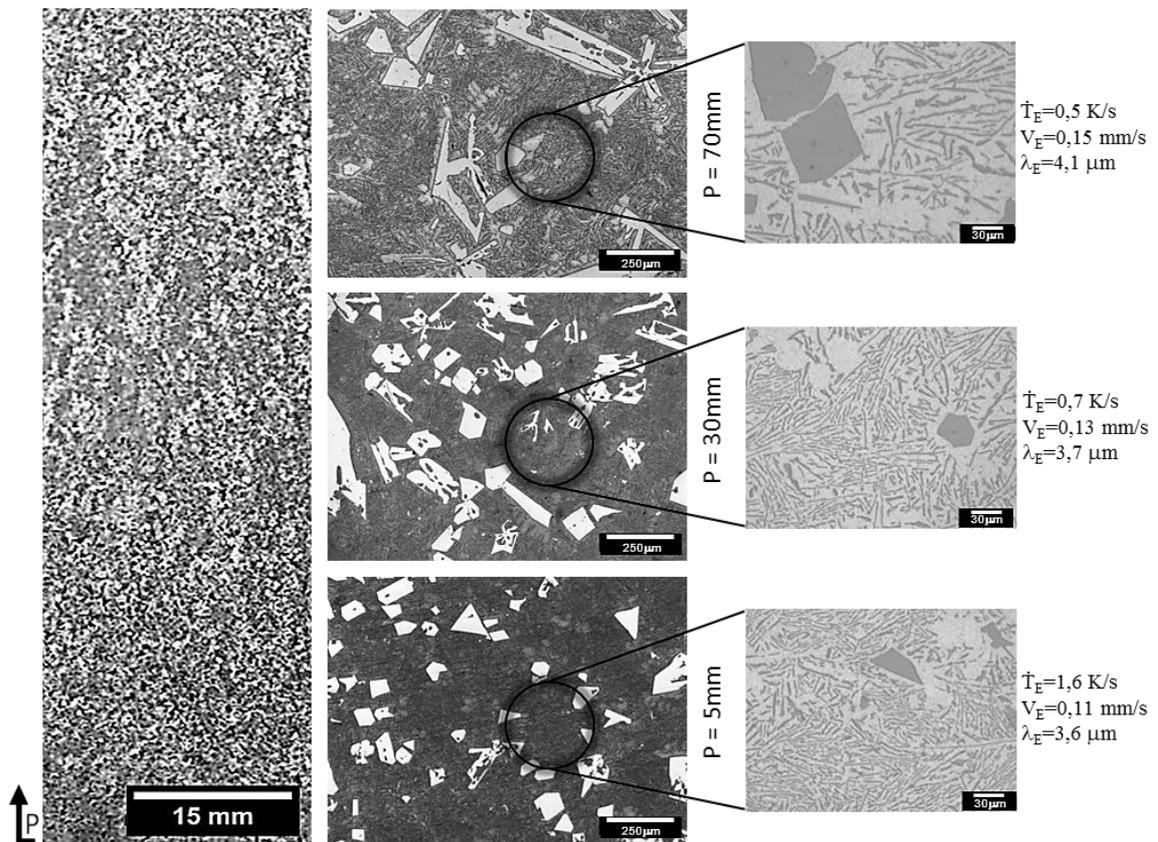


Figura 4.10 – Macroestrutura e microestruturas representativas obtidas a partir do lingote Al-18%Si obtido por solidificação direcional ascendente com $\Delta T_V = 23\%$.

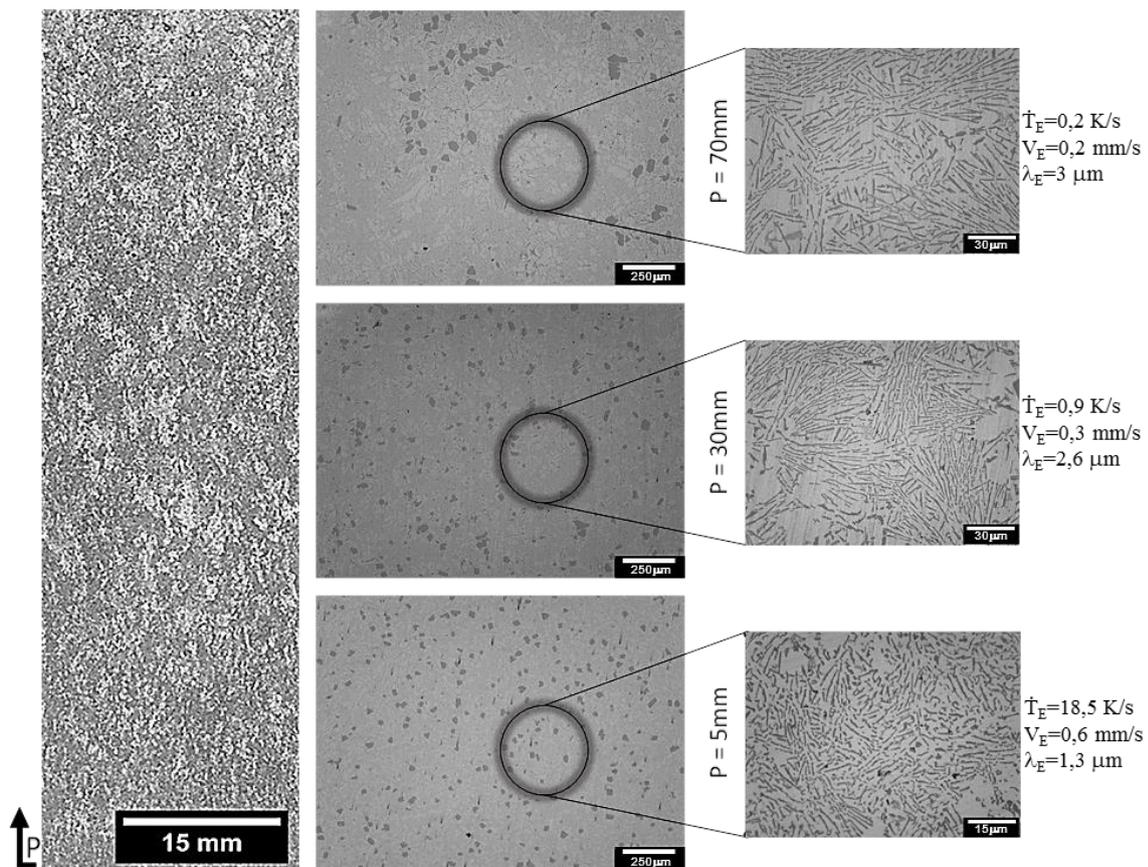


Figura 4.11 – Macroestrutura e microestruturas representativas obtidas a partir do lingote Al-18%Si obtido por solidificação direcional ascendente com $\Delta T_v=6\%$.

A Figura 4.12 mostra algumas micrografias óticas típicas das ligas Al-15%Si e Al-18%Si obtidas por solidificação direcional a partir de diferentes superaquecimentos ($\Delta T_v= 6\%$ e 23%). Em todas as condições examinadas, observam-se microestruturas mais finas associadas a maiores taxas de resfriamento, isto é, relacionadas com posições (P) mais próximas da superfície resfriada do lingote fundido. Os valores de espaçamento eutético (λ_E) inseridos na Figura 4.12 permitem que comparações sejam feitas com base em três taxas de resfriamento escolhidas para cada caso.

Podem ser observadas diferenças significativas na escala de comprimento da microestrutura eutética, expressas por λ_E , nas amostras obtidas com a mesma taxa de resfriamento ($\dot{T}_E=0,5 \text{ K/s}$ ou $\dot{T}_E=1,0 \text{ K/s}$), que podem ser atribuídas aos diferentes valores de superaquecimento (ΔT_v) e/ou

ao teor de Si na liga. Embora o presente estudo esteja focado no crescimento eutético de ligas Al-Si hipereutéticas, as microestruturas representativas mostradas na Figura 4.12 apresentam outras características, que são partículas primárias de Si e a formação de dendritas ricas em Al denominadas halos (indicados pelas setas na Figura 4.12). De acordo com Yilmaz e Elliot [72], após a nucleação da fase primária de Si, a concentração de Si no líquido diminui seguindo a inclinação da linha *liquidus* e sua extensão metaestável até a segunda fase (rica em Al) ser nucleada.

Devido às instabilidades térmicas tipicamente encontradas diante da frente de solidificação sob condições transitórias de fluxo de calor, uma oscilação no superaquecimento durante a solidificação pode induzir a ocorrência de uma variedade de morfologias de partículas Si primárias, isto é, formatos estrelados, maciços e plumosos não uniformemente distribuídos. Wang e coautores [56] afirmaram que através de um corte bidimensional do silício primário octaédrico, podem ser vistas diferentes morfologias, isto é, quadrados, trapézios, formas rômbricas, pentagonais e hexagonais.

Como afirmado por Khan e coautores [60], é complicado categorizar o Al-Si eutético como dúctil ou frágil *in situ* pelo fato de que se a velocidade de crescimento aumenta e o gradiente térmico no líquido diminui, a morfologia do silício eutético muda de Si angular para agulhas de Si. Essas morfologias caracterizam as amostras do presente estudo, com prevalência de agulhas (“flakes”) de Si para amostras associadas a maior V_E , enquanto o Si angular aparecem para amostras relacionadas ao superaquecimento superior, o que induz valores de V_E inferiores.

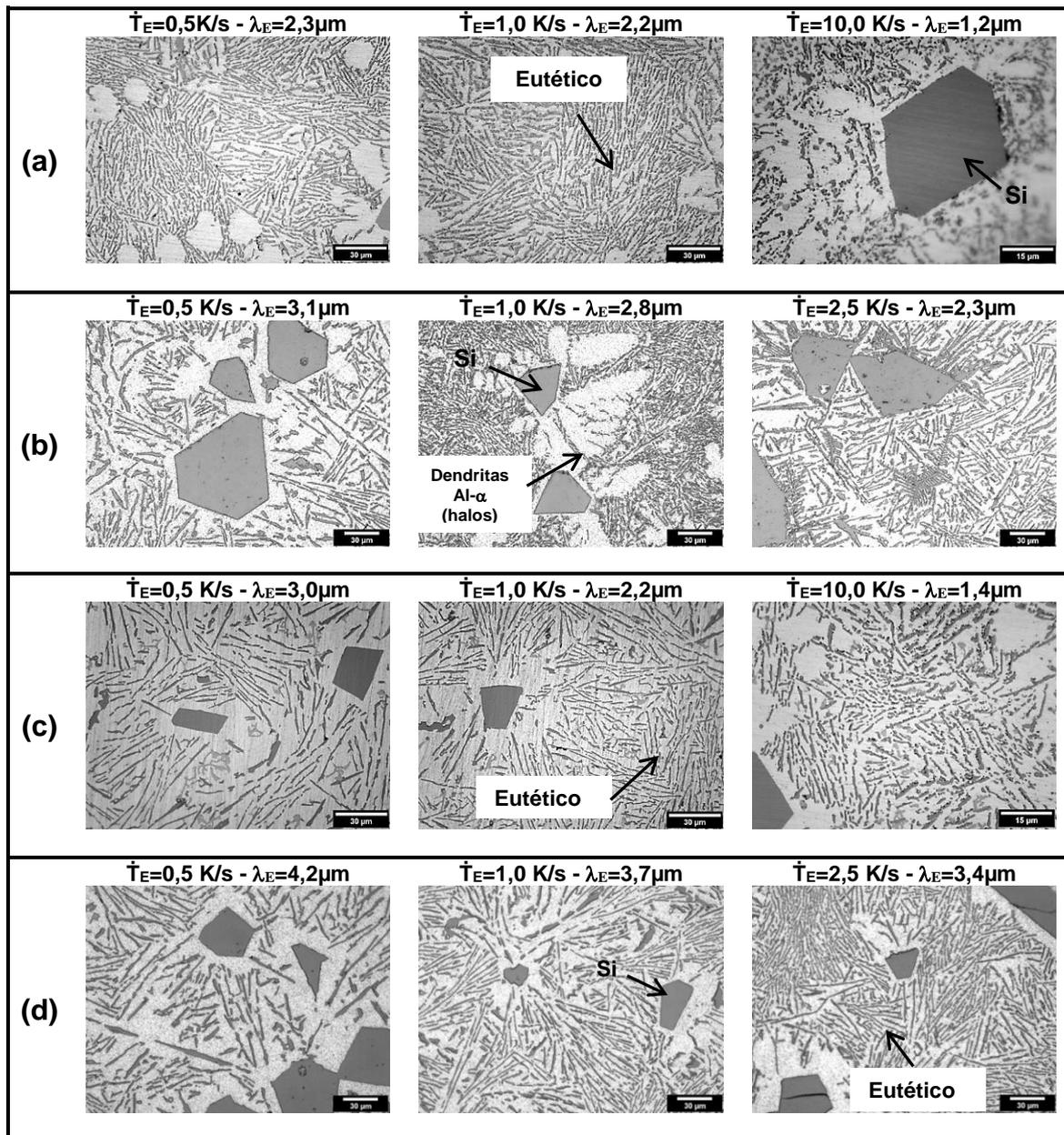
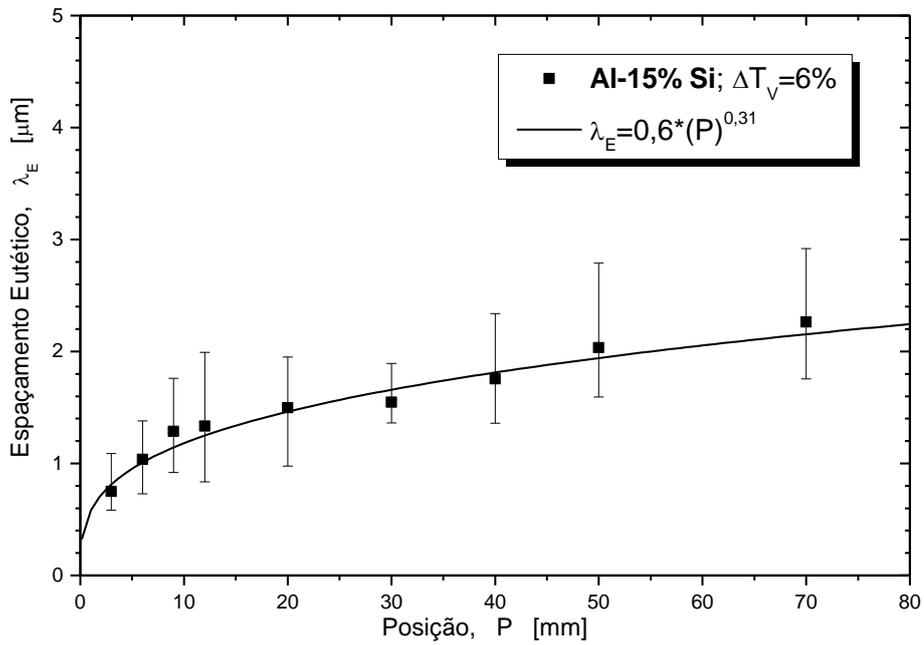


Figura 4.12 – Microestruturas representativas das ligas hipereutéticas Al-Si obtidas por solidificação direcional, considerando três diferentes taxas de resfriamento e dois superaquecimentos para cada composição: (a) Al-15%Si com $\Delta T_v=6\%$; (b) Al-15%Si com $\Delta T_v=23\%$; (c) Al-18%Si com $\Delta T_v=6\%$ e (d) Al-18%Si com $\Delta T_v=23\%$.

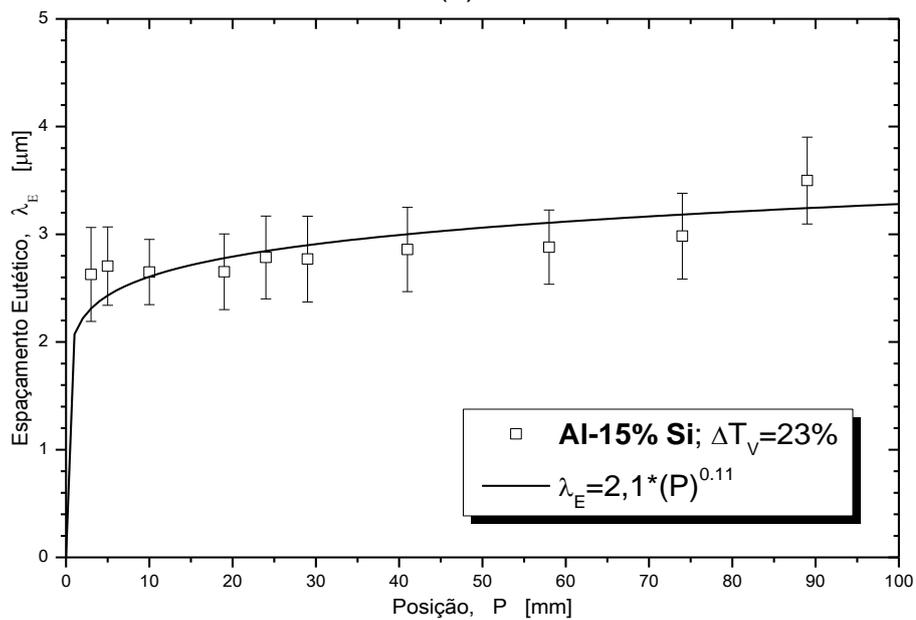
4.3 Leis de Crescimento Eutético

As Figuras 4.13 e 4.14 apresentam as evoluções do espaçamento eutético (λ_E) com a posição (P) relativa à interface metal/molde. Nelas é

possível observar que o espaçamento eutético aumenta ao longo do comprimento dos lingotes, isto é, são formadas partículas mais grosseiras de Si eutético à medida que a posição aumenta. O espaçamento eutético (λ_E) da liga Al-15%Si varia de 0,8 μm a 3,1 μm , quando considerados dados de ambos os experimentos, com ΔT_V de 6% e de 23%. No caso da liga Al-18%Si, λ_E varia de 1,3 μm a 4,4 μm .



(a)



(b)

Figura 4.13 – Evolução do espaçamento eutético com a posição (P) para as ligas Al-15%Si produzidas com superaquecimento de: (a) $\Delta T_V=6\%$; (b) $\Delta T_V=23\%$

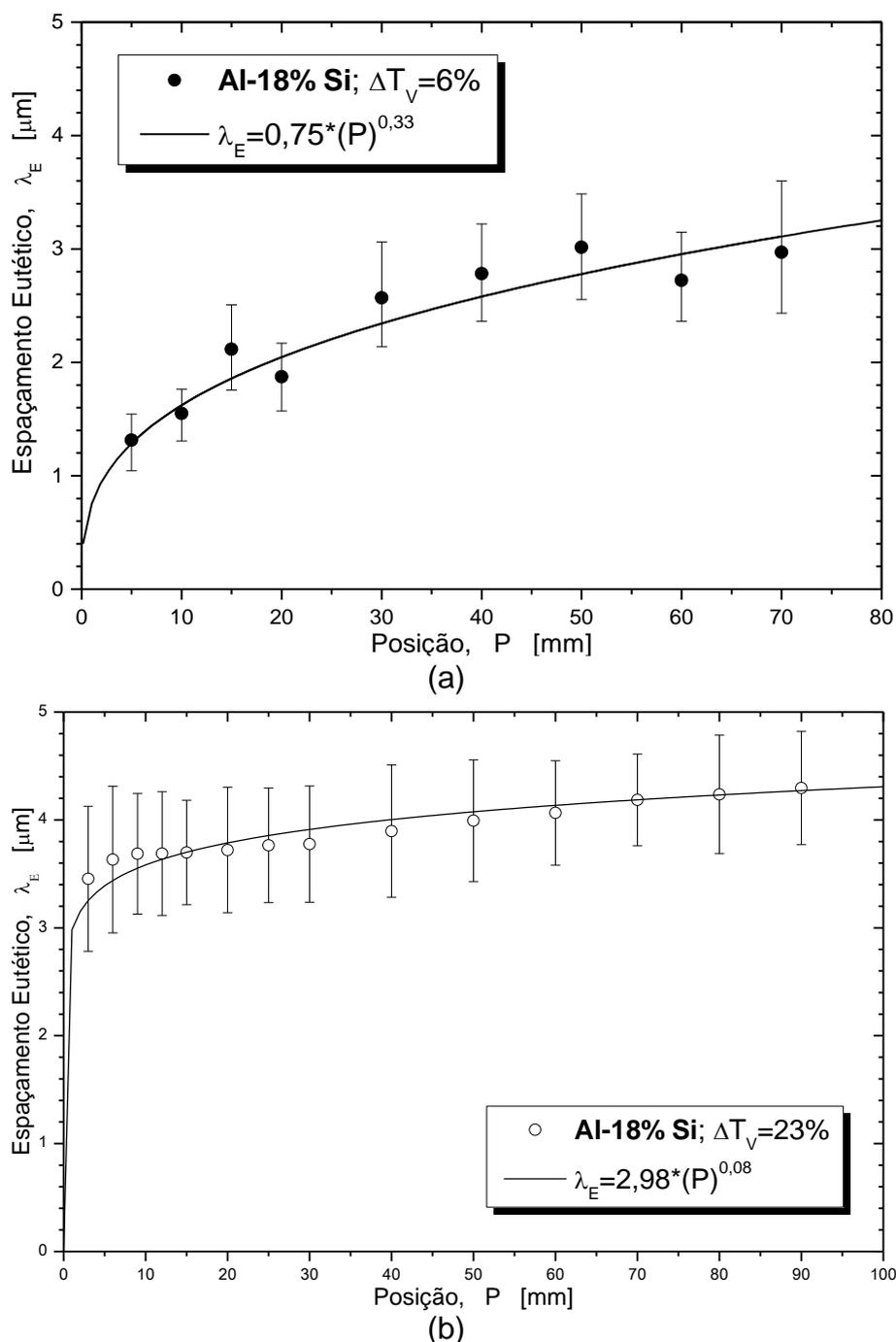


Figura 4.14 – Evolução do espaçamento eutético com a posição (P) para as ligas Al-18%Si produzidas com superaquecimento de: (a) $\Delta T_v=6\%$; (b) $\Delta T_v=23\%$.

Uma única lei experimental de crescimento é capaz de caracterizar a evolução do espaçamento eutético com a velocidade de avanço da frente eutética (V_E) para todas as condições examinadas, envolvendo solidificação direcional transitória para ambas as ligas hipereutéticas Al-Si, como mostrado

na Figura 4.15, isto é, $\lambda_E = 1.3(V_E)^{-1/2}$. A relação mencionada está de acordo com a tradicional equação por Jackson e Hunt para o crescimento de eutéticos lamelares [73].

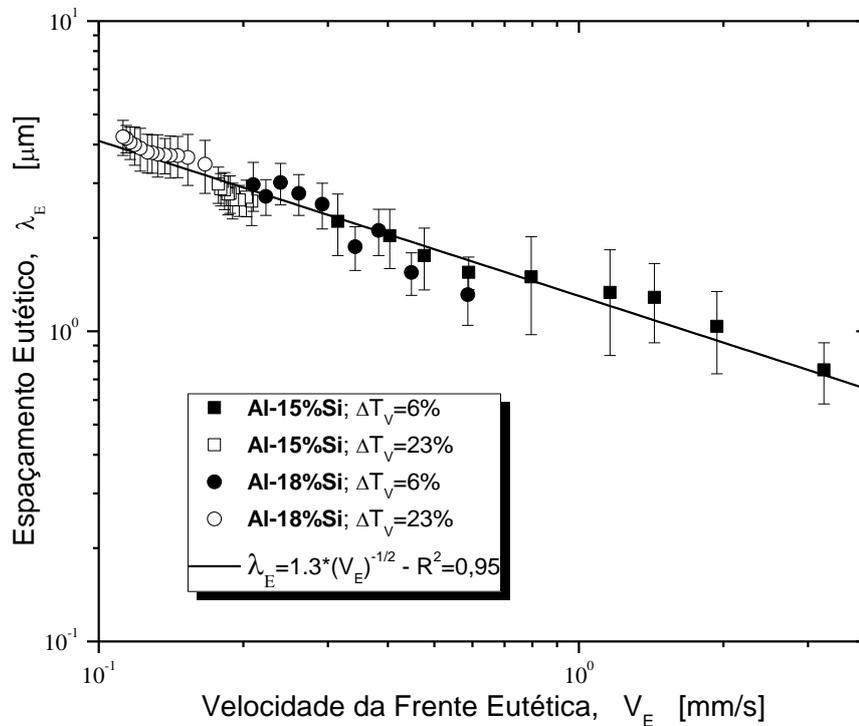


Figura 4.15 – Espaçamento eutético em função da velocidade eutética ($\lambda_E \times V_E$) estabelecendo relações de crescimento para as ligas fundidas Al-15%Si e Al-18%Si solidificadas direcionalmente com $\Delta T_v = 6$ e 23%. R^2 é o coeficiente de correlação.

A análise da Figura 4.15 pode dar uma falsa impressão de que o aumento do teor de Si da liga ou mudanças no superaquecimento não afetam λ_E , e que o crescimento eutético dependeria exclusivamente da velocidade de crescimento (V_E). Porém, é importante notar que os presentes experimentos de solidificação foram realizados sob condições de solidificação transitórias, em que tanto V_E como G_E variam livremente no tempo. Para tais condições, ambos os parâmetros térmicos de solidificação estarão afetando o espaçamento interfásico eutético, e o efeito simultâneo de ambos os parâmetros térmicos deve ser levado em consideração.

Considerando que o crescimento do espaçamento interfásico no eutético Al-Si também é reconhecido como dependente do gradiente térmico (G) [60],

com relatos que mostram que o espaçamento diminui à medida que o gradiente térmico aumenta, parcelas de valores médios de espaçamento eutético e seus respectivos desvios padrão, para as ligas Al-Si estudadas, em função de G_E e V_E , são fornecidos na Figura 4.16.

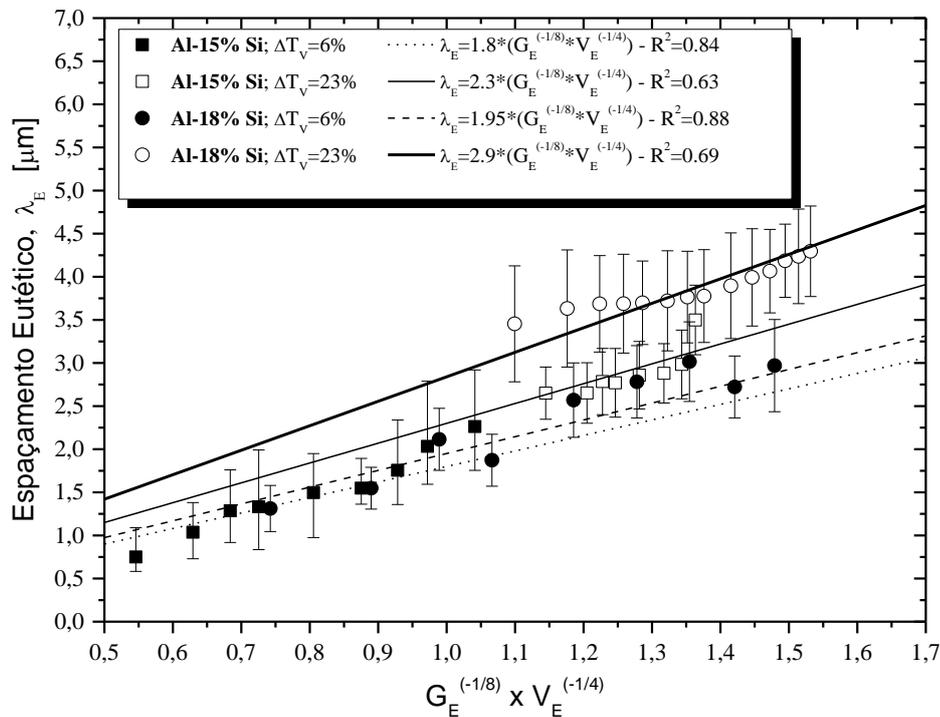


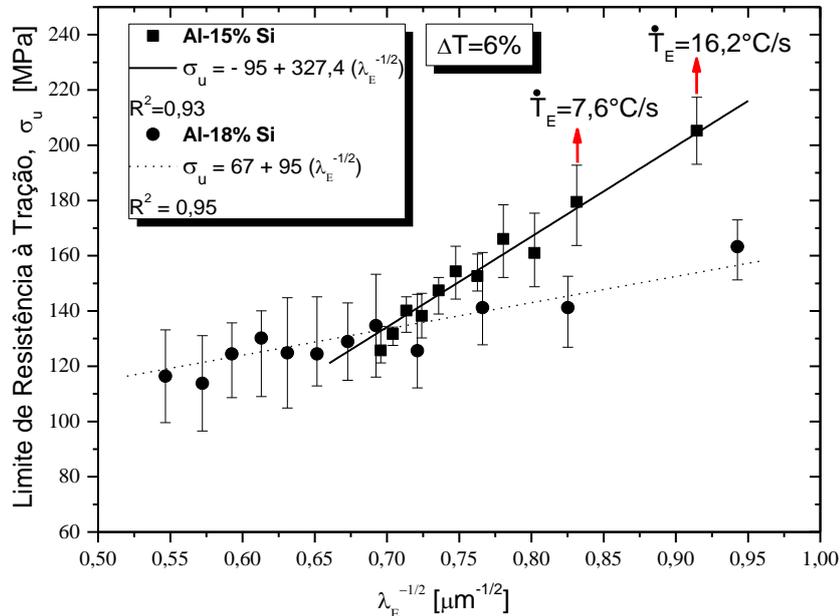
Figura 4.16 – Espaçamento eutético em função de $G_E^{(-1/8)} \times V_E^{(-1/4)}$ com respectivas leis de crescimento para as ligas Al-15%Si e Al-18%Si, com $\Delta T_V=6$ e 23%.

Apesar de quatro tendências experimentais terem sido encontradas, é demonstrado que os dados correspondentes à solidificação direcional da liga Al-18%Si com $\Delta T=23\%$ diferem substancialmente dos outros. Isso significa que, para tal condição, uma combinação de V_E e G_E permite o desenvolvimento de espaçamentos (λ_E) mais grosseiros.

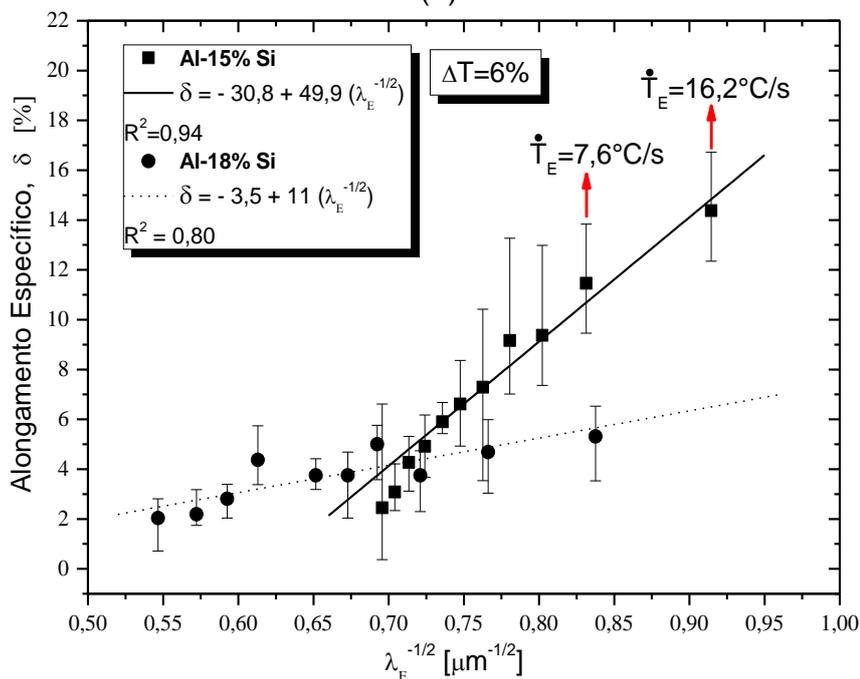
4.4 Propriedades Mecânicas de Tração

O limite de resistência à tração (σ_u) e o alongamento específico (δ) foram obtidos a partir de ensaios de tração para todas as condições de solidificação examinadas das ligas hipereutéticas Al-Si. Em todos os casos, as propriedades mecânicas de tração foram associadas com a escala de comprimento da

microestrutura resultante das ligas, isto é, o espaçamento eutético (λ_E) dentro da mistura eutética ao longo do comprimento dos lingotes fundidos, como mostrado nas Figuras 4.17 e 4.18.

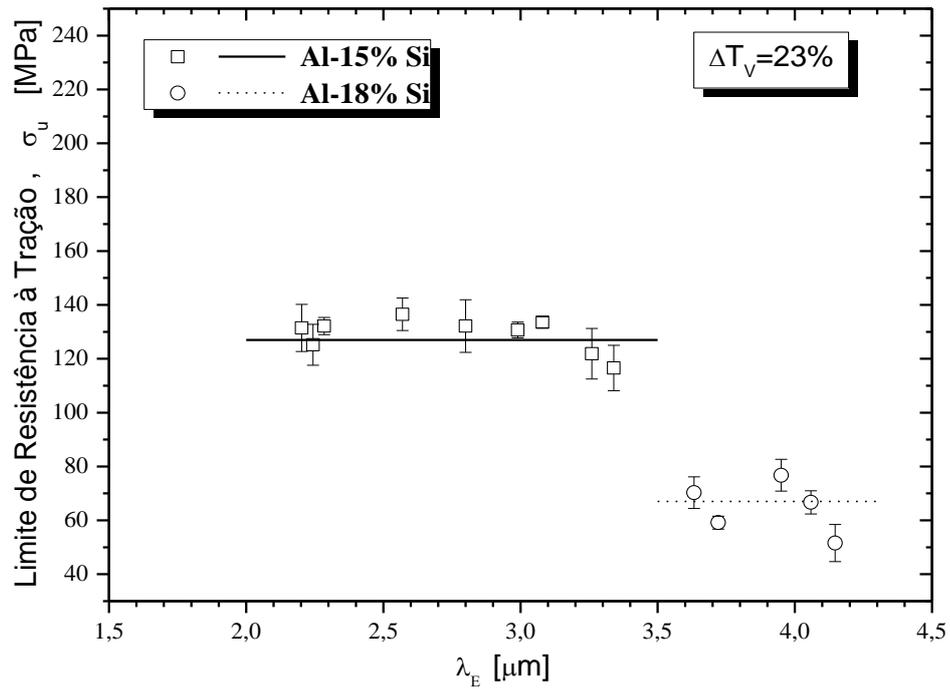


(a)

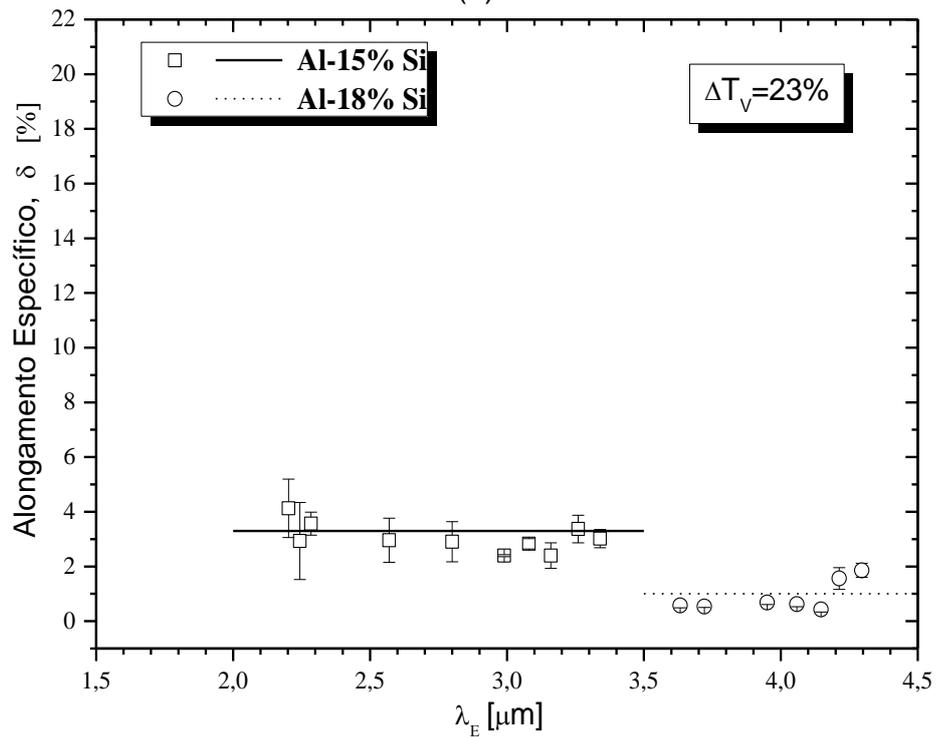


(b)

Figura 4.17 – Evolução do (a) limite de resistência à tração e do (b) alongamento específico, ao longo do comprimento de lingotes de Al-15%Si e Al-18%Si solidificados direcionalmente, em função do espaçamento eutético, para um superaquecimento de 6%.



(a)



(b)

Figura 4.18 - Evolução do (a) limite de resistência à tração e do (b) alongamento específico, ao longo do comprimento de lingotes de Al-15%Si e Al-18%Si solidificados direcionalmente, em função do espaçamento eutético para, um superaquecimento de 23%.

Enquanto os dados experimentais para as propriedades de tração das ligas Al-Si hipereutéticas sob superaquecimento de 23% permanecem inalterados (Figura 4.18), σ_u e δ relacionados às amostras solidificadas sob $\Delta T_V=6\%$ variaram em função de λ_E . A variação desprezível das propriedades em função de λ_E para ambas as ligas Al-Si solidificadas com $\Delta T=23\%$, como mostra a Figura 4.18, é devido às estruturas eutéticas mais grosseiras. Neste caso, observa-se um comportamento frágil, uma vez que a ductilidade permanece entre 1-4%. Em geral, o limite de resistência à tração e o alongamento específico da liga de Al-15%Si são superiores às encontradas para a liga de Al-18% (% em peso).

Em um estudo desenvolvido por Khan e coautores [60] foi proposto que as relações experimentais entre as propriedades mecânicas das ligas eutéticas Al-Si e o espaçamento eutético poderiam seguir as fórmulas tipo Hall-Petch $\sigma_u = \sigma_0 + B\lambda^{-f}$, onde "B" e "f" são constantes. Na referida pesquisa, a liga Al-12,7%Si (% em peso) foi solidificada num equipamento de solidificação direcional vertical do tipo Bridgman retirando a amostra de um reservatório com água, arrefecido também à água, com uma velocidade de tração constante na gama de 0,10-1.080 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. Os valores determinados de "f" através das relações experimentais do tipo Hall-Petch foram de 0,50 e 0,45 para o silício do tipo agulha ("flaky") e o silício fibroso, respectivamente. Estes resultados implicam que a adoção de relações do tipo Hall-Petch, que significa correlacionar essas propriedades de tração com o inverso da raiz quadrada de λ , é uma maneira razoável de representar a dispersão experimental σ_u e δ , como mostrado na Figura 4.17.

Valores mais elevados de $\lambda_E^{-1/2}$ (menores valores de λ_E) estão associados com regiões mais próximas da base resfriada dos lingotes das ligas Al-Si fundidas e solidificadas direcionalmente (Figura 4.17). Pode-se ver que para $\Delta T = 6\%$, λ_E afeta significativamente tanto δ quanto σ_u , para a liga Al-15%Si, enquanto que o efeito de λ_E sobre essas propriedades não é tão substancial para o Al-18%Si. Quanto menor λ_E , maiores as propriedades de tração. No entanto, outras características tais como, por exemplo, a maior

proporção de partículas de Si primário na liga de Al-18%Si podem causar alguma influência nas propriedades mecânicas de tração.

As correlações experimentais do tipo propriedades de tração versus λ_E demonstraram não só que as microestruturas de ligas Al-Si hipereutéticas com Al+Si eutéticos refinados (menores espaçamentos eutéticos) estão relacionadas com propriedades mecânicas mais elevadas, mas também que o aumento no teor de Si de liga conduz a redução da ductilidade (δ) e do limite de resistência à tração (σ_u), assim como foi observado nos resultados obtidos por Elzanaty [6] para as ligas fundidas Al-Si hipereutéticas de composição Al-15%Si, Al-17%Si e Al-20%Si.

Na Figura 4.17 pode-se ver que λ_E afeta apenas δ e σ_u a partir de um determinado valor de espaçamento eutético ($\lambda_E^{-1/2} > 0,65$) distribuído ao redor da fase Al-halo. Os maiores valores de σ_u e δ obtidos neste trabalho, estão em torno de 205 MPa e 14,4%, e são superiores aos obtidos após tratamento térmico de esferoidização de amostras de Al-20%Si (170 MPa e 4,07%) [74], indicando que com a otimização da morfologia da estrutura eutética bruta de solidificação é capaz de ultrapassar propriedades mecânicas proporcionadas por tratamentos térmicos, levando a economia de tempo e energia.

As equações experimentais relacionando σ_u e δ a λ_E , propostas tanto para Al-15%Si quanto para Al-18%Si experimentalmente examinadas, podem ser úteis no controle de microestruturas de componentes Al-Si, processadas sob diferentes níveis de superaquecimento.

5 CONCLUSÕES

Os experimentos foram realizados com o objetivo de investigar o efeito do superaquecimento sobre a evolução da microestrutura e propriedades mecânicas de tração ao longo do comprimento de ligas Al-Si hipereutéticas solidificadas direcionalmente. Com base nos resultados experimentais obtidos para as 4 condições de solidificação transiente das ligas hipereutéticas Al-Si, as seguintes conclusões podem ser inferidas:

- O crescimento eutético de todas as ligas, para os superaquecimentos examinados, mostrou ser representado por uma única função experimental do tipo potência, que relaciona λ_E a V_E . Função esta dada por $\lambda_E = 1,3(V_E)^{-1/2}$, o que está de acordo com a clássica lei de crescimento para eutéticos proposta por Jackson e Hunt.
- Para a solidificação em regime transitório de extração de calor (condições experimentais examinadas no presente estudo), os parâmetros térmicos de solidificação, V_E e G_E , variam livremente no tempo. Uma lei experimental de crescimento eutético foi então desenvolvida, considerando ambos os parâmetros térmicos e apresenta a seguinte forma: $\lambda_E = C (G_E^{-1/8} \times V_E^{-1/4})$, onde λ_E [μm], V_E [mm/s], G_E [K/s] e C é uma constante experimental que depende tanto da composição da liga hipereutética Al-Si quanto do superaquecimento. Uma vez parametrizada a composição da liga, o valor de C aumentou com o superaquecimento. O aumento tanto do teor de Si quanto do superaquecimento da liga fundida mostrou promover o crescimento de estruturas eutéticas mais grosseiras.
- Correlações do tipo Hall-Petch são propostas relacionando as propriedades de tração versus λ_E , que demonstraram não somente que as microestruturas de ligas Al-Si hipereutéticas com Al + Si eutético refinado (menores espaçamentos eutéticos) estão relacionadas à propriedades mecânicas mais elevadas, mas também que o aumento no teor de Si na liga conduz a uma diminuição tanto da ductilidade como da resistência mecânica.

- O efeito de λ_E sobre as propriedades de tração mostrou-se significativo para o menor superaquecimento utilizado ($\Delta T_V=6\%$). No entanto, com o aumento no superaquecimento ($\Delta T_V=23\%$), as propriedades de tração mostraram-se não afetadas por λ_E , estando os mais altos valores de limite de resistência à tração (σ_u) e ductilidade (δ) associados à liga hipereutética com menor teor de Si (Al-15%Si).

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Determinar o tamanho e fração de partículas primárias de Si, verificando sua influência nas propriedades mecânicas das ligas hipereutéticas Al-Si;
- Determinar resistência ao desgaste associada com as microestruturas encontradas nestas 4 condições testadas;
- Adicionar Mg na liga Al-15%Si e realizar experimentos de solidificação unidirecional em regime transitório de extração de calor, com posterior análise microestrutural, correlacionando as microestruturas encontradas com as propriedades mecânicas determinadas por meio de ensaio de tração, dureza e desgaste;

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] TARAWANNA, S. O.; A.K. DAHLE, A. K.; Casting of aluminium alloys, **Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications**, 1th edition. Woodhead Publishing, p 141-154, 2011.
- [2] ROOY, E. L.; Aluminum Foundry Products, Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials – **ASM Metals Handbook**, v.2, pp. 484-568, 1990.
- [3] WARMUZEK, M.; **Aluminum-Silicon Casting Alloys Atlas of Microfractographs**, ASM International, p.1-9, 2004.
- [4] LASA, L.; RODRIGUEZ-IBABE, J. M. Wear behaviour of eutectic and hypereutectic Al-Si-Cu-Mg casting alloys tested against a composite brake pad. **Materials Science and Engineering A**, v. 363, p. 193–202, 2003.
- [5] QIAN, Z. et al. Effects of trace Mn addition on the elevated temperature tensile strength and microstructure of a low-iron Al-Si piston alloy. **Materials Letters**, v. 62, p. 2150–2153, 2008.
- [6] ELZANATY, H. Effect of Composition on the Microstructure and Mechanical Properties of Al-xSi Alloys. **Journal of Material Science & Surface Engineering**, v. 2, n. 2, p. 126–129, 2015.
- [7] PRASAD, B. K. et al. Sliding wear behavior of some Al-Si alloys: Role of shape and size of Si particles and test conditions. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 29, n. November, p. 2747–2752, 1998.
- [8] XU, C. L. et al. Cooling rate and microstructure of rapidly solidified Al-20 wt.% Si alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 417, p. 275–280, 2006.
- [9] LI, P. et al. Effect of melt overheating, cooling and solidification rates on Al-16wt.%Si alloy structure. **Materials Science and Engineering A**, v. 332, p. 371–374, 2002.

- [10] KASPRZAK, W. et al. The effect of the melt temperature and the cooling rate on the microstructure of the Al-20% Si alloy used for monolithic engine blocks. **International Journal of Metalcasting**, v. 3, p. 55–71, 2009.
- [11] LIANG, D.; BAYRAKTAR, Y.; JONES, H. Formation and segregation of primary silicon in Bridgman solidified Al-18.3 wt% Si alloy. **Acta Metallurgica Et Materialia**, v. 43, n. 2, p. 579–585, 1995.
- [12] KURZ, W.; FISHER D.J. **Fundamentals of Solidification**, 4th edition. Trans Tech Publications Ltd, 1981/1984/1986/1989/1992/2005, 304 p.
- [13] KOROJY, B.; FREDRIKSSON, H.; On solidification of hypereutectic Al-Si alloys. **Transactions of The Indian Institute of Metals**, v. 62, Issues 4-5, p. 361-365, 2009.
- [14] VIJEESH, V.; PRABHU, K. N. Review of microstructure evolution in hypereutectic Al-Si alloys and its effect on wear properties. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, v. 67, n. 1, p. 1–18, 2014.
- [15] SU, R. J.; OVERFELT, R. A.; JEMIAN, W. A. Microstructural and compositional transients during accelerated directional solidification of Al-4.5 wt pct Cu. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 29A, p. 2375-2381, 1998.
- [16] GÜNDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. Directional solidification of aluminium-copper alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 327, n. 2, p. 167-185, 2002.
- [17] BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J.S. Prediction of dendrite arm spacings in unsteady-and steady-state heat flow of unidirectionally solidified binary alloys. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 28, p. 651-663, 1997.
- [18] BRITO, C. et al. Cellular growth during the transient directional solidification of Zn-rich Zn-Cu monophasic and peritectic alloys. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 73, p. 1173–1181, 2012.

- [19] SILVA, B. L.; GARCIA, A.; SPINELLI, J. E. The effects of microstructure and intermetallic phases of directionally solidified Al-Fe alloys on microhardness. **Materials Letters**, v. 89, p. 291–295, 2012.
- [20] GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. 2ª ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2007, 399 p.
- [21] FERREIRA, I. L.; MOUTINHO, D. J.; GOMES, L. G.; ROCHA, O. L.; GARCIA, A. Modeling and experimental analysis of macrosegregation during transient solidification of a ternary Al-6wt%Cu-1wt%Si alloy. **Philosophical Magazine Letters**, p. 1-9, 2009.
- [22] CHEUNG, N. et al. Interfacial heat transfer coefficients and solidification of an aluminum alloy in a rotary continuous caster. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 52, n. 1-2, p. 451–459, 2009.
- [23] SPINELLI, J. E.; GARCIA, A. Microstructural development and mechanical properties of hypereutectic Sn–Cu solderalloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 568, p. 195–201, 2013.
- [24] DONS, A. L.; PEDERSEN, L.; ARNBERG, L. **Materials Science and Engineering**, v. 271, p. 91-94, 1999.
- [25] MARTORANO, M. A.; CAPOCCHI, J.D.T. **Materials Science and Technology**, v. 16, p. 483-490, 2000.
- [26] MARTORANO, M. A.; CAPOCCHI, J.D.T. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 31A, p. 3137-3147, 2000.
- [27] ROSA, D.M. **Estruturas Celulares, Transição Celular/Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória**. 2007. 199 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2007.

- [28] ROCHA, O.F.L.; SIQUEIRA, C.A.; GARCIA, A. Cellular/dendritic transition during unsteady-state unidirectional solidification of Sn-Pb alloys, **Materials Science and Engineering A**, v. 347, p. 59-69, 2003A.
- [29] ROCHA, O.F.L.; SIQUEIRA, C.A.; GARCIA, A. Heat flow parameters dendrite spacings during unsteady state solidification of Sn-Pb and Al-Cu alloys, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.34A, p. 995-1006, 2003B.
- [30] HUNT, J. D.; LU, S. Z. Numerical modeling of cellular array growth: spacing and structure predictions, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27A, p. 611-623, 1996.
- [31] HUNT, J.D. Keynote Address: Cellular and primary dendrite spacings. In: Metals Society, 1979. **Proceeding of International Conference on Solidification and Casting of Metals**, London, Metals Society, p. 3-9, 1979.
- [32] LAPIN, J. et al. Directional solidification of Ni-Al-Cr-Fe alloy, **Scripta Materialia**, v. 37, n°1, p. 85-91, 1997.
- [33] QUARESMA, J.M.V.; SANTOS, C.A.; GARCIA, A. Correlation Between Unsteady-State Solidification Conditions, Dendrite Spacings and Mechanical Properties of Al-Cu Alloys, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 31A, p. 3167-3178. 2000.
- [34] PERES, M.D.; SIQUEIRA, C.A.; GARCIA, A. Macrostructural and microstructural development in Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 381, p. 168-181, 2004.
- [35] HALL, E.O. The Deformation and Ageing of Mild Steel-Discussion of Results, **Proceedings of the Physical Society of London Section B**, v. 64, p. 747-753, 1951.

- [36] PETCH, N.J. The Cleavage Strength of Polycrystals, **Journal of the Iron and Steel Institute**, v. 174, p. 25-28, 1953.
- [37] GOULART, P. R.; SPINELLI, J. E.; OSÓRIO, W. R. ; GARCIA , A.; Mechanical properties as a function of microstructure and solidification thermal variables of Al-Si castings. **Materials Science and Engineering A** , v. 421, p. 245-253, 2006.
- [38] OSÓRIO, W.R.; GARCIA, A. Modeling dendritic structure and mechanical properties of Zn-Al alloys as a function of solidification condition, **Materials Science and Engineering A**, v. 325, p. 103-111, 2002.
- [39] OSÓRIO, W.R. et al. Mechanical properties as a function of thermal parameters and microstructure of Zn-Al castings. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 143-44, p. 703-709, 2003.
- [40] CANTÉ, M.V. et al. Microstructural Development in Al-Ni Alloys Directionally Solidified under Unsteady-State Conditions. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 39, p. 1712-1726, 2008.
- [41] GOULART, P.R. et al. Cellular Microstructure and Mechanical Properties of a Directionally Solidified Al-1.0wt%Fe Alloy. **Materials Science Forum**, v. 636-637, p. 564-570, 2010.
- [42] KANG, H. S. et al. Microstructure selections in the undercooled hypereutectic Al-Si alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 404, p. 117–123, 2005.
- [43] RAO, A. G.; DESHMUKH, V.P.; PRABHU,N.; KASHYAP, B.P. Ductilizing of a brittle as-cast hypereutectic Al– Si alloy by friction stir processing. **Materials Letters**, v. 159, p.417-419, 2015.
- [44] PEI, Y. T.; DE HOSSON, J. T. M. Five-fold branched Si particles in laser clad AlSi functionally graded materials. **Acta Materialia**, v. 49, p. 561–571, 2001.

- [45] YILMAZ, F.; ELLIOTT, R. The microstructure and mechanical properties of unidirectionally solidified Al-Si alloys. **Journal of Materials Science**, v. 24, p. 2065–2070, 1989.
- [46] YI, H.; ZHANG, D. Morphologies of Si phase and La-rich phase in as-cast hypereutectic Al-Si-xLa alloys. **Materials Letters**, v. 57, p. 2523–2529, 2003.
- [47] XU, C. L. et al. Growth of octahedral primary silicon in cast hypereutectic Al-Si alloys. **Journal of Crystal Growth**, v. 291, p. 540–547, 2006.
- [48] YILMAZ, F.; ATASOY, O. A.; ELLIOTT, R. Growth structures in aluminium-silicon alloys II. The influence of strontium. **Journal of Crystal Growth**, v. 118, p. 377–384, 1992.
- [49] LIU, R. P. et al. Undercooling and solidification of Al-50 at. pct Si Alloy by electromagnetic levitation. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 35, n. February, p. 607–612, 2004.
- [50] DAY, M. G. Primary Silicon Spherulites in Aluminium–Silicon Alloys. **Nature**, v.219, p1357-1358, 1968.
- [51] KOBAYASHI, K.; SHINGU, P. H. Crystal growth of the primary silicon in an Al–16 wt% Si alloy. **Journal of Materials Science**, v. 10, p. 290-299, 1975.
- [52] NIKANOROV, S. P. et al. Structural and mechanical properties of Al-Si alloys obtained by fast cooling of a levitated melt. **Materials Science and Engineering A**, v. 390, p. 63–69, 2005.
- [53] DAHLBORG, U., KRAMER, M.J., BESSER, M. MORRIS, J.R., CALVO-DAHLBORG, M. Structure of molten Al and eutectic Al-Si alloy studied by neutron diffraction. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 361, p63-69, 2013.

- [54] CALVO-DAHLBORG, M., POPEL, P.S., KRAMER, M.J., BESSER, M. MORRIS, J.R., DAHLBORG, U. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 550, p.9-22, 2013.
- [55] SCHABERGER-ZIMMERMANN, E.; MATHES, M.; ZIMMERMANN, G. Hypereutectic AlSi Alloy: Gathering of 3D Microstructure Data. **Journal of the Minerals, Metals, and Materials Society**, v. 68, p. 2073-2081, 2016.
- [56] WANG, K.; WEI, M.; ZHANG, I.; DU, Y. Morphologies of Primary Silicon in Hypereutectic Al-Si Alloys: Phase-Field Simulation Supported by Key Experiments. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, p. 1510-1516, 2016.
- [57] DAI, H.; LIU, X. Effects of individual and combined additions of phosphorus, boron and cerium on primary and eutectic silicon in an Al-30Si alloy. **Rare Metals**, v. 28, p. 651-655, 2009.
- [58] JONES, H. The status of rapid solidification of alloys in research and application. **Journal of Material Science**, v. 19, p. 1043-1076, 1984.
- [59] HOU, L. G.; CUI, C.; ZHANG, J. S. Optimizing microstructures of hypereutectic Al-Si alloys with high Fe content via spray forming technique. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 6400-6412, 2010.
- [60] KHAN, S.; OURDJINI, A.; HAMED, Q. S.; ALAM NAJAFABADI, M. A.; ELLIOTT, R. Hardness and mechanical property relationships in directionally solidified aluminium-silicon eutectic alloys with different silicon morphologies. **Journal of Materials Science**, v. 28, p. 5957-5962, 1993.
- [61] ABAL. **Informativo e estatísticas da Associação Brasileira de Alumínio**. Disponível em: <<http://ww.abal.org.br>>. Acesso em fev. 2016.
- [62] ROOY, E. L.; Aluminum and aluminum alloys, ASM Casting – **Metals Handbook**, v.15, p. 743-770, 1988.

- [63] NOGITA, K.; DAHLE, A.K. Determination of Eutectic Solidification Mode in Sr-Modified Hypoeutectic Al-Si Alloys by EBSD, **Materials Transactions Jim**, v. 42, p. 207-214, 2001.
- [64] KAYA, H.; ÇADIRLI, E.; GÜNDÜZ, M.; ÜLGEN, A. Effect of the Temperature Gradient, Growth Rate, and the Interflake Spacing on the Microhardness in the Directionally Solidified Al-Si Eutectic Alloy. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v.12, p.544-551, 2003.
- [65] CARVALHO, D. B.; MOREIRA, A.L.; MOUTINHO, J.M.F.; ROCHA, O.L.; SPINELLI, J.E. The Columnar to Equiaxed Transition of Horizontal Unsteady-State Directionally Solidified Al-Si Alloys. **Materials Research**, v.17, p.498-510, 2014.
- [66] ROSA, D.M. et al. Cellular/dendritic transition and microstructure evolution during transient directional solidification of Pb-Sb alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 39A, n° 9, p. 2161-2174, 2008.
- [67] **AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM)**. ASTM E3-11. West Conshohocken, Pennsylvania. 2011. 12 p.
- [68] MCCARTNEY, D.G.; HUNT, J.D. Measurements of cell and primary dendrite arm spacings in directionally solidified alloys. **Acta Metallurgica**, v.29, p.1851-1863, 1981.
- [69] PARISI, A.; PLAPP, M. Defects and multistability in eutectic solidification patterns, **Europhysics Letters - IOPscience**, v. 26010, p. 1-6, 2010.
- [70] GÜNDÜZ, M.; KAYA, H.; ÇADIRLI, E.; ÖSMEN, A. Interflake spacings and undercoolings in Al-Si irregular eutectic alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 369, p. 215-229, 2004
- [71] **AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM)**. ASTM E8/E8M-15a. *West Conshohocken, Pennsylvania*. 2015. 29 p.
- [72] YILMAZ, F.; ELLIOT, R. Halo formation in Al-Si alloys. **Metal Science**, v.18, p.362-366, 1984.

- [73] JACKSON, K. A.; HUNT, J.D. Lamellar and Rod Eutectic Growth. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v.236, p.1129-1142, 1966.
- [74] SUAREZ, M. A.; FIGUEROA, I.; CRUZ, A. Study of the Al-Si-X System by Different Cooling Rates and Heat Treatment. **Materials Research**, v.15, p.763-769, 2012.