

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

**CORRELAÇÕES ENTRE MICROESTRUTURA, PARÂMETROS TÉRMICOS E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS DE ALUMÍNIO DA SÉRIE 5XXX  
SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE.**

Cíntia Toshimi Ogata

São Carlos-SP  
2017



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

**CORRELAÇÕES ENTRE MICROESTRUTURA, PARÂMETROS TÉRMICOS E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS DE ALUMÍNIO DA SÉRIE 5XXX  
SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE.**

Cíntia Toshimi Ogata

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

Orientador: Dr. José Eduardo Spinelli

Coorientador: Dr. Tomaz Toshimi Ishikawa

São Carlos-SP  
2017



## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho aos meus pais Akemi Kaneshiro Ogata e Jorge Toshiyuki Ogata, e às minhas irmãs Paula Yuko Ogata e Carolina Natsumi Ogata.

## **VITAE DA CANDIDATA**

Graduada em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos, Campus São Carlos - SP (2014).





UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

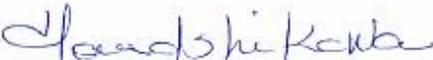
Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

Folha de Aprovação

---

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Cinthia Toshimi Ogata, realizada em 04/08/2017:



---

Prof. Dr. Tomaz Toshimi Ishikawa  
UFSCar



---

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi  
UFSCar



---

Prof. Dr. Ricardo do Carmo Fernandes  
CBA

Nota: A defesa contou com a participação a distância do Prof. Dr. José Eduardo Spinelli - Orientador



## AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. José Eduardo Spinelli por aceitar este desafio mesmo com a distância ao longo do programa, pela paciência e motivação. Ao Prof. Dr. Tomaz Toshimi Ishikawa pelo apoio nesta reta final.

Aos meus pais Akemi Kaneshiro Ogata e Jorge Toshiyuki Ogata pelas palavras de incentivo. Às minhas irmãs Paula Yuko Ogata e Carolina Natsumi Ogata por me reerguerem nos momentos mais críticos.

A todos os professores do DEMa/UFSCar pelo conhecimento passado durante todos esses anos de graduação e pós-graduação. Ao Grupo de Microestrutura e Propriedades em Processos de Solidificação (M2PS) por disponibilizar infraestrutura para a realização deste estudo.

Aos meus colegas de laboratório e trabalho: Lucas Otani, Marcella Gautê, Bismarck e Leonardo Gomes por todas as dicas e ajudas, e principalmente a Rodrigo Reyes pelo companheirismo, pela iniciativa e orientação durante todo o trabalho. Sem vocês este trabalho jamais seria possível.

Aos técnicos: Edson Roberto, pelo auxílio nas fusões das ligas metálicas, e Rover Belo, pela ajuda nos procedimentos metalográficos.

A Companhia Brasileira de Alumínio – CBA, pelo fornecimento de amostras e infraestrutura para caracterização dos resultados. Aos profissionais do laboratório Miguel Borodiak e Alexandro Rafael de Andrade pela paciência, disposição e conhecimento prático, e principalmente aos meus gestores Ricardo do Carmo Fernandes e Francisco de Paula Pinheiro pela oportunidade de conciliação entre vida profissional e acadêmica.



## RESUMO

Atualmente o processamento de ligas de alumínio com altos teores de Mg por fundição contínua é um desafio da indústria. Este trabalho tem como objetivo caracterizar ligas de Al da série 5xxx, tendo como base a liga comercial 5052 com variações em teores de Mg (2,4%, 2,6% e 3,2% em massa, este último extrapolado propositalmente da norma) por meio da solidificação direcional transitória, e assim compreender os efeitos do teor de Mg com relação a evolução de parâmetros térmicos (taxa de resfriamento e velocidade de solidificação), microestruturais (espaçamento dendrítico primário -  $\lambda_1$  e secundário -  $\lambda_2$ ), e propriedade mecânica (dureza Brinell). As análises microestruturais foram feitas através de microscopia de luz polarizada e microscopia eletrônica de varredura (MEV), de amostras retiradas de posições do lingote distando entre 3mm e 110mm da base refrigerada. Os experimentos atingiram taxas de resfriamento entre 7 e 30°C/s no termopar mais próximo da base. Leis de crescimento experimentais para evolução microestrutural de  $\lambda_1$  para as diferentes composições químicas foram derivadas, resultando em:  $\lambda_1 = 640 \dot{T}_L^{-1/4}$  para a liga com 2,4%Mg e  $\lambda_1 = 300 \dot{T}_L^{-1/4}$  para a liga com 3,2%Mg, cujo expoente experimental -1/4 está de acordo com a expressão proposta por Jackson e Hunt modificada pelo modelo analítico de Garcia e Clyne. Foram levantadas também as leis de crescimento dendrítico secundárias com relação a velocidade de solidificação,  $V_L$ , resultando nas expressões  $\lambda_2 = 27 V_L^{-1,1}$  para a liga 5052-2,4%Mg e  $\lambda_2 = 15 V_L^{-1,1}$  para as ligas 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg\*. Ou seja, maiores teores de Mg na liga 5052 proporcionam uma expressiva redução no valor de  $\lambda_2$  para uma determinada  $V_L$ . A evolução da dureza mostrou-se diretamente relacionada ao tamanho e a distribuição dos intermetálicos presentes, sendo  $\lambda_2$  o fator predominante no controle de dureza para as ligas examinadas.

**Palavras-chave:** Liga AA5052, Solidificação Direcional, Microestrutura



**CORRELATION BETWEEN SOLIDIFICATION THERMAL PARAMETERS,  
MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF  
DIRECTIONALLY SOLIDIFIED A-5XXX ALLOYS**

**ABSTRACT**

Processing high-Mg content Aluminum Alloys by continuous casting technics is considered an industry challenge. The present research aims to characterize 5xxx alloy series, considering composition based on the commercial alloy 5052 with different Mg contents (2.4wt.%, 2.6wt.% and 3.2wt.%, the latter intentionally extrapolated from the maximum limit) through transient directional solidification experiment. The results allowed to comprehend the effect of Mg content with respect to thermal parameters (cooling rate and  $V_L$ - tip growth rate), microstructural parameters (primary and secondary dendritic spacing -  $\lambda_1$  and  $\lambda_2$ ) and mechanical properties (Brinell hardness) of different alloys. Microstructural analyzes were performed using polarized light microscopy and scanning electron microscopy (SEM) of samples taken from different ingot positions (between 3mm and 110mm from the water-cooled face). The experiments reached cooling rates between 7 and 30°C/s (considering the closest thermocouple to the bottom). The experimental growth law for microstructural evolution of  $\lambda_1$  were obtained, resulting in:  $\lambda_1 = 640 \dot{T}_L^{-1/4}$  to the alloy with 2.4wt.%Mg and  $\lambda_1 = 300 \dot{T}_L^{-1/4}$  to the sample with 3.2wt.%Mg, in which experimental the exponent -1/4 is in agreement with the expression proposed by Jackson and Hunt modified by the analytical model of Garcia and Clyne. Secondary dendritic growth laws were also obtained concerning their variation with the growth rates, resulting in the following expressions:  $\lambda_2 = 27 V_L^{-1.1}$  for the 5052-2.4wt.%Mg and  $\lambda_2 = 15.0 V_L^{-1.1}$  for the 5052-2.6wt.%Mg and 5052-3.2wt.%Mg\* alloys. Thus, 5052 alloys containing higher Mg content may allow a significant decrease on  $\lambda_2$  value for a certain  $V_L$ . The hardness values were directly related to the size and distribution of the intermetallic particles and showed  $\lambda_2$  as the main variable to affect mechanical properties for the tested alloys.

**Keywords:** AA5052, Directional Solidification, Microstructure.



## **PUBLICAÇÕES**

- OGATA, C. T.; PINHEIRO, F.P.; SPINELLI, J. E. Correlação entre parâmetros térmicos e microestrutura da liga comercial Al-5052 solidificada unidirecionalmente. In: 22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Natal-RN, 2016. p. 5616-5627.
- OGATA, C.T.; SPINELLI, J.E. Solidificação unidirecional transitória, microestrutura parâmetros térmicos e dureza de ligas AA5052 variando teor de Mg. (Trabalho submetido e aceito na ABMWeek - 2017).



## SUMÁRIO

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO .....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO .....	v
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO .....	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xv
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS .....	xix
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVOS.....	5
3 REVISÃO BIBLIGRÁFICA .....	7
3.1 Fundamentos Da Solidificação .....	7
3.1.1 Aspectos Gerais Do Processo De Solidificação.....	7
3.1.2 Transferência De Calor Na Solidificação.....	9
3.1.3 Correlação Entre Parâmetros Térmicos E Microestrutura.....	12
3.1.4 Correlação Entre Microestrutura e Propriedades .....	15
3.2 Ligas Da Série 5xxx .....	17
3.3 Processo Twin Roll Cast (TRC) .....	25
4 MATERIAIS E MÉTODOS .....	29
4.1 Equipamentos E Materiais Utilizados.....	30
4.2 Dispositivo De Solidificação Direcional .....	33
4.3 Determinações Experimentais Das Variáveis Térmicas De Solidificação	36
4.4 Caracterização Da Morfologia Macro E Da Microestrutura De Solidificação	39
4.5 Ensaio De Dureza .....	43
4.6 Análise De Dados Em Thermo-Calc .....	44
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	45
5.1 Verificação Da Composição Química Das Amostras .....	45
5.2 Variáveis Térmicas De Solidificação Frente A $T_L$ .....	47
5.2.1 Perfis Térmicos Experimentais.....	47

5.2.2	Velocidades De Avanço Da Frente De Solidificação ( $T_l$ E $T_s$ ) .....	49
5.2.3	Taxa de Resfriamento .....	53
5.3	Macro E Microestrutura De Solidificação .....	54
5.3.1	Macroestrutura De Solidificação .....	54
5.3.2	Microestruturas De Solidificação .....	55
5.4	Leis De Crescimento Dendrítico .....	65
5.5	Perfis De Dureza Brinell .....	67
6	CONCLUSÕES .....	73
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	75
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	77

**ÍNDICE DE TABELAS**

	Pág.
Tabela 1.1 - Composição Química (% em peso) das principais ligas da série 5xxx [5].....	2
Tabela 3.1 - Fatores exponenciais das leis de crescimento dendrítico primário para ligas metálicas na solidificação em condições de fluxo de calor transitório [7] [18]. .....	14
Tabela 3.2 - Composição química da liga ASTM 5052 (% em peso) .....	20
Tabela 5.1 - Resultados experimentais para determinação dos valores de $T_L$ , $T_s$ e dos intervalos de solidificação das ligas 5052.....	47
Tabela 5.2 - Resumo dos resultados de espaçamentos dendríticos primários e secundário das três ligas analisadas.....	63
Tabela 5.3 - Resumo das leis de crescimento dendríticos primário e secundário, com relação a taxa de resfriamento e velocidade de avanço da isoterma <i>liquidus</i> respectivamente, das três ligas analisadas. ....	65



## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1 - Esquema de vazamento de metal líquido no processo Twin Roll Cast (Jumbo 3C® – 3CM® - Novelis) [1].....	1
Figura 1.2 - Diagrama de fases Al-Mg evidenciando a influência do teor de Mg no intervalo de solidificação para 3 composições distintas. ....	3
Figura 1.3 - Influência dos elementos de liga na tensão de escoamento das ligas de alumínio [6].....	3
Figura 3.1 - Influência da taxa de resfriamento (°C/s) sobre a microestrutura de solidificação [7].....	8
Figura 3.2 - Tipos de processos de fundição contínua, características e taxas de resfriamento decorrentes [3]. ....	9
Figura 3.3 - Modos de transferência de calor atuantes em um elemento de referência representativo do sistema metal/molde.....	10
Figura 3.4 – Isotermas liquidus a) e solidus b) para ligas comerciais Al-Mg-Mn contendo níveis de impureza de Si e Fe.....	18
Figura 3.5 - Influência do superaquecimento na a) Velocidade de avanço da isoterma liquidus, b) Taxa de resfriamento e c) Gradiente térmico da liga AA 5052 solidificada direcionalmente [28]. ....	21
Figura 3.6 - Microestruturas predominantemente dendríticas evidenciando as ramificações primárias (esquerda) e secundárias (direita) da liga binária Al-3%Mg resultantes de solidificação unidirecional ascendente, considerando taxas de resfriamento a) 2,5K/s, e b) 0,36K/s [18].....	22
Figura 3.7 - Microestruturas da liga Al-3%Mg-1%Si em solidificação vertical ascendente, a) celular, b) em transição e c) dendrítica evidenciando as ramificações primárias (esquerda) e secundárias (coluna da direita) [18]. ....	23
Figura 3.8 - Imagens de MEV – CS BSD (elétrons retroespalhados), evidenciando a morfologia das fases intermetálicas; fase escura (Mg <sub>2</sub> Si), e branca (fase rica em Fe) e cinza (matriz de Al); da liga Al-3%Mg nas posições a)15mm, b) 50mm, c) 70mm, e da liga Al-3%Mg-1%Si nas posições d)15mm e e) 90mm com relação a interface metal/molde [18]. ....	24

Figura 3.9 - Esquemática do a) processo TRC, com detalhamento da geometria de solidificação no arco de contato, em corte b) lateral e c) em vista superior.....	26
Figura 4.1 - Esquemática do vazamento de metal líquido após ajuste de composição química.....	31
Figura 4.2 - Curva de resfriamento obtida para a liga 5052 - 2,4%Mg. ....	32
Figura 4.3 - Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente e equipamentos envolvidos. ....	34
Figura 4.4 - a) Solidificação direcional vertical ascendente, b) distância dos termopares em relação à base refrigerada, c) lingoteira em processo de montagem e vedação. ....	35
Figura 4.5 - Curvas tempo (t) x Temperatura (T) para diferentes termopares em diferentes posições (P) distantes da base do lingote. ....	36
Figura 4.6 - Gráfico experimental "posição x tempo" da isoterma liquidus em função do tempo durante o processo de solidificação.....	37
Figura 4.7 - Representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição.....	38
Figura 4.8 -Região considerada para cálculo da taxa de resfriamento com base nas curvas de resfriamento obtidas durante a solidificação direcional. ....	39
Figura 4.9 - Esquemática da preparação das amostras para caracterização das ligas 5052. ....	40
Figura 4.10 - Amostra após análise de composição química em diversas posições a partir da base refrigerada do lingote.....	40
Figura 4.11- Equipamentos utilizados para preparação de amostras e análise microestrutural das ligas 5052: a)Embutidora, b) Polítriz, c) Agitador para polimento, d) Microscópio óptico, e) Agitadora magnético e fonte de alimentação CA. ....	42
Figura 4.12 - Esquemática dos métodos para determinação de $\lambda_1$ e $\lambda_2$ com base nos cortes transversal e longitudinal, respectivamente [16].....	43
Figura 5.1 - Distribuição dos elementos de liga ao longo dos lingotes solidificados direcionalmente com composições químicas nominais: a) 5052-2,4%Mg, b) 5052-2,6%Mg, c) 5052-3,2%Mg*.....	4645

Figura 5.2 - Perfis térmicos obtidos durante solidificação unidirecional transitória da liga a) 5052-2,4%Mg, b) 5052-2,6%Mg e c) 5052-3,2%Mg*, com superaquecimento de 5%. .....	498
Figura 5.3 - Evoluções experimentais das isothermas liquidus e solidus ao longo do comprimento dos lingotes obtidos por solidificação direcional das ligas a) 5052 – 2,4%Mg b) 5052 – 2,6%Mg e c) 5052 – 3,2%Mg*. .....	510
Figura 5.4 - Evoluções experimentais das velocidades de deslocamento das isothermas liquidus e solidus obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas comerciais a) 5052 – 2,4%Mg b) 5052 – 2,6%Mg e c) 5052 – 3,2%Mg* .....	532
Figura 5.5 - Evoluções experimentais das taxas de resfriamento obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas 5052 – 2,4%Mg , 5052 – 2,6%Mg e 5052 – 3,2%Mg* .....	54
Figura 5.6 - Grãos colunares e equiaxiais ao longo das macroestruturas longitudinais para as ligas a) 5052 – 2,4%Mg, b) 5052 – 2,6%Mg, e c) 5052 – 3,2%Mg* solidificadas direcionalmente. ....	55
Figura 5.7 - Microestruturas da liga 5052 - 2,4%Mg em cortes longitudinais e transversais, considerando as posições (a), (c), (e) 5mm e (b), (d), (f) 90mm com relação a interface metal/molde. ....	57
Figura 5.8 - Microestruturas da liga 5052 - 2,6%Mg em cortes longitudinais e transversais, considerando as posições (a), (c) e (e) 5mm e (b), (d), (f) 90mm com relação a interface metal/molde. ....	58
Figura 5.9 - Microestruturas da liga 5052 - 3,2%Mg* em cortes longitudinais e transversais, considerando as posições (a), (c), (e) 5mm, (b) e (d) 40mm e (f) 50mm com relação a interface metal/molde. ....	59
Figura 5.10 - Caracterização microestrutural em MEV da liga 5052-2,4%Mg solidificada direcionalmente, nas posições a) e b) P=5mm e c), d) e e) P=110mm a partir da base refrigerada do lingote. ....	61
Figura 5.11 - Caracterização microestrutural da liga 5052-2,4%Mg solidificada direcionalmente, por meio de MEV e EDS, nas posições a) 3mm e b) 110mm, com mapeamento dos elementos químicos Al, Fe, Si e Mg. ....	62

Figura 5.12 – Evolução dos valores de espaçamentos dendríticos primários e secundários ao longo das posições dos lingotes das ligas a) / b) 5052-2,4%Mg, c) 5052-2,6%Mg e d) / e) 5052-3,2%Mg* . . . . .	64
Figura 5.13 - Espaçamento dendrítico primário em função da taxa de resfriamento ( $\lambda_1 \times TL$ ) estabelecendo relações de crescimento para as ligas 5052-2,4%Mg e 5052-3,2%Mg* solidificadas direcionalmente. . . . .	66
Figura 5.14 - Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus ( $\lambda_2 \times V_L$ ) estabelecendo relações de crescimento para as ligas 5052-2,4%Mg, 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg* solidificadas direcionalmente. . . . .	67
Figura 5.15 - Evolução da dureza Brinell ao longo do comprimento dos lingotes da liga 5052-2,4%Mg, 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg* solidificadas direcionalmente. . . . .	68
Figura 5.16 - Evolução da dureza versus $\lambda_2$ ao longo do comprimento dos lingotes das ligas 5052-2,4%Mg, 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg* solidificadas direcionalmente. . . . .	69
Figura 5.17 – Resultados das simulações em Thermocalc mostrando a) diagrama pseudo-binário das composições de interesse, com respectivos gráficos de microsegregação segundo modelo de Scheil das composições com b) 2,4%Mg, c) 2,6%Mg e d) 3,2%Mg. . . . .	72

**SÍMBOLOS E ABREVIATURAS**

CC	Continuous Casting
DC	Direct Chill
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
$G_L$	Gradiente de temperatura
TRC	Twin Roll Cast
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
P	Posição com relação a base do lingote
t	Tempo
$t_{SL}$	Tempo local de solidificação
T	Temperatura
$T_L$	Temperatura <i>liquidus</i>
$T_S$	Temperatura <i>solidus</i>
$T_T$	Temperatura de transformação sólido/líquido
$T_V$	Temperatura de vazamento
$\Delta T$	Intervalo de solidificação
$\Delta T_V$	Temperatura de superaquecimento
$\dot{T}$	Taxa de resfriamento
$\dot{T}_L$	Taxa de resfriamento com relação a isoterma <i>liquidus</i>
V	Velocidade da isoterma de transformação (eutética, <i>liquidus</i> ou <i>solidus</i> )
$V_L$	Velocidade de avanço da isoterma <i>liquidus</i>
$V_S$	Velocidade de avanço da isoterma <i>solidus</i>
$\lambda_1$	Espaçamento dendrítico primário
$\lambda_2$	Espaçamento dendrítico secundário
$\lambda_3$	Espaçamento dendrítico secundário



## 1 INTRODUÇÃO

Todo processo de fabricação das ligas de alumínio inicia-se com o processo de fundição. Para produção de laminados as técnicas de vazamento mais utilizadas são: via Direct Chill (DC), e via Continuous Casting (CC). A técnica DC consiste em vazamento de alumínio líquido através de moldes refrigerados, de geometria retangular, originando placas com espessura de até 600 mm. Esta matéria prima passará por etapas de fresamento, tratamento térmico, laminação a quente para desbaste até espessuras de 12 mm, e finalmente laminação a frio para redução até a espessura do produto final. Uma rota alternativa a esta sequência produtiva consiste no vazamento via CC, como por exemplo, Twin Roll Cast (TRC), na qual o metal líquido passa por cilindros refrigerados produzindo uma chapa bobinada com espessura ideal para laminação a frio (2,5 – 8,0 mm). A Figura 1.1 mostra o esquema do processo TRC.

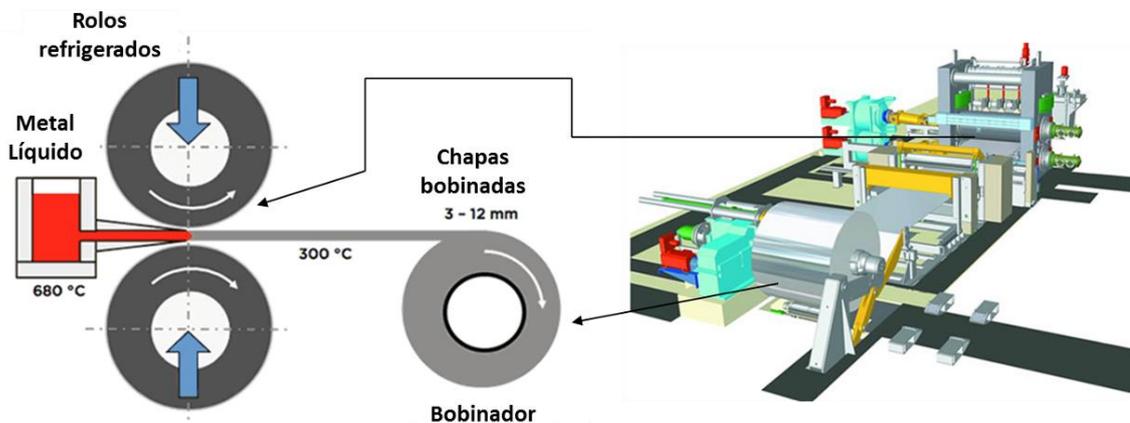


Figura 1.1 - Esquema de vazamento de metal líquido no processo Twin Roll Cast (Jumbo 3C® – 3CM® - Novelis) [1]

A maior vantagem do processo CC sobre o DC consiste na menor quantidade de etapas e ativos pelo qual o material passa até chegar a espessura final, tendo como consequência, menor custo de fabricação. Inúmeras ligas comerciais já são fabricadas através do processo de TRC, no entanto, tecnicamente, há maior dificuldade em termos de controle de vazamento uma vez que a solidificação ocorre em geometria bastante restrita. Poucas fábricas no mundo são capazes de realizar vazamentos de ligas da série 5xxx via Twin Roll Casting, uma vez que ligas com maiores intervalos de solidificação ou com

maior fluidez no estado fundido tendem a ser mais desafiadoras, mostrando maiores dificuldades ou demandando maior tecnologia para evitar problemas como colagem da chapa no cilindro, sangramentos (*breakouts*), faixas quentes, defeitos superficiais como *ripples*, microestrutura heterogênea, inclusões, segregações, bolhas, entre outros [2-3].

As duas vias de fundição acima mencionadas são as principais rotas de fabricação de laminados das ligas trabalháveis da série 5xxx. Estas ligas caracterizam-se por ter como elemento de liga principal o magnésio (Mg) e são ideais para aplicações em diversos segmentos como marinhos, de transportes, aeronáutico, embalagens, construção civil e bens de consumo [4].

Os teores de Mg para as principais ligas da série 5xxx varia entre 0,5% a 5% em peso. Segue abaixo a tabela (Tabela 1.1) de composição química das ligas mais comuns.

Tabela 1.1 - Composição Química (% em peso) das principais ligas da série 5xxx [5]

Liga	Si (%)	Fe (%)	Cu(%)	Mn(%)	Mg(%)	Cr(%)	Zn(%)	Ti(%)
<b>5005</b>	0,3	0,7	0,2	0,2	0,5-1,1	0,1	0,25	-
<b>5049</b>	0,4	0,5	0,1	0,5-1,1	1,6-2,5	0,3	0,2	0,1
<b>5052</b>	0,25	0,4	0,1	0,1	2,2-2,8	0,15-0,35	0,1	-
<b>5083</b>	0,4	0,4	0,1	0,4-1,0	4,0-4,9	0,05-0,25	0,25	0,15
<b>5086</b>	0,4	0,6	0,1	0,2-0,7	3,5-4,5	0,05-0,25	0,25	0,15
<b>5182</b>	0,2	0,35	0,15	0,2-0,5	4,0-5,0	0,1	0,25	0,1
<b>5251</b>	0,4	0,5	0,15	0,1-0,5	1,7-2,4	0,15	0,15	0,15
<b>5454</b>	0,25	0,4	0,1	0,5-1,0	2,4-3	0,05-0,2	0,25	0,2
<b>5754</b>	0,4	0,4	0,1	0,5	2,6-3,6	0,3	0,2	0,15

Sabe-se que a variação do teor de Mg em ligas de alumínio afeta algumas características da liga, como por exemplo o intervalo de solidificação exemplificado no diagrama de fases parcial Al-Mg apresentado na Figura 1.2, e propriedades mecânicas através de endurecimento por solução sólida, conforme mostra a Figura 1.3.

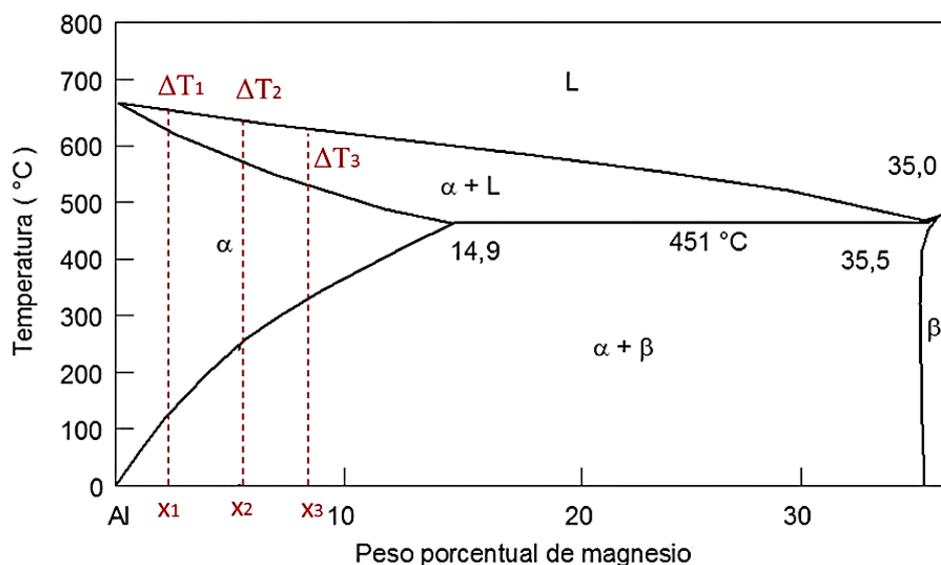


Figura 1.2 - Diagrama de fases Al-Mg evidenciando a influência do teor de Mg no intervalo de solidificação para 3 composições distintas.

Note na figura anterior que o teor de Mg  $x_3 > x_2 > x_1$  distancia cada vez mais a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) da temperatura *solidus* ( $T_S$ ) de tal maneira que o intervalo de solidificação  $\Delta T_3 > \Delta T_2 > \Delta T_1$ .

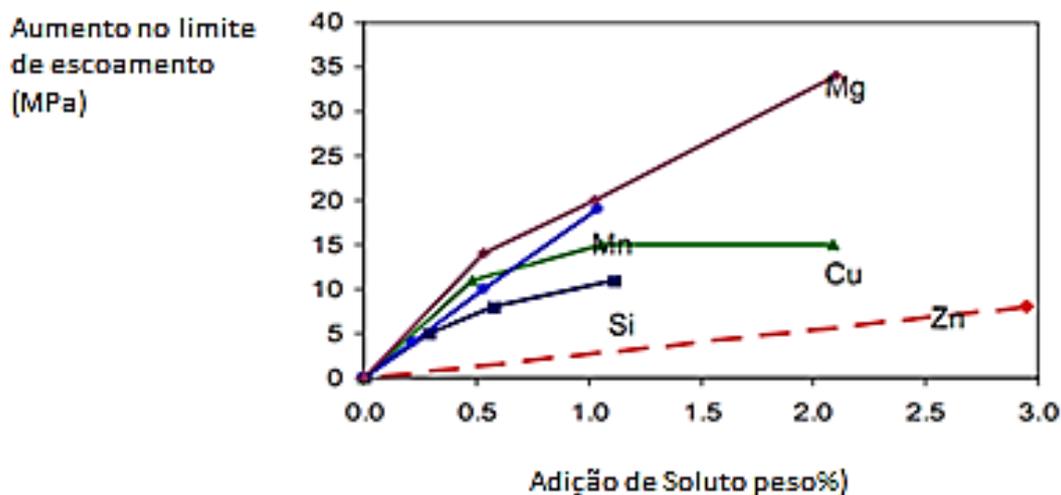


Figura 1.3 - Influência dos elementos de liga na tensão de escoamento das ligas de alumínio [6]

A Figura 1.3 acima ilustra o aumento no limite de escoamento em função da adição de diferentes elementos de liga em ligas de alumínio. O Mg figura como o principal elemento entre os apresentados para melhoria em propriedades

mecânicas. Há grande motivação para estudo destas ligas e principalmente no entendimento de como a variação em composição química (teor de Mg) afeta o comportamento do material em seu estado fundido (para entendimento de controles de processo), bem como o resultado em microestrutura e propriedades finais após o vazamento. Existe escassez de trabalhos na literatura envolvendo análise microestrutural de ligas à base de Al-Mg na condição como fundida, e que estabeleçam correlações entre parâmetros microestruturais (como espaçamentos dendríticos primário e secundário) com parâmetros térmicos de solidificação, quais sejam taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e velocidade de solidificação ( $V$ ).

A presente proposta de Mestrado envolve análise dos aspectos de solidificação de ligas da série 5xxx, largamente utilizada em diversos seguimentos de mercado. Uma liga base AA5052 será utilizada para obtenção de três ligas com teores de Mg distintos. Tais ligas serão submetidas aos experimentos de solidificação unidirecional, e permitirão o estudo da influência da variação da composição química nas leis de crescimento dendríticos primários e secundários segundo um parâmetro térmico estabelecido (velocidade de avanço da frente de solidificação e taxa de resfriamento), e na resistência mecânica expressa pela dureza.

Será possível, portanto, não somente preencher uma lacuna ainda não determinada da literatura, como também promover melhor entendimento no que diz respeito ao comportamento da liga extrapolando para condições industriais de processamento.

## 2 OBJETIVOS

Explicitada a importância e desafio a respeito do vazamento de ligas de alumínio da série 5xxx em processos de fundição contínua, e a escassez de trabalhos na literatura envolvendo análise de correlação entre microestrutura e parâmetros térmicos de ligas à base de Al-Mg, o presente trabalho tem como objetivo principal compreender os efeitos da variação de Mg na evolução de parâmetros térmicos (taxa de resfriamento e velocidade de solidificação), microestruturais (espaçamento dendrítico primário -  $\lambda_1$  e secundário -  $\lambda_2$ ), e variação de dureza Brinell, através de ensaio de solidificação unidirecional da liga 5052 com teores 2,4, 2,6 e 3,2%Mg, identificados por 5052-2,4%Mg, 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg\*. Tem-se também como objetivos secundários, a comparação qualitativa entre as microestruturas encontradas (formação de intermetálicos) e verificação da funcionalidade de leis experimentais de crescimento do tipo  $\lambda_1=a(\dot{T})^{-0,55}$  e  $\lambda_2=b(V)^{-2/3}$  (tipicamente empregadas para ligas binárias de Al) para as ligas comerciais estudadas.

\*Composição química extrapolada propositalmente para verificar o efeito do Mg no processo de solidificação.



### **3 REVISÃO BIBLIGRÁFICA**

#### **3.1 Fundamentos Da Solidificação**

##### **3.1.1 Aspectos Gerais Do Processo De Solidificação**

Com exceção ao processo de metalurgia do pó, todo processo de manufatura de materiais metálicos passa em algum momento por processo de solidificação. No processo de fundição, o metal líquido flui pela cavidade do molde que dá a forma semiacabada do produto final. Em processos de lingotamento contínuo, o metal líquido passa por moldes de geometrias simples, como retangulares e circulares, que dão origem a placas e tarugos que serão posteriormente submetidos aos diversos processos de transformação plástica de laminação, extrusão e forjamento por exemplo. A solidificação ainda pode ocorrer em etapas posteriores de acabamento, como união de partes individuais em processos de soldagem, recobrimentos, e tratamentos superficiais.

O estudo dos processos de solidificação e os parâmetros que influenciam em sua dinâmica são extremamente importantes uma vez que a estrutura formada após a solidificação determina as propriedades do produto final.

Depois de ajustada a composição química dentro dos fornos a liga está pronta para o vazamento. A temperatura de vazamento do metal líquido e as condições do molde são as primeiras variáveis de processo que influenciam diretamente no preenchimento do molde. O molde, por sua vez, além de determinar a forma do produto, atua como extrator de calor que garante a passagem de estado líquido para sólido. Moldes refrigerados impõem taxas de resfriamento maiores, enquanto moldes retificados, pintados ou recobertos por desmoldantes reduzem estes valores. A termodinâmica do processo impõe uma rejeição de soluto ou solvente (transferência de massa) e determinará a morfologia de crescimento e conseqüentemente o arranjo microestrutural, conforme detalhado na Figura 3.1.

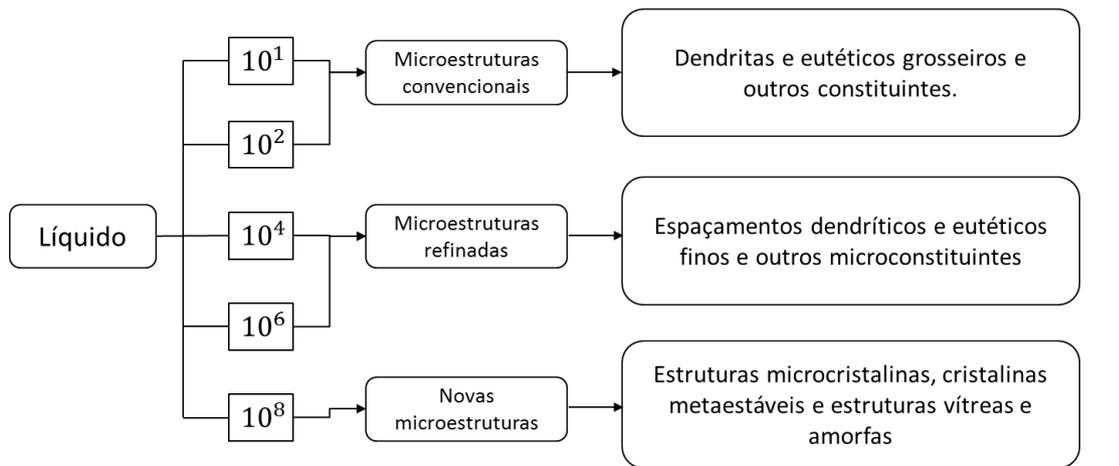


Figura 3.1 - Influência da taxa de resfriamento ( $^{\circ}\text{C/s}$ ) sobre a microestrutura de solidificação [7].

O tamanho de grão, espaçamentos dendríticos primários e secundários, forma e distribuição das inclusões e porosidades são aspectos microestruturais resultantes da solidificação que influenciarão diretamente nas propriedades finais do produto. Muito embora alguns defeitos macroscópicos do fundido desapareçam ao longo do processo de deformação ao qual são submetidos durante a transformação plástica, a maioria deles é levada até as etapas finais do produto acabado impactando negativamente em seu desempenho durante sua aplicação.

Os valores convencionais de taxa de resfriamento associados com os principais processos de fundição contínua são apresentados pela Figura 3.2 [3].

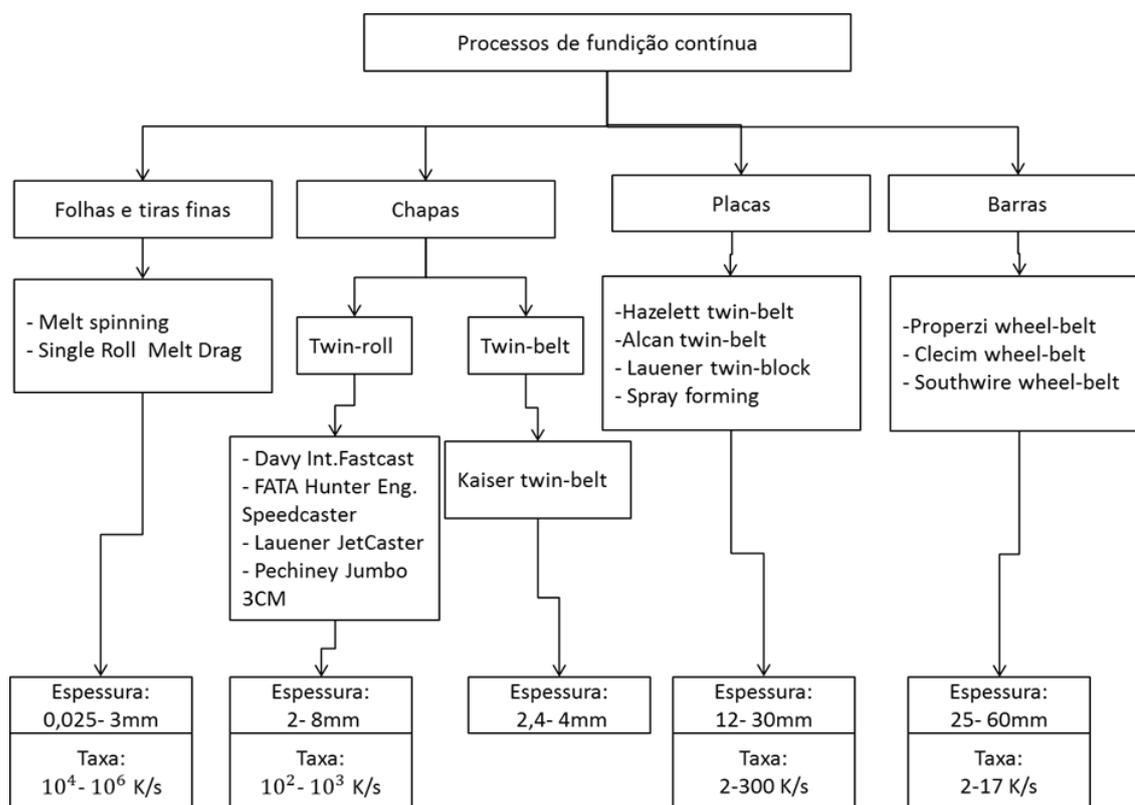


Figura 3.2 - Tipos de processos de fundição contínua, características e taxas de resfriamento decorrentes [3].

Os principais dispositivos utilizados para estudo e compreensão de solidificação unidirecional em fluxo estacionário de calor (independente do tempo) são os fornos Bridgman, na qual o metal líquido dentro de um cadinho é movimentado dentro de um forno com regiões em temperaturas diferentes, isto é, movimentado sob um gradiente de temperatura, sendo assim possível controlar o crescimento dos grãos e do arranjo dendrítico [8-9].

Para reprodução de situações reais, dispositivos de extração de calor em regime transitório são mais utilizados, sendo capazes de oferecer taxas de resfriamento entre 0,1 e 150°C/s dependendo da liga e condições do molde (material e acabamento superficial) [10-11].

### 3.1.2 Transferência De Calor Na Solidificação

A transformação de fase líquida para sólida ocorre graças a um processo de transferência de calor e para processos metalúrgicos ocorre a partir do vazamento do metal líquido e a sua interação com o molde. Para que o metal

fundido tenha tempo para se acomodar a sua geometria, a temperatura de vazamento ( $T_v$ ) é geralmente superior à temperatura de transformação líquido/sólido ( $T_T$ ), e a diferença entre estas temperaturas é conhecida como superaquecimento ( $\Delta T_v = T_v - T_T$ ).

Durante a solidificação, dois principais aspectos devem ser analisados:

- Distribuição de temperaturas no sistema material substrato;
- Cinética de solidificação.

A figura abaixo mostra todos os tipos de transferência de calor possíveis ao longo da solidificação, quais sejam: condução, convecção e radiação.

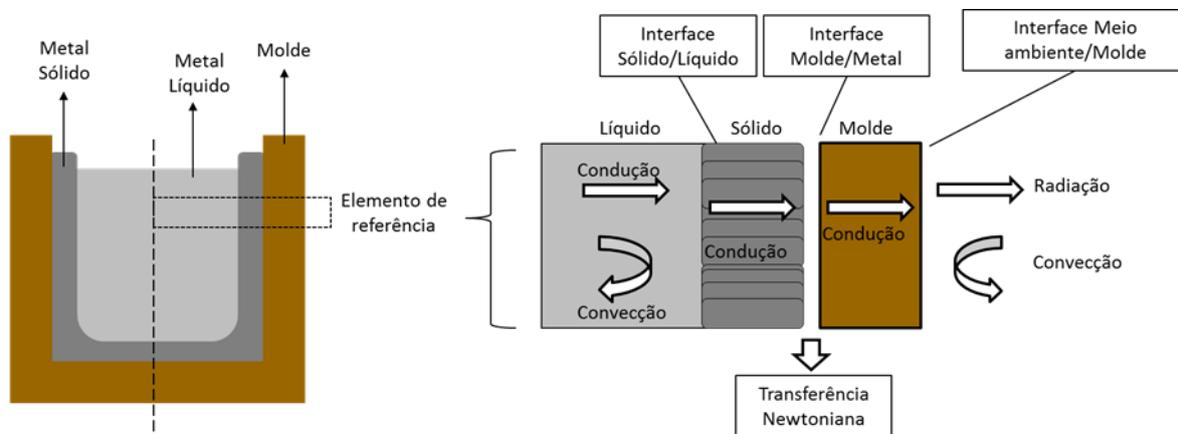


Figura 3.3 - Modos de transferência de calor atuantes em um elemento de referência representativo do sistema metal/molde.

**Condução:** Considerando uma placa de espessura  $S$  [m], com temperaturas distintas em suas extremidades de  $T_1$  e  $T_0$  [K], o fluxo de calor  $q_k$  [W/m<sup>2</sup>] por condução térmica em regime permanente na placa é dada pela expressão:

$$q_k = -\frac{K}{S} (T_1 - T_0) = -K \left(\frac{dT}{dx}\right) \quad \text{Equação 3.1}$$

Onde  $K$  [W/mK] é a condutividade térmica do material, e  $\frac{dT}{dx}$  é o gradiente de temperatura.

Em regime transitório a distribuição de temperatura na placa não é linear, ou seja, o calor disponível em uma posição  $x$  inicial (da espessura da placa) não é totalmente conduzido para dentro de um volume de certa espessura  $x+\Delta x$  logo a frente.

Convecção: Esta transferência de calor pode ser quantificada dependendo de parâmetros como velocidade do fluido refrigerante, das propriedades termo-físicas deste fluido e da área de superfície de contato. A quantificação do fluxo convectivo está explicitada na equação abaixo:

$$q_c = h_c(T_{sup} - T_0) \quad \text{Equação 3.2}$$

Onde  $T_{sup}$  é a temperatura da superfície do sólido,  $T_0$  é a temperatura uniforme do fluido a certa distância da superfície, e  $h_c$  é o coeficiente de transferência de calor por convecção.

Radiação: Diferentemente dos dois tipos de transferência de calor já citadas, a transferência de calor por radiação não necessita de meio físico para ocorrer, uma vez que ocorre em mecanismo de radiação eletromagnética quantificada pela lei de Stefan-Boltzmann. O fluxo de calor por radiação é equacionado segundo a expressão:

$$q_R = \sigma \varepsilon (T_{sup}^4 - T_0^4) \quad \text{Equação 3.3}$$

Onde  $\sigma$  é a constante de Stefan-Boltzmann ( $5,67 \times 10^{-8} \text{W/m}^2\text{K}^4$ ),  $\varepsilon$  é a emissividade da superfície,  $T_{sup}$  é a temperatura da superfície e  $T_0$  temperatura do meio.

Transferência Newtoniana: A transferência newtoniana faz referência à resistência térmica de contato entre metal e molde. Esta resistência está relacionada a fatores como:

- Molhamento do metal no molde ser incompleta uma vez que a afinidade físico-química entre os dois materiais é imperfeita.
- Rugosidade do molde (usinagem, retífica) gera uma microgeometria que reduz pontos de contato entre metal e molde;
- Utilização de desmoldantes/lubrificantes;
- Espaçamento entre metal e molde (camada de ar) devido à contração volumétrica imediata após solidificação.

Para simplificar estas premissas, Newton propôs um modelo mais simplificado admitindo que as superfícies molde e metal fossem planas, lisas e

paralelas, porém separadas por uma camada de gás de espessura  $e$ . Sendo assim o fluxo de calor entre metal e molde é dada pela equação:

$$q_N = \frac{K}{e}(T_{is} - T_{im}) = h_i(T_{is} - T_{im}) \quad \text{Equação 3.4}$$

Onde  $T_{is}$  e  $T_{im}$  são temperaturas da superfície do material e molde respectivamente,  $K$  é a condutividade térmica, e  $h_i$  é o coeficiente de transferência de calor material/molde.

O valor de  $h_i$  pode ser obtido experimentalmente através de diversas metodologias [7].

### 3.1.3 Correlação Entre Parâmetros Térmicos E Microestrutura

O estudo da formação microestrutural ao longo de um processo de solidificação possibilita estabelecer correlações experimentais com as propriedades desejadas nos produtos acabados em relação às variáveis térmicas do processo, como taxas de resfriamento ( $\dot{T}_L$ ), velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $v_L$ ) ou frente eutética ( $v$ ) e gradientes de temperatura ( $G_L$ ).

Como anteriormente citado, dois principais sistemas de solidificação são utilizados para estudo da solidificação. Os fornos Bridgman/Stockbarger tratam a dinâmica em regime estacionário, uma vez que o gradiente de temperatura do líquido  $G_L$  e a velocidade da isoterma de transformação ( $V$  ou  $V_L$ ) são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do experimento. 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 em regime transitório permite tanto o gradiente de temperatura quanto a velocidade de crescimento variar livremente com o tempo e com a posição dentro do metal. Este cenário apresenta condições mais próximas a realidade dos processos industriais envolvendo fusão.

Alguns modelos teóricos para crescimento dendrítico foram reportados nas últimas décadas, sendo os mais conhecidos e de maior aplicabilidade os

Modelos de Hunt-Lu [12] e de Bouchard e Kirkaldy [13]. Esses estudos foram capazes de estabelecer relações entre parâmetros estruturais e parâmetros térmicos de solidificação apresentadas na forma generalizada pela equação abaixo:

$$(\text{Parâmetro microestrutural}) = c (\text{parâmetro térmico})^{-b} \quad \text{Equação 3.5}$$

Os parâmetros microestruturais podem ser espaçamentos celulares ( $\lambda_c$ ), dendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ), terciários ( $\lambda_3$ ), e eutéticos ou interfásicos ( $\lambda$ ). Já os parâmetros térmicos são gradiente de temperatura ( $G$ ), velocidade de solidificação ( $V$ ) e taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ). 'c' é uma constante que depende da composição química da liga, e 'b' é um expoente determinado experimentalmente.

Hunt [14] foi o primeiro a desenvolver uma previsão teórica de espaçamentos celulares e dendríticos primários em função da velocidade de crescimento ( $V$ ) 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 [15] 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 [12] 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 [13] 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 co-autores por meio de um estudo envolvendo a solidificação de ligas Al-Cu [17].

Para condições de fluxo de calor transitório, foram determinadas relações experimentais para o crescimento dendrítico primário de uma série de sistemas metálicos (ligas binárias) do tipo:

$$\lambda_1 = K (G_L V)^{-a} \quad \text{Equação 3.6}$$

Na Tabela 3.1 abaixo, segue uma série de fatores de potência da lei de crescimento dendrítico primário para ligas binárias de alumínio, em solidificação em condições de fluxo de calor transitório.

Tabela 3.1 - Fatores exponenciais das leis de crescimento dendrítico primário para ligas metálicas na solidificação em condições de fluxo de calor transitório [7,18].

Liga	a
Al-4,0%Cu	0,45
Al-10,0%Cu	0,57
Al-1,1%Si	0,56
Al-2,8%Si	0,57
Al-0,5%Ni	0,48
Al-3%Mg	0,55
Al-6,5%Mg	0,55
Al-6,5%Mg-1%Si	0,55

Os espaçamentos dendríticos secundários dependem não somente da taxa de resfriamento, como também do chamado tempo local de solidificação ( $t_{SL}$ ) que corresponde à diferença entre os tempos de passagem das isothermas *solidus* e *liquidus* por uma determinada posição. No caso da solidificação direcional,  $t_{SL}$  pode ser relacionado na forma:

$$t_{SL} = \frac{\Delta T}{G_L v_L} = \frac{\Delta T}{\dot{T}} \quad \text{Equação 3.7}$$

Onde  $\Delta T$  é o intervalo de solidificação para condições fora do equilíbrio, e o espaçamento é usualmente expresso por relações do tipo:

$$\lambda_2 = K(G_L V_L)^{-a} \text{ ou } \lambda_2 = K(t_{SL})^a \quad \text{Equação 3.8}$$

No caso dos espaçamentos secundários, tanto para solidificação em condições de fluxo de calor estacionário quanto para transitório, a literatura mostra um único valor médio para o fator exponencial  $a$ , qual seja,  $a=0,34$ .

Bouchard e Kirkaldy também desenvolveram uma expressão para o cálculo do espaçamento dendrítico secundário, porém desconsiderando o fenômeno de engrossamento dos braços secundários, apresentando com única variável a velocidade de deslocamento da ponta da dendrita que é dada por:

$$\lambda_2 = 2a_2\pi \left[ \frac{4\sigma_{SL}}{C_0(1-k)^2L_V} \left( \frac{D_L}{v_L} \right)^2 \right]^{1/3} \quad \text{Equação 3.9}$$

Onde:  $\sigma_{SL}$  é a tensão superficial sólido-líquido,  $D_L$  é o coeficiente de difusão de soluto no líquido,  $C_0$  é a composição nominal,  $k$  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  $\lambda_2$  [7].

Para o caso dos espaçamentos lamelares encontrados tipicamente em estruturas eutéticas, aplica-se a clássica lei de crescimento de Jackson-Hunt [19] expressa pela equação abaixo.

$$\lambda = a x (V_L)^{-1/2} \quad \text{Equação 3.10}$$

Onde  $V_L$  é a velocidade de solidificação,  $-1/2$  é o expoente e ‘a’ é uma constante.

Ainda sobre este modelo, considerando que a taxa ( $\dot{T}$ ) pode ser determinada como sendo uma “constante” x  $V_L^2$ , sendo que outra função de potência torna-se aplicável, como mostrado na equação 3.11.

$$\lambda = b x (\dot{T})^{-1/4} \quad \text{Equação 3.11}$$

Onde  $\dot{T}$  é taxa de resfriamento,  $-1/4$  é o expoente e “b” é uma constante.

Este modelo mostra-se aplicável para estudo de varios sistemas metálicos, como por exemplo ligas hipereutéticas Al-Si, Sn-Bi [20-21].

### 3.1.4 Correlação Entre Microestrutura e Propriedades

Tamanho de grão, espaçamentos interdendríticos, forma, tamanho e espalhamento de porosidades, fases e segregações caracterizam uma estrutura

bruta de fusão resultante de uma dinâmica de solidificação e determinam o comportamento mecânico do material representado por tensões ou deformações.

O levantamento de equações que relacionem parâmetros microestruturais com propriedades mecânicas (limite de escoamento, limite de resistência a tração, ductilidade, limite de resistência a fadiga e fluência) é extremamente útil em termos práticos para a engenharia uma vez que auxiliam na busca de uma forma de programação estrutural por meio da fixação prévia das condições de solidificação em função de um determinado nível de resistência mecânica que se pretenda alcançar.

A equação de Hall-Petch, por exemplo, correlaciona o tamanho médio dos grãos com o limite de escoamento do material, segundo a expressão abaixo [22-23]:

$$\sigma_e = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad \text{Equação 3.12}$$

Onde K é constante que representa a medida da extensão do empilhamento de discordâncias,  $\sigma_0$  é a tensão de atrito que se opõe ao movimento das discordâncias e d é o diâmetro do grão.

Reconhece-se atualmente que os espaçamentos dendríticos possuem uma correlação muito mais estreita com as propriedades mecânicas do que o próprio tamanho de grão. No interior de cada grão existe uma rede de ramificações dendríticas caracterizada por ter baixas concentrações de soluto no centro das ramificações e altas concentrações nos interstícios (considerado coeficiente de redistribuição <1), podendo haver até mesmo precipitação de fases e compostos intermetálicos. Além disso, existindo a presença de gases dissolvidos no metal líquido, as regiões interdendríticas são particularmente mais adequadas a fixação de bolhas. Adicionalmente aos obstáculos intergranulares ao escorregamento, existirão obstáculos distribuídos pela rede dendrítica internamente ao grão cristalino. Tanto para aplicações com a estrutura bruta de fusão como para estruturas que serão submetidas a tratamentos térmicos posteriores (solubilização e precipitação) é importante o grau de refino da estrutura dendrítica. Para estruturas brutas de fusão, a distribuição uniforme de outras fases e outros obstáculos de escorregamento favorece as propriedades

mecânicas. Para estruturas que sofrerão tratamento esta condição favorece a redução de tempo de tratamento.

Dessa forma, seria extremamente interessante dispor de expressões que correlacionassem parâmetros de estrutura dendrítica ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ ) com propriedades mecânicas na forma:

$$HB, \sigma \text{ ou } \delta = f(\lambda_1, \lambda_2) \quad \text{Equação 3.13}$$

Onde  $\sigma$  é uma tensão característica do campo plástico do material,  $\delta$  uma característica de sua ductilidade, como alongamento e HB, valor de dureza Brinell.

### 3.2 Ligas Da Série 5xxx

As ligas comerciais da série 5xxx possuem magnésio como elemento de liga principal e caracterizam-se por não serem tratáveis termicamente, ou seja, não endurecem por tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, mas sim por solução sólida e encruamento [6].

A resposta dos materiais a deformação plástica, bem como a distribuição de discordâncias na estrutura cristalina está diretamente ligada à sua Energia de falha de Empilhamento (EFE). Falhas de empilhamento são defeitos superficiais que representam um erro na sequência regular de empilhamento de plano compactos. Metais com estrutura cristalina CFC, como o alumínio, apresentam alta energia de falha de empilhamento, isto é, as discordâncias possuem maior mobilidade (discordâncias dissociadas próximas umas às outras), com maior probabilidade de se interagirem (aniquilação e multiplicação). Assim, a estrutura encruada apresentará uma distribuição heterogênea de discordâncias [24].

A presença de Mg em solução sólida tem papel fundamental na microestrutura no material deformando a frio, uma vez que causam distorções na rede CFC do alumínio, reduzindo a EFE. O Mg tende a migrar e segregar ao redor das discordâncias, de modo a reduzir a deformação global a redor destas. Como consequência, há restrição da mobilidade das discordâncias (bloqueio do escorregamento tipo cross-slip, favorecendo o encruamento [24].

A presença de partículas de segunda fase nas ligas de alumínio também influencia na deformação a frio do material. Dado um mesmo estado de

deformação, um material com partículas de segunda fase possuirá maior densidade de discordâncias que um material puro [24].

A presença de Mg em solução sólida e em particulados de segunda fase influenciam diretamente na densidade e distribuição de discordâncias na deformação a frio, aumentando a energia interna do sistema, que serve de força motriz para os processos de tratamento térmico subsequentes de recuperação e recristalização (recozimento).

As ligas Al-Mg de uso comercial mais antigo são a 5052, 5154 e 5056. Existem poucas ligas Al-Mg essencialmente binárias como a 5005 e a 5050 (com menor resistência mecânica), já que a maioria contém elementos formadores de dispersóides, tais como o cromo, manganês e titânio. A liga Al-Mg com maior resistência mecânica é a 5456, seguida pelas ligas 5083 e, num nível mais baixo, pela 5086. Outras ligas com menor resistência mecânica são a 5454, 5082 e 5182 [6].

Vale a pena mencionar que a literatura já reportou o efeito do conteúdo de Mg e Mn na temperatura das isotermas *liquidus* e *solidus* de ligas comerciais do sistema Al-Mg-Mn com baixa concentração de Si, na qual as ligas trabalháveis da série 5xxx se encaixam [25]. O Mg tem efeito muito mais significativo nas duas características mencionadas do que o Mn, conforme Figura 3.4.

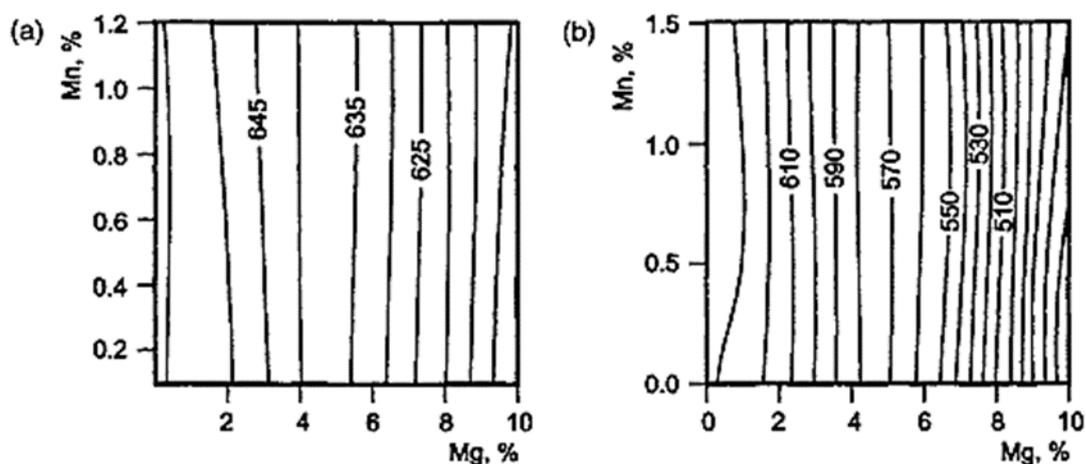


Figura 3.4 – Isotermas *liquidus* a) e *solidus* b) para ligas comerciais Al-Mg-Mn contendo níveis de impureza de Si e Fe.

A composição das fases de ligas comerciais e a sequência de transformação ao longo da solidificação pode ser considerada a princípio como aquela prevista em um diagrama de fases ternário e então seguindo para sistemas mais complexos. No caso das ligas Al-Mg-Mn por exemplo, base para as ligas da série 5xxx, a solidificação inicia-se na  $T_L$  com a formação de grãos de Al. Se a quantidade de Mn for significativa, haverá formação de eutético Al+Al<sub>6</sub>Mn. Outras fases com Mn podem estar presentes no estado sólido provenientes de processo de precipitação, cujas reações podem ocorrer na etapa de resfriamento, após solidificação completa do metal. No entanto, devido ao baixo coeficiente de difusão de Mn na matriz de Al em baixas temperaturas, este elemento na maioria dos casos permanece em solução sólida supersaturada. Se submetido a etapas de tratamento térmico posteriores, pode haver precipitação de dispersóides. A formação final em equilíbrio em temperatura ambiente de uma liga contendo mais de 4% Mg e 0,1% Mn é (Al) + Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub> + Al<sub>10</sub>(MgMn)<sub>3</sub>. Se a concentração de Mg for menor que 2-3% a formação final em equilíbrio seria (Al) + Al<sub>6</sub>Mn + (traços) Al<sub>10</sub>(MgMn)<sub>3</sub> [26].

A presença de Si como impureza neste sistema resulta em formação de Mg<sub>2</sub>Si. Depois da formação dos grãos primários de Al e do eutético Al+Al<sub>6</sub>Mn (para ligas com teor de Mn > 1,0%), durante posterior resfriamento, Al<sub>15</sub>Mn<sub>3</sub>Si<sub>2</sub> é formado. Esta fase então reage com o líquido para produzir Al<sub>10</sub>(MgMn)<sub>3</sub> e Mg<sub>2</sub>Si que permanecem em equilíbrio até a temperatura ambiente [18].

O ferro na maioria das ligas comerciais aparece como impureza. Como resultado, entre 600-570°C há formação de eutéticos Al+Al<sub>6</sub>(FeMn) e a solidificação termina com a formação de eutético Al+Al<sub>6</sub>(FeMn)+Al<sub>3</sub>Fe.

Em equilíbrio, outras fases também são comumente observadas como, por exemplo, Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub> e Al<sub>10</sub>(MgMn)<sub>3</sub> que se precipitam a partir do resfriamento de solução sólida supersaturada.

Os caminhos de solidificação acima descritos correspondem a um estado de equilíbrio termodinâmico e, portanto dificilmente ocorrerá em uma situação real onde as taxas de resfriamento do processo são maiores e o processo de difusão não pode ser completado. Neste caso, ocorrem desvios locais do

equilíbrio resultando em microsegregações e eventualmente variações do equilíbrio local para concentrações nas quais novas fases são formadas [26].

Mesmo em concentrações pequenas tidas como impureza o Fe e Si em combinação com o Al podem formar algumas fases. O diagrama Al-Fe-Si é um dos mais importantes e complexos. As fases ternárias no estado sólido surgem, sobretudo, fora dos domínios de sua cristalização primária, portanto, numerosas reações peritéticas devem ser completadas para o equilíbrio ser atingido. Como resultado, ligas da série 5xxx submetidas a taxas de resfriamento de processamentos convencionais podem ter fases características deste sistema, como  $Al_3Fe$ ,  $Al_6Fe$ ,  $\alpha-AlFeSi$  (ou  $Al_8Fe_2Si$ , ou  $Al_{12}Fe_3Si_2$ ),  $\beta-AlFeSi$  (ou  $Al_5FeSi$ , ou  $Al_9Fe_2Si_2$ ),  $\delta(AlFeSi)$ , coexistindo em sua estrutura.

A liga comercial 5052 utilizada neste trabalho de Mestrado possui composição química nominal tabelada abaixo [5].

Tabela 3.2 - Composição química da liga ASTM 5052 (% em peso)

Liga	Si (%)	Fe (%)	Cu(%)	Mn(%)	Mg(%)	Cr(%)	Zn(%)	Ti(%)
5052	0,25	0,4	0,1	0,1	2,2-2,8	0,15-0,35	0,1	-

Este material caracteriza-se por sua alta resistência mecânica, alta resistência à corrosão, boa soldabilidade o que a faz amplamente utilizada na indústria naval e de transportes. As propriedades da liga 5052 são amplamente exploradas em propriedades mecânicas de laminados (conformabilidade), ou ainda propriedades resultantes de técnicas de união de materiais como soldas convencionais e por fricção (*Friction Stir Welding, FSW*) [27].

Considerando o emprego de técnicas de solidificação unidirecional, a liga 5052 foi estudada com aplicação de diferentes graus de superaquecimento (10%, 15% e 20% da temperatura de fusão) [28], sendo que tal configuração experimental proporcionou taxas de resfriamento de até 4,7°C/s correspondendo ao termopar mais próximo do molde. Foi constatado que a redução do grau de superaquecimento, aumenta a velocidade de avanço da isoterma *liquidus* e taxa de resfriamento, e reduz o gradiente térmico em frente à isoterma *liquidus* (Figura

3.5). Além disso, há indícios de que a influência do superaquecimento nos parâmetros térmicos de solidificação diminui com o aumento do mesmo [28].

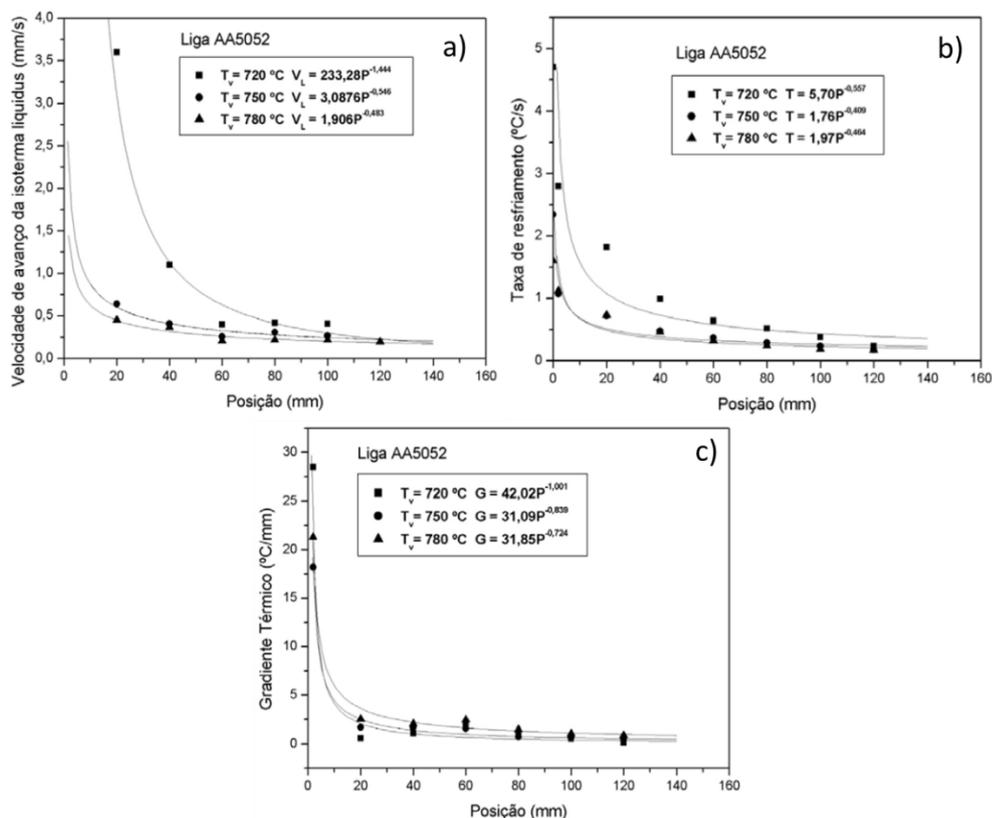


Figura 3.5 - Influência do superaquecimento na a) Velocidade de avanço da isoterma *liquidus*, b) Taxa de resfriamento e c) Gradiente térmico da liga AA 5052 solidificada direcionalmente [28].

Outros trabalhos ainda, apesar de não tratarem diretamente da liga comercial em questão, podem representar bem o comportamento de sistemas cujo principal elemento de liga é o Mg. Brito [18] e coautores investigaram a solidificação unidirecional em regime transitório da liga binária Al-3%Mg e ternária Al-3%Mg-1%Si. Este trabalho apresenta resultados relevantes em termos de caracterização microestrutural, levantamento de relações entre parâmetros térmicos e microestruturais, e inter-relações entre microestrutura e propriedades mecânicas.

Os resultados evidenciaram para a liga binária Al-Mg, microestrutura em sua grande maioria formada por matriz  $\alpha$ -Al com morfologia dendrítica para taxas de resfriamento de 0,36 e 2,5 K/s (Figura 3.6), enquanto que a liga ternária

apresenta morfologia celular para taxas de resfriamento acima de 2,0K/s e morfologia dendrítica para taxas de resfriamento menores que 0,8K/s, conforme mostrado na Figura 3.7 [18].

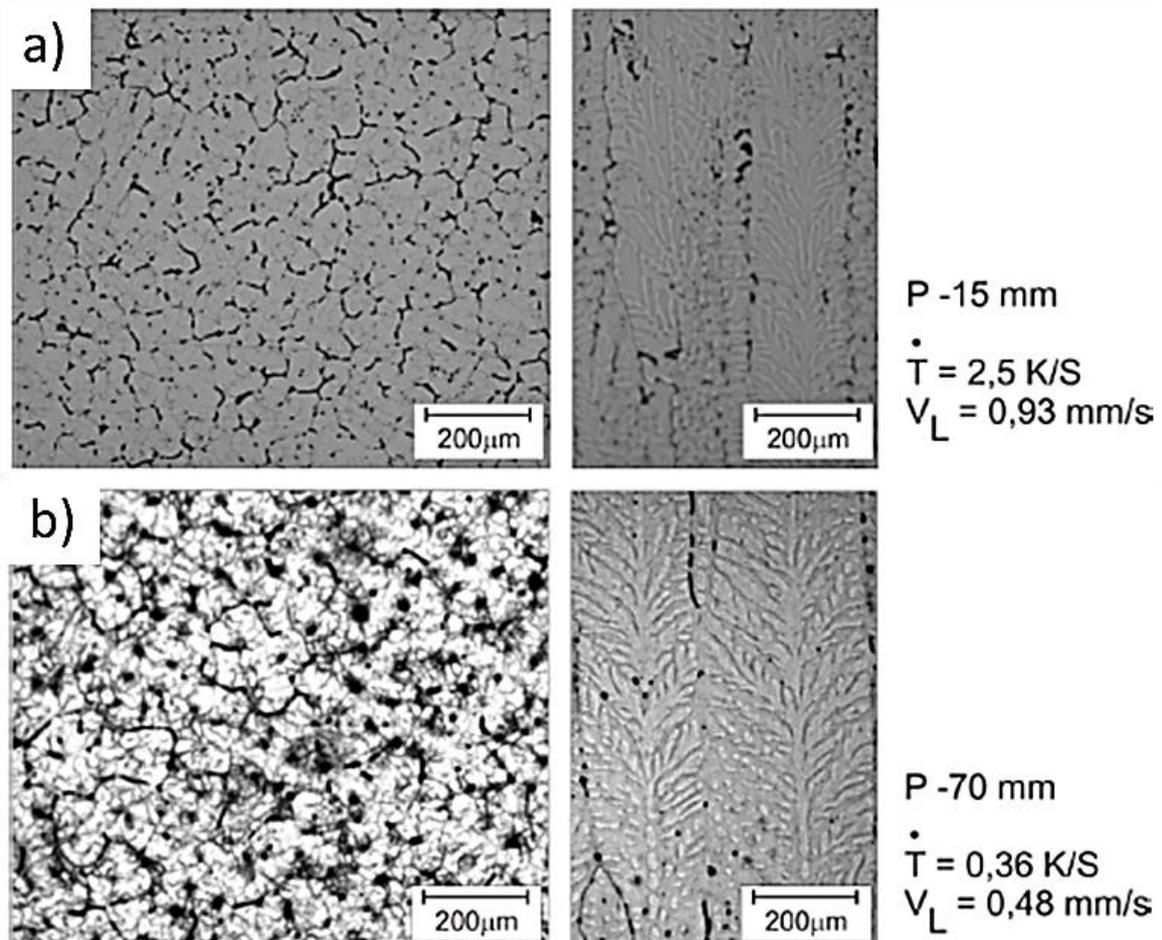


Figura 3.6 - Microestruturas predominantemente dendríticas evidenciando as ramificações primárias (esquerda) e secundárias (direita) da liga binária Al-3%Mg resultantes de solidificação unidirecional ascendente, considerando taxas de resfriamento a) 2,5K/s, e b) 0,36K/s [18].

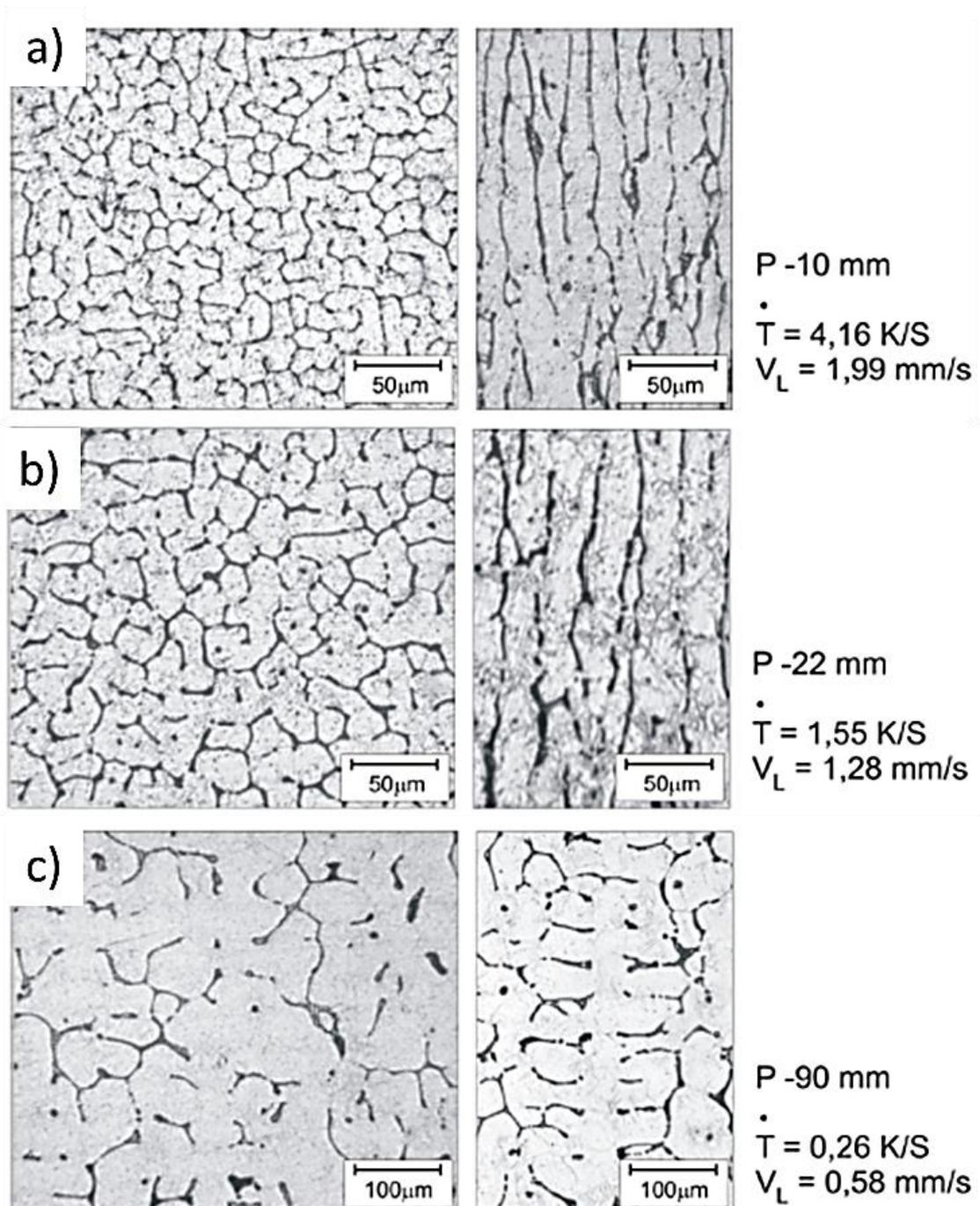


Figura 3.7 - Microestruturas da liga Al-3%Mg-1%Si em solidificação vertical ascendente, a) celular, b) em transição e c) dendrítica evidenciando as ramificações primárias (esquerda) e secundárias (coluna da direita) [18].

A caracterização de fases secundárias mostrou compostos intermetálicos  $\text{Mg}_2\text{Si}$ ,  $\text{AlFeSi-}\beta$ ,  $\text{Al}_9\text{FeMg}_3\text{Si}_5$  e também o composto metaestável  $\text{Mg}_5\text{Si}_6$ , cuja formação é extremamente sensível a presença de Fe residual (Figura 3.8).

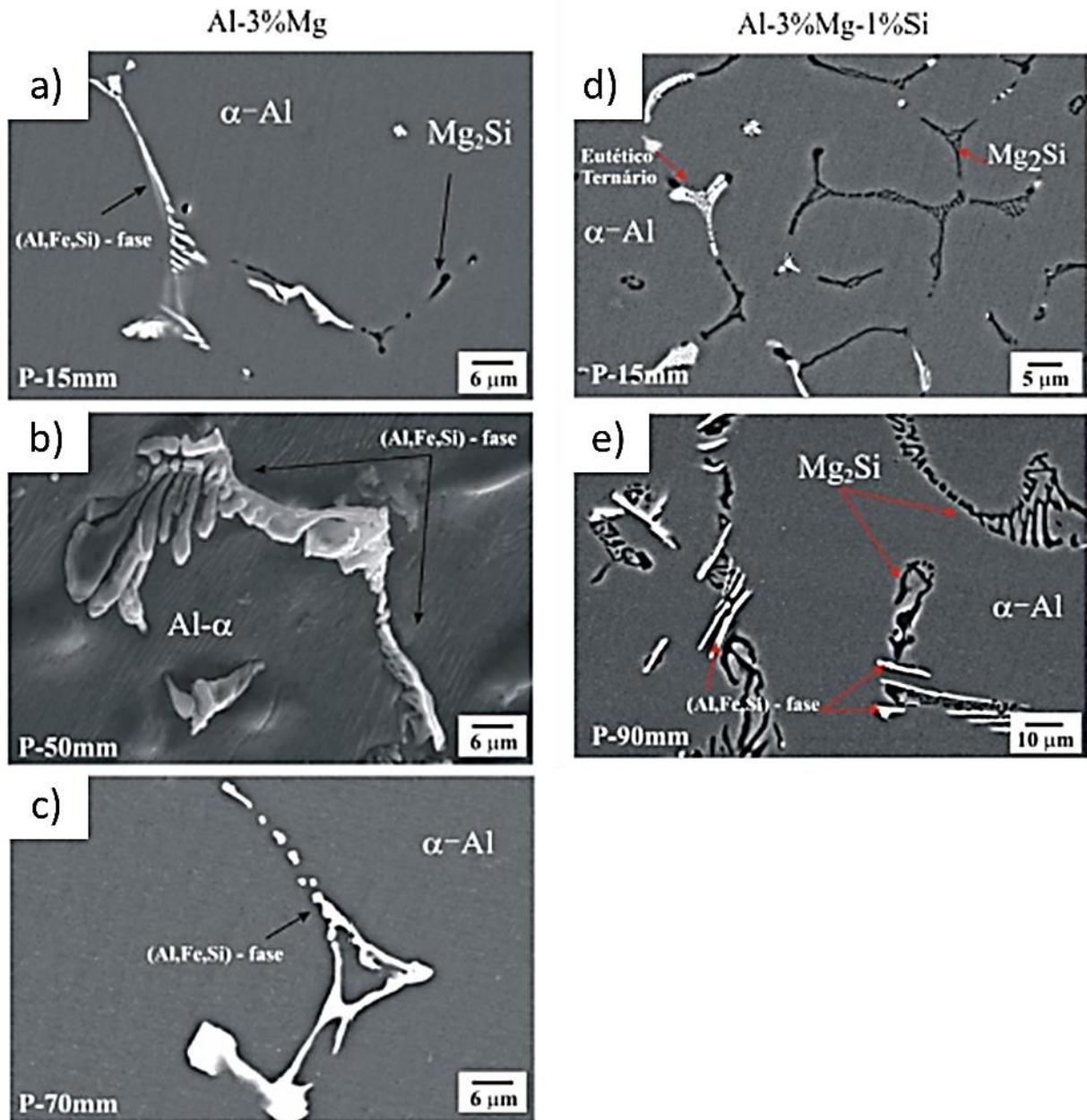


Figura 3.8 - Imagens de MEV – CS BSD (elétrons retroespalhados), evidenciando a morfologia das fases intermetálicas; fase escura ( $Mg_2Si$ ), e branca (fase rica em Fe) e cinza (matriz de Al); da liga Al-3%Mg nas posições a) 15mm, b) 50mm, c) 70mm, e da liga Al-3%Mg-1%Si nas posições d) 15mm e e) 90mm com relação a interface metal/molde [18].

### 3.3 Processo Twin Roll Cast (TRC)

O processo de vazamento TRC horizontal consiste em solidificar o metal líquido entre dois rolos gêmeos refrigerados internamente por um fluxo de água (Figura 3.9 a). O metal fundido é convertido diretamente em chapa bobinada, pronta para laminação a frio. Quando comparado com o processo convencional DC, o processo TRC oferece uma rota alternativa com potencial substantivo de redução de custos. Além de eliminar etapas de laminação a quente e tratamentos térmicos para obtenção de chapas finas ou folhas, o processo TRC tem menor custo para investimento inicial, utiliza menos recursos energéticos, emite menor quantidade de poluentes, ocupa menor espaço físico e oferece possibilidade de fácil diversificação.

Em termos metalúrgicos gerais, o processo TRC resulta em microestrutura mais refinada, intermetálicos mais finos e aumento de solubilidade tendo como consequência aumento das propriedades mecânicas. Além disso, é um processo no qual a solidificação e laminação ocorrem simultaneamente resultando em estrutura bruta de fusão com certo grau de encruamento [2].

A Figura 3.9 b) evidencia o perfil de solidificação do processo TRC. A aplicabilidade deste processo para ligas de alumínio é inerentemente limitada pela pressão exercida dos rolos sobre a zona pastosa. De maneira geral, a extensão da zona pastosa, bem como sua geometria, depende das características da própria liga, material do rolo, diâmetro do rolo, velocidade do rolo, temperatura de vazamento, e da distância entre o centro dos rolos e a ponta do bico injetor, o chamado arco de contato [2].

A solidificação começa com a nucleação na superfície do rolo assim que o metal líquido sai da ponta do bico injetor, iniciando assim o crescimento dendrítico. Evidentemente que a distância disponível para que a solidificação ocorra por completo é pré-determinada pelo arco de contato.

Diversas ligas comerciais de alumínio já são produzidas em larga escala através desta rota de processamento, no entanto muitos desafios são encontrados para outras composições. Ligas com intervalo de solidificação estreito são vazadas sem dificuldades, em diversas espessuras e larguras, e em

grandes volumes. O vazamento de ligas com alto intervalo de solidificação, no entanto, encontra algumas limitações de processo. Outras composições ainda possuem grandes problemas com a formação de linhas centrais de segregação.

Sob uma visão macro, o tratamento do metal líquido antes de entrar em contato com os rolos é extremamente importante para a qualidade do processo. Além da desgaseificação e filtragem, o controle de temperatura e fluxo do metal pelo bico injetor deve ser rígido de maneira a garantir que o metal chegue aos rolos de maneira uniforme e com a temperatura mais próxima da de solidificação. Ajustes de parâmetros de processo ao longo de vazamento podem causar variações de fluidez do metal líquido e fazer com que haja instabilidade na frente de solidificação ao longo da largura da bobina (Figura 3.9 - c). O resultado são defeitos superficiais como vazamentos pontuais, falta de solidificação em alguma faixa ao longo da largura, colagens de chapas no rolo, que terão como consequência a parada do equipamento.

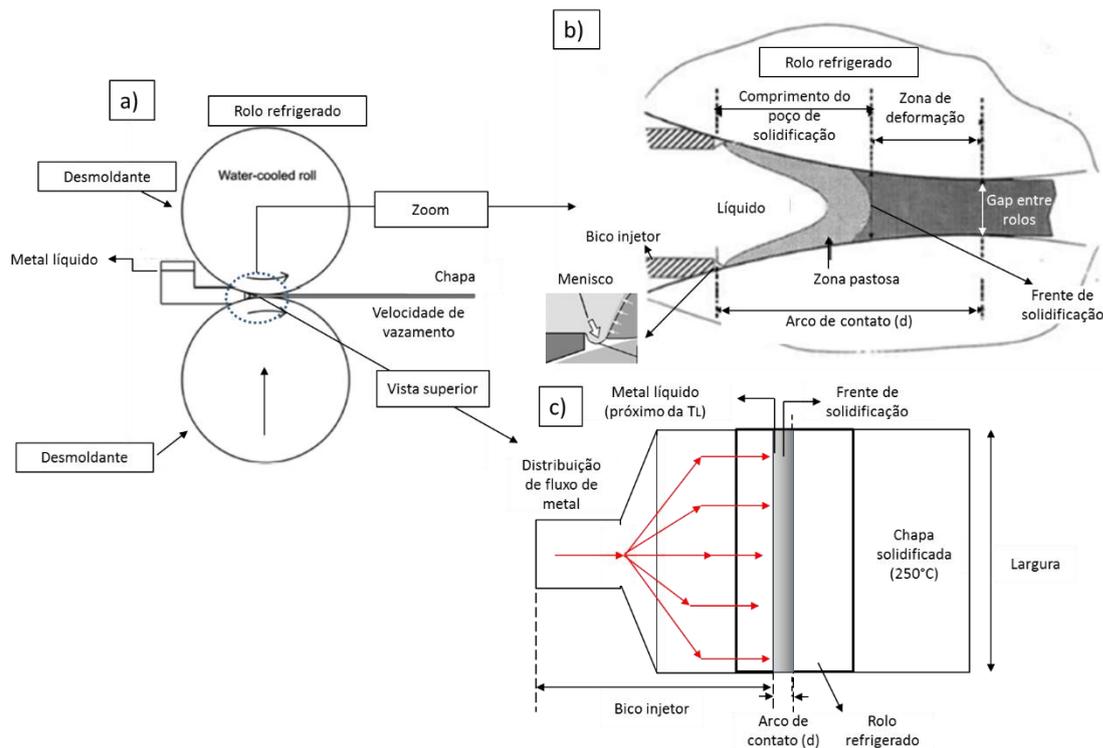


Figura 3.9 - Esquemática do a) processo TRC, com detalhamento da geometria de solidificação no arco de contato, em corte b) lateral e c) em vista superior.

De maneira geral, a formação de defeitos superficiais de processos de vazamento contínuo é determinada pela interação de quatro principais fenômenos dinâmicos e complexos [3]:

- Instabilidade de menisco;
- Taxa e uniformidade da transferência de calor na interface metal/molde;
- Uniformidade do crescimento da camada solidificada ao longo do processo;
- Tensões e deformações na camada solidificada.



#### 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste estudo será adotada uma metodologia com as seguintes etapas de desenvolvimento:

- a) Solidificação unidirecional vertical ascendente de 3 ligas derivadas da liga comercial 5052 com variações em composição química, em regime transiente de extração de calor;
- b) Verificação da composição química ajustada em cada uma das amostras propostas;
- c) Determinação de parâmetros térmicos da solidificação transitória: (VL e  $\dot{T}$ ) (velocidade da isoterma *liquidus* e taxa de resfriamento);
- d) Caracterização macro e microestrutural ao longo do comprimento dos lingotes solidificados unidirecionalmente (espaçamentos interdendríticos primários e secundários). Para tanto, será empregada a técnica de microscopia ótica com luz polarizada.
- e) Determinação de leis experimentais de crescimento através das correlações entre os parâmetros térmicos e microestruturais obtidos;
- f) Avaliação dos efeitos da variação do teor de Mg tanto nos parâmetros térmicos quanto na microestrutura formada.
- g) Realização de cálculos termodinâmicos com software Thermo-Calc no intuito de estudar a formação de intermetálicos em condições fora de equilíbrio
- h) Realização de ensaios de dureza Brinell em diferentes posições do lingote, correspondentes as 3 ligas estudadas, quais sejam, as ligas 5052-2,4%Mg, 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg\*. Levantamento dos perfis experimentais em função da microestrutura.

\* Ressalta-se ainda que apesar da norma limitar o teor de Mg da liga 5052 entre 2,2% e 2,8%, optou-se neste trabalho pela adição extra de Mg até 3,2% em peso, saindo do limite especificado na norma, para melhor compreensão do efeito da variação em composição química nos parâmetros analisados. Por este motivo, todos os graficos que referem-se a esta composição serão identificados com “\*”.

#### 4.1 Equipamentos E Materiais Utilizados

A liga 5052 foi obtida em forma de chapas (fornecida pela Companhia Brasileira de Alumínio – CBA), e foi necessário uso de serra fita para fracioná-la em partes menores, com dimensões compatíveis ao cadinho de fundição. Conhecendo a capacidade volumétrica da lingoteira e do cadinho de carbetto de silício, foi estimada massa de aproximadamente 1,5Kg de chapas para o cada experimento de solidificação. Esta seria uma quantidade de metal líquido suficiente para preencher tanto a lingoteira quanto o cadinho utilizado para determinação prévia da temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) por meio da técnica de curva de resfriamento.

A pesagem das chapas e de fragmentos de Mg puro para ajuste de composição química foi feita em balança eletrônica de precisão. A estequiometria foi calculada com base na composição química da chapa (já fornecida pela CBA) e massa total do sistema. Foi utilizado um forno de indução da marca Indutherm VIP, modelo Power-trak 50-30R para a fusão e obtenção da liga.

Os fragmentos de Mg foram enrolados e compactados em papel alumínio para proteção no banho líquido. Inicialmente foram fundidas as chapas da liga de alumínio completamente para depois adicionar-se o Mg. Uma vez fundida a liga, esta foi submetida a um processo de desgaseificação com gás argônio por alguns minutos, e foi adicionado sal escorificante para limpeza do metal. Todo o procedimento ocorreu com controle de temperatura de modo que a temperatura não ultrapassasse 750°C. Acima esta temperatura, há oxidação considerável do magnésio que resulta em perda da estequiometria projetada.

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 carbetto de silício com um termopar tipo K fixado em seu interior, conforme mostrado na Figura 4.1.

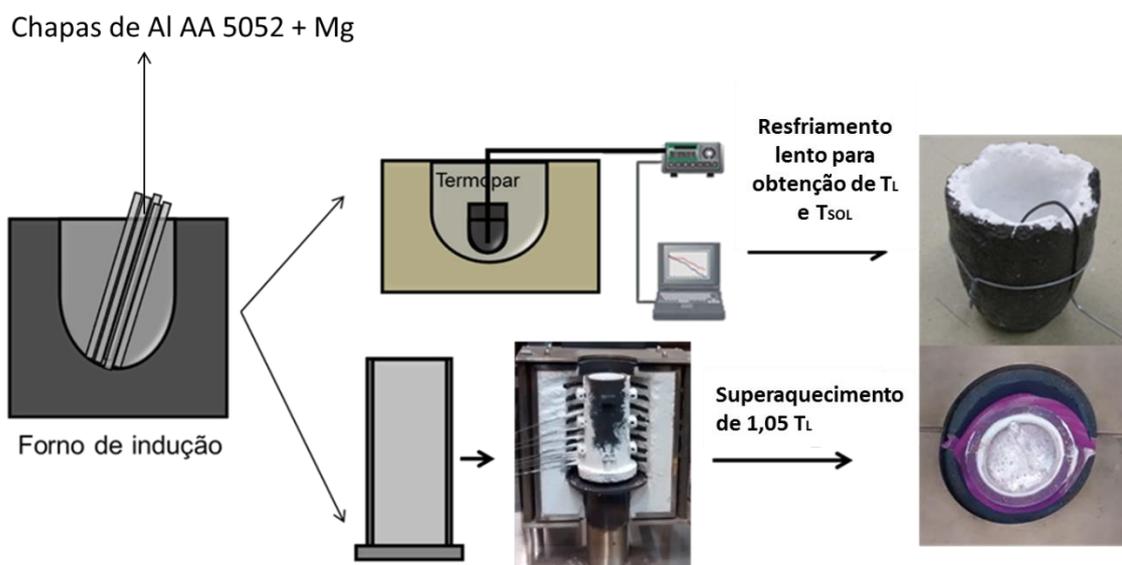


Figura 4.1 - Esquematização do vazamento de metal líquido após ajuste de composição química.

O metal do cadinho é resfriado lentamente (envolto em manta refratária e alocado dentro de um forno para aumentar o isolamento), a uma taxa inferior a  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , e é a partir desta curva de resfriamento que foi possível adquirir o valor de  $T_L$ , ponto principal de partida para realização do experimento e posterior análise dos parâmetros térmicos de solidificação. A Figura 4.2 mostra a curva de resfriamento obtida para uma das amostras estudadas.

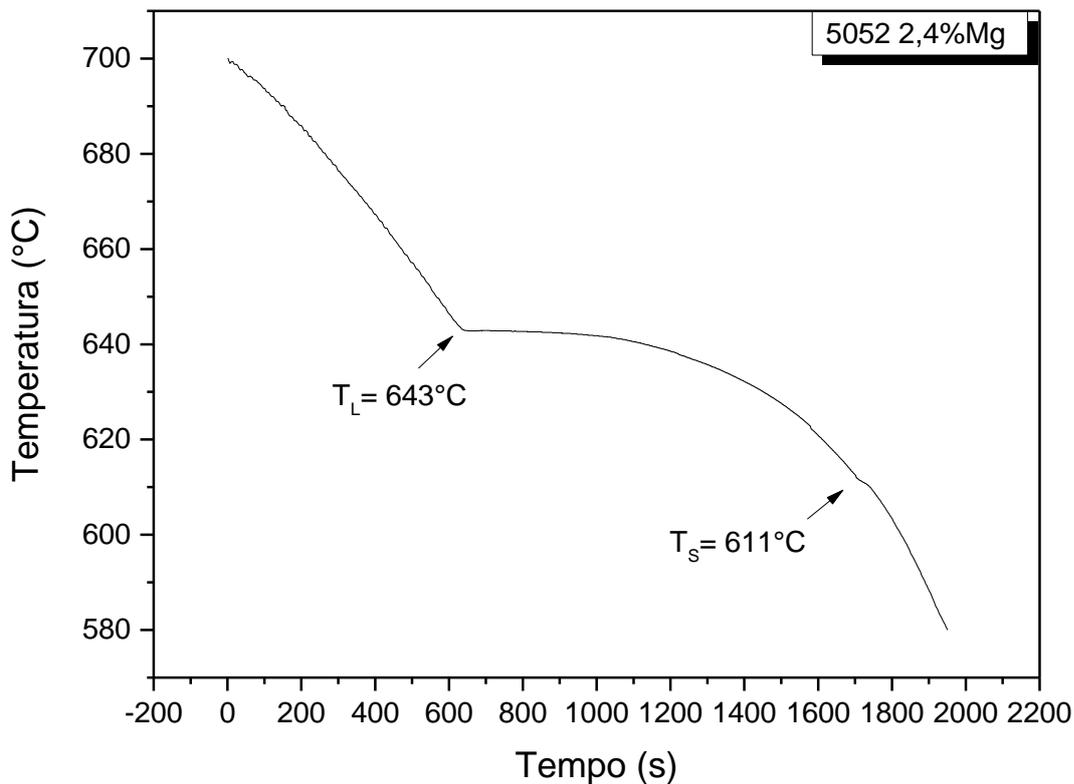


Figura 4.2 - Curva de resfriamento obtida para a liga 5052 - 2,4%Mg.

O metal solidificado na lingoteira é novamente refundido já alocado dentro do dispositivo de solidificação direcional. Uma vez desligada as resistências dos fornos, a temperatura do metal líquido começa a cair lentamente, de tal forma que ao atingir uma temperatura de aproximadamente 5% superior à temperatura *liquidus* ( $T_L$ ), a refrigeração forçada à água seja acionada, resfriando a chapa molde montada na parte inferior da lingoteira. O resfriamento forçado permanece acionado até a completa solidificação do lingote.

As temperaturas de dentro da lingoteira 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. Os termopares utilizados neste experimento são da marca ECIL do tipo K, 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 a um computador.

O sistema de aquisição de dados para registro dos perfis térmicos 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.

#### **4.2 Dispositivo De Solidificação Direcional**

A Figura 4.3 a seguir representa esquematicamente o dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente utilizado no experimento (equipamento projetado pelo Grupo de Microestrutura e Propriedades em Processos de Solidificação – M2PS do DEMa-UFSCar).

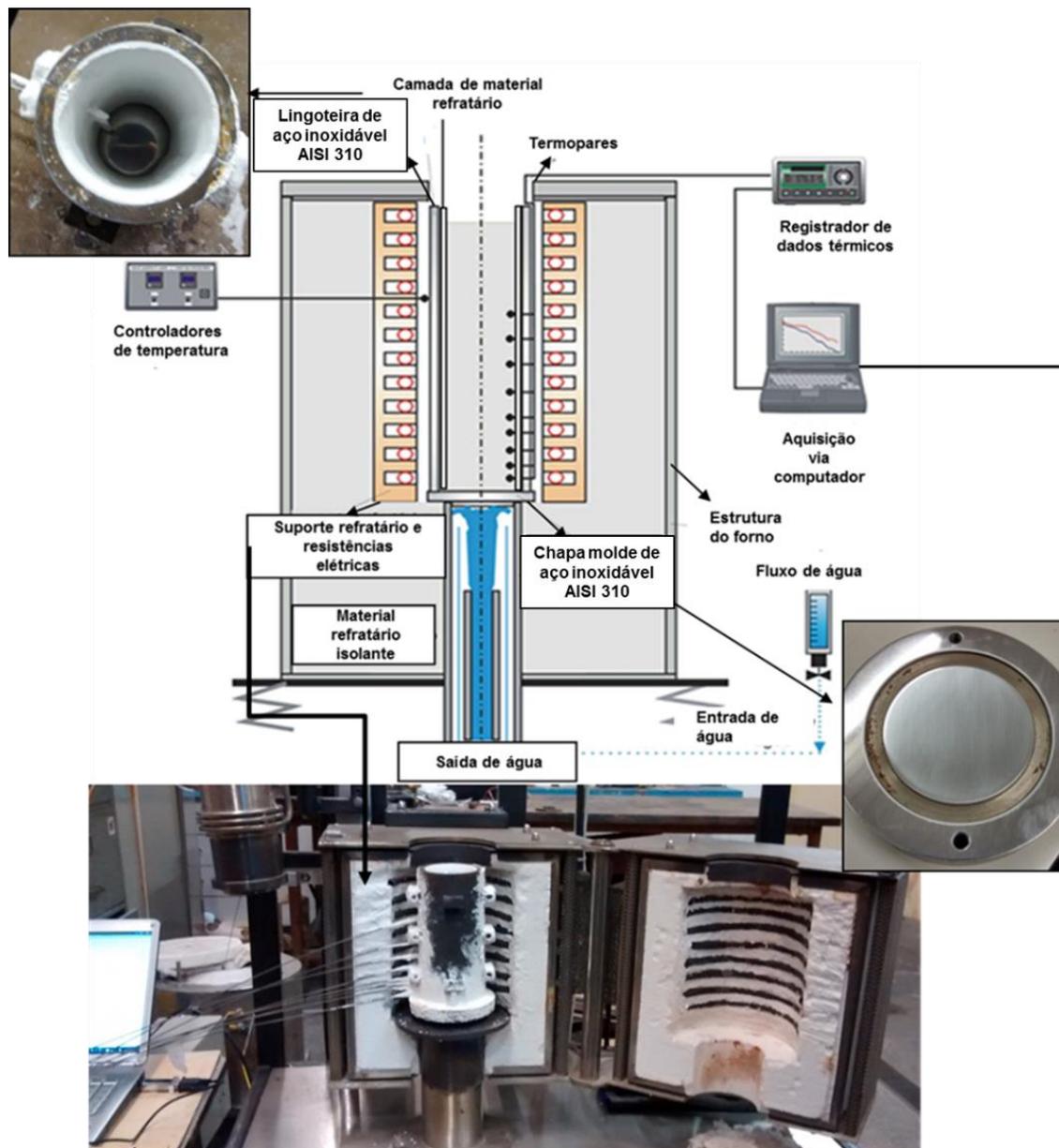


Figura 4.3 - Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente e equipamentos envolvidos.

O forno utilizado possui camada de cerâmica refratária com uma cavidade cilíndrica onde a lingoteira é posicionada. O aquecimento é feito por resistências elétricas e conta com controlador de potência e termopares para controle e medição de temperatura interna. A base sobre a qual a lingoteira é posicionada está conectada a um sistema fechado de circulação de água que garante refrigeração contínua durante o experimento.

Como anteriormente citado, o material é reaquecido dentro do forno até sua refusão. As resistências são então desligadas e o jato d'água na base do molde é acionado quando a temperatura do termopar inferior (mais próximo a base do lingote) atinge certo valor (5% de superaquecimento no caso deste experimento). Inicia-se então a solidificação de com crescimento de forma vertical ascendente (Figura 4.4 a).

A lingoteira utilizada é bipartida e possui paredes de 5,0mm de espessura, de aço inoxidável AISI 310 com furações laterais em diferentes posições para fixação dos termopares. Suas paredes internas foram preparadas com revestimento de cimento a base de fibra cerâmica sílico-aluminosa QF-180 (aproximadamente 1,5mm de espessura), com a finalidade de minimizar o fluxo de calor na direção radial e facilitar a desmoldagem do lingote após experimento.

A chapa molde é de aço inoxidável AISI 310, possui 3,0 mm de espessura e foi lixada com lixas de granulação 240 até 1200 mesh. A fixação e vedação da base com a lingoteira é feita após colocação dos termopares em suas devidas posições, com auxílio de parafusos e tinta refratária para evitar quaisquer vazamentos de metal líquido durante o experimento (Figura 4.4 b e c).

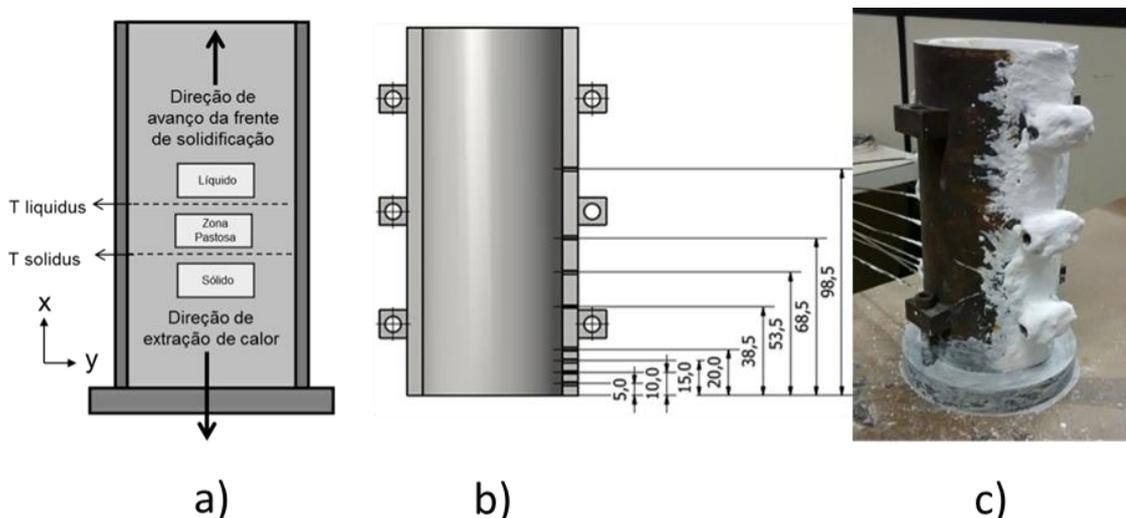


Figura 4.4 - a) Solidificação direcional vertical ascendente, b) distância dos termopares em relação à base refrigerada, c) lingoteira em processo de montagem e vedação.

Uma série de termopares tipo K 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.

### 4.3 Determinações Experimentais Das Variáveis Térmicas De Solidificação

Uma vez obtido o valor da  $T_L$  e realizada a análise das curvas de resfriamento tempo x temperatura ( $t, T$ ) obtidas pela aquisição de dados de cada termopar durante a solidificação direcional, é possível obter os seguintes parâmetros térmicos de resfriamento:

- Tempo de passagem da isoterma *liquidus* ( $t_L$ ) por cada posição de termopar;
- Velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ );
- Taxa de resfriamento ( $\dot{T}$ ).

A plotagem das curvas tempo x temperatura ( $t, T$ ), de modo geral, fica com formato segundo a Figura 4.5.

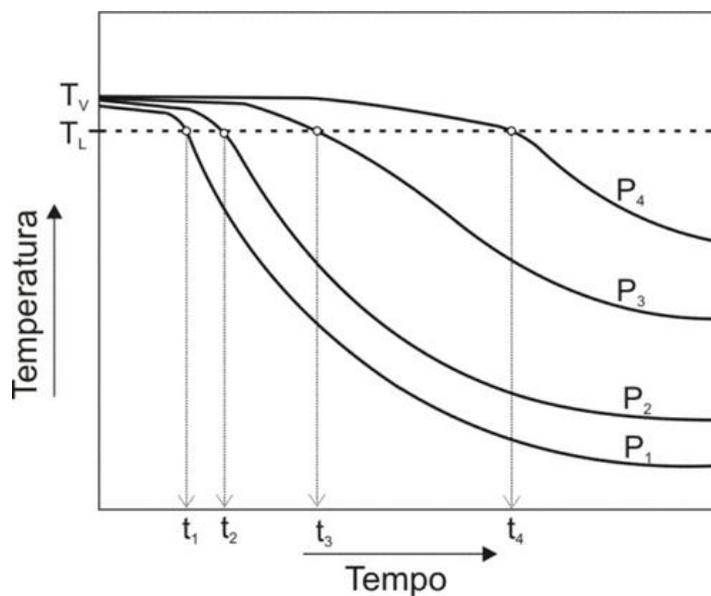


Figura 4.5 - Curvas tempo ( $t$ ) x Temperatura ( $T$ ) para diferentes termopares em diferentes posições ( $P$ ) distantes da base do lingote.

A linha horizontal pontilhada representa a isoterma *liquidus*. Repare que  $P_1$  é a posição do termopar mais perto da base, onde há resfriamento mais rápido na qual a  $T_L$  passa em um momento  $t_1$ . Já  $P_4$  é o termopar mais longe da base onde há resfriamento mais lento na qual a  $T_L$  passa em um momento  $t_4$ . Este gráfico permite traçar portanto, uma relação entre o tempo de passagem da isoterma ( $t$ ) com a posição da isoterma *liquidus* ( $P$ ) em um gráfico  $t \times P$  como esquematizado pela Figura 4.6 abaixo.

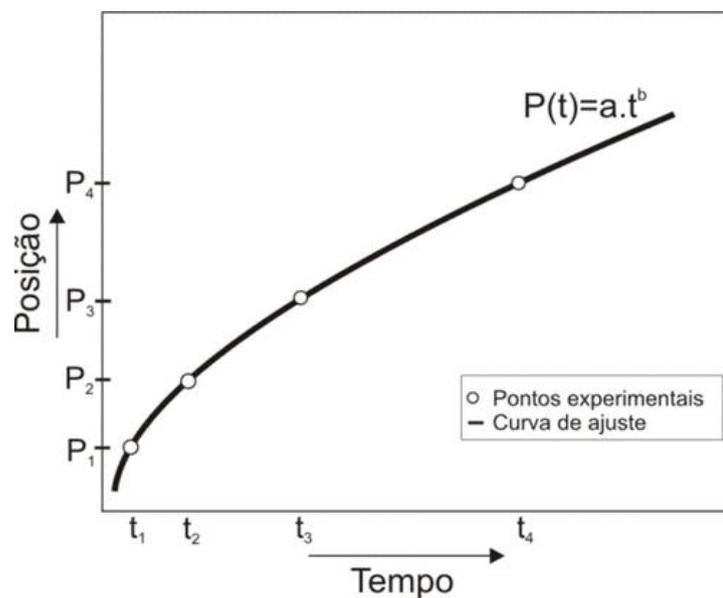


Figura 4.6 - Gráfico experimental "posição x tempo" da isoterma *liquidus* em função do tempo durante o processo de solidificação.

Os dados podem ser ajustados em equação matemática do tipo potência com auxílio do próprio software de tratamento de dados (excel, Origin), sendo possível assim gerar uma curva que represente o deslocamento desta isoterma em todo o lingote solidificado.

$$P(t) = a.t^b \quad \text{Equação 4.1}$$

Considerando que velocidade é a relação de variação de espaço em intervalo de tempo, a derivada da equação  $P(t)$  equivale a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ao longo do lingote.

$$V_L = \frac{dP}{dt} = P'(t) = a.bt^{b-1} \quad \text{Equação 4.2}$$

Assim, a derivada da função  $P$  é aplicada em cada instante de tempo de passagem da isoterma *liquidus* correspondente a cada termopar, gerando outro arquivo de dados com as derivadas pontuais tabeladas com seus respectivos tempos (tempo,  $P'(t)$ ).

Além disso, isolando a variável tempo da equação 4.1 e substituindo na equação 4.2, obtém-se gráfico de velocidade em função da posição (posição  $P'(t)$ ).

O tratamento dessas relações está devidamente representado abaixo na Figura 4.7.

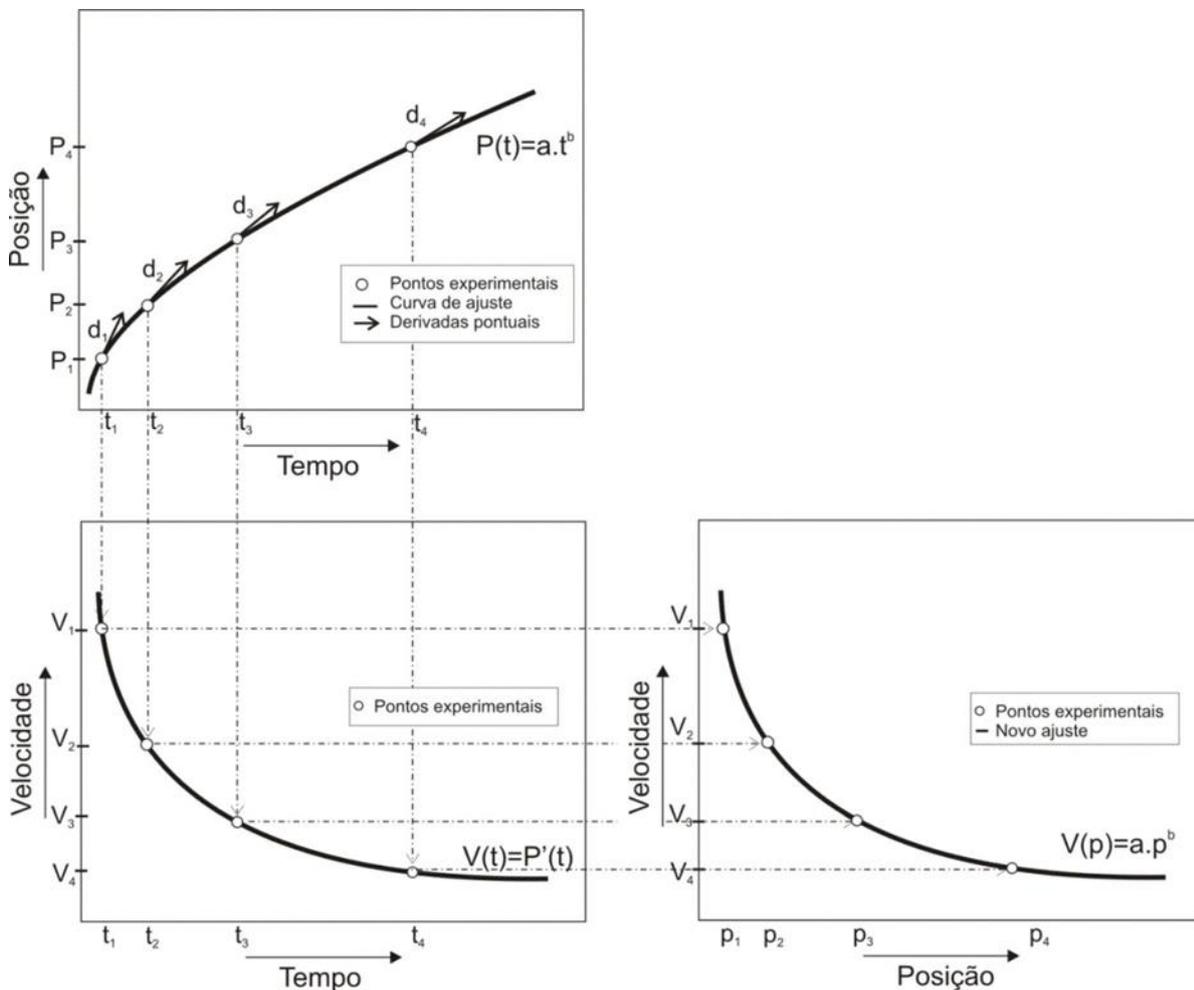


Figura 4.7 - Representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição.

As taxas de resfriamento  $\dot{T} = \frac{\Delta T}{\Delta t}$  à frente da isoterma *liquidus* são calculadas através da derivada de uma pequena curva ajustada na região

próxima ao instante de tempo onde o perfil térmico atinge a temperatura *liquidus* (linha vermelha na Figura 4.8). Para cada perfil de resfriamento foram selecionados dez pontos anteriores e dez pontos posteriores ao tempo de passagem da  $T_L$  para ajuste de uma equação polinomial de segundo grau proposta pelo programa computacional (Excel ou Origin). A derivada foi calculada em cada um dos vinte pontos e a taxa de resfriamento é tida como a média destes valores. Como a derivada dessa curva é sensível na região de inclinação do gráfico onde ocorre o início da transformação líquido/sólido, calculando através deste procedimento evita-se o erro de se utilizar um tempo que não corresponda ao tempo de passagem da isoterma *liquidus*.

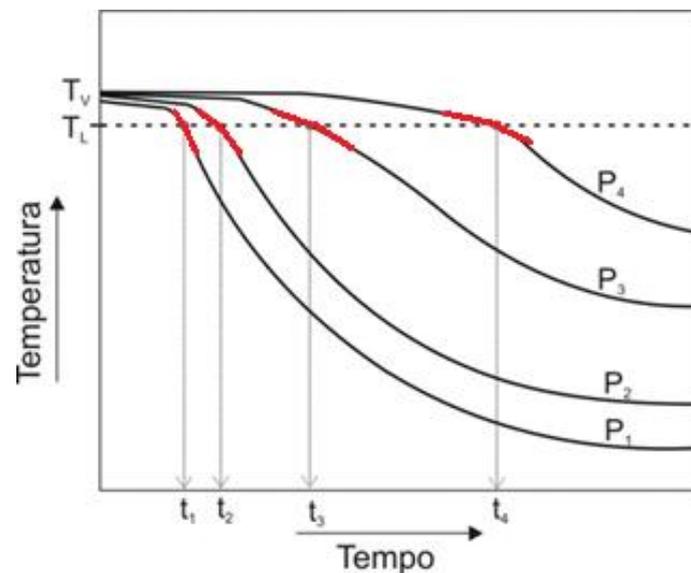


Figura 4.8 -Região considerada para cálculo da taxa de resfriamento com base nas curvas de resfriamento obtidas durante a solidificação direcional.

#### 4.4 Caracterização Da Morfologia Macro E Da Microestrutura De Solidificação

O lingote após o experimento foi desmoldado e cortado na longitudinal do plano médio com auxílio de serra fita. Uma metade foi utilizada para caracterização macroestrutural e posteriormente para os ensaios de dureza. A

outra metade foi seccionada em filetes para verificação de composição química e retirada de amostras para caracterização microestrutural, conforme Figura 4.9.

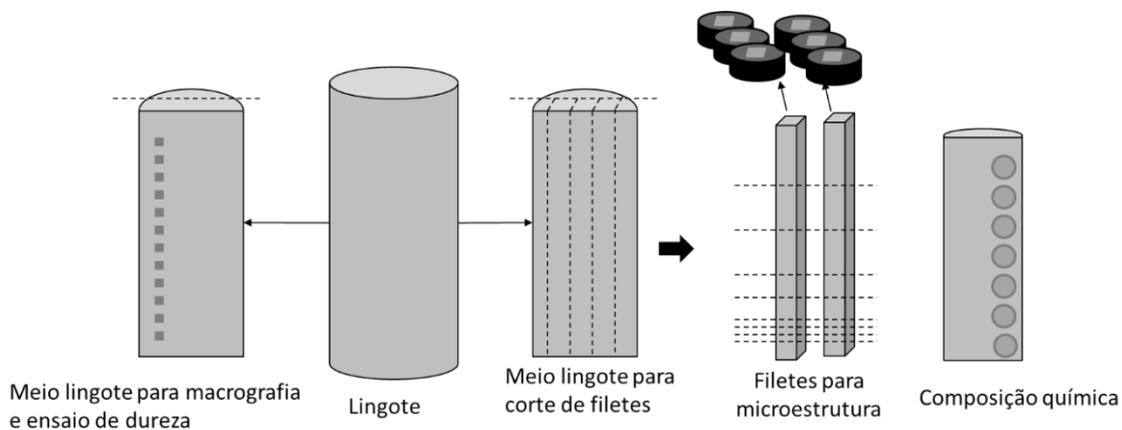


Figura 4.9 - Esquemática da preparação das amostras para caracterização das ligas 5052.

A verificação da composição química foi feita pela técnica de Espectrometria de Emissão Ótica (EEO), em equipamento ARL – Applied Research Laboratories, modelo 3460, e com medição realizada em diversos pontos (até 110mm da base refrigerada) para confirmar não somente a estequiometria projetada, como também a uniformidade ao longo do lingote (Figura 4.10).



Figura 4.10 - Amostra após análise de composição química em diversas posições a partir da base refrigerada do lingote.

A macroestrutura foi revelada com ataque químico de solução composta por uma solução composta por 200ml de água, 200ml de HCl, 200ml de HNO<sub>3</sub> e 20ml de HF, durante alguns minutos.

Considerando a posição 0 mm correspondente à interface metal/molde, as amostras para análise microestrutural foram retiradas em posições 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 70, 90 e 110mm a partir desta referência. Foram caracterizadas microestruturas em cortes transversais e longitudinais ao sentido de solidificação. O embutimento foi feito em baquelite no equipamento Buehler SimpliMet XPS1 e a preparação do polimento passou por lixas 240, 320, 400, 600 e 1200 mesh. Na sequência, foram polidas em uma politriz rotativa Metaserv 2000 com pasta de polimento (Pérola Produtos Automotivos) contendo alumina como elemento abrasivo. E por fim, as amostras foram submersas e agitadas por 12 minutos em solução de sílica coloidal, no equipamento Buehler Minimet 1000, conforme Figura 4.11.

A superfície espelhada das amostras foi atacada com solução de HF 0,5% para revelação das fases compondo a microestrutura. As imagens foram feitas em microscópio ótico Olympus BX51M, juntamente com o software OLYMPUS Stream Essentials®.

Para melhor visualização dos grãos e espaçamentos dendríticos, foi utilizada a técnica de microscopia de luz polarizada para aquisição de imagens no mesmo microscópio com auxílio da lente Olympus U-TAD. O equipamento utilizado para preparação das amostras foi uma fonte de alimentação DC (Dawer OS 3006 CD) e agitador magnético. As amostras foram imersas em solução HBF 1,8% (sob agitação), em voltagem 0,2V, por 3 minutos.



Figura 4.11- Equipamentos utilizados para preparação de amostras e análise microestrutural das ligas 5052: a)Embutidora, b) Politriz, c) Agitador para polimento, d) Microscópio óptico, e) Agitadora magnético e fonte de alimentação CA.

As determinações dos espaçamentos microestruturais foram feitas com auxílio do software Image-J [29]. Para medição dos espaçamentos dendríticos primários  $\lambda_1$ , foram utilizadas as imagens das secções transversais, e o método utilizado para quantificar os valores desses espaçamentos foi o método do triângulo [16] (equação 4.3), esquematizado na Figura 4.12 a), utilizando-se o critério de vizinhança, que considera o valor do espaçamento primário igual à distância média entre o centro geométrico das dendritas. O método da intercepção também foi utilizado para medição de  $\lambda_2$ , porém utilizando os cortes

longitudinais e respeitando a equação 4.4. Para cada posição foram realizadas pelo menos 20 medidas de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ .

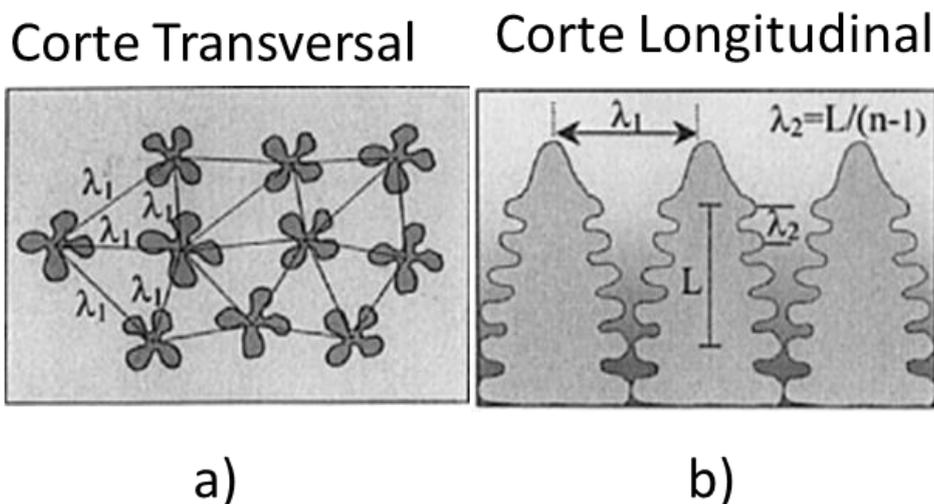


Figura 4.12 - Esquematização dos métodos para determinação de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  com base nos cortes transversal e longitudinal, respectivamente [16].

$$\lambda_1 = \frac{a_1 + a_2 + a_3}{3} \quad \text{Equação 4.3}$$

Onde  $a$  é um dos lados do triângulo.

$$\lambda_2 = \frac{L}{(n-1)} \quad \text{Equação 4.4}$$

Onde  $L$  é o comprimento estabelecido e  $n$  é o número de braços secundários contados.

Para complementar a análise microestrutural, foram escolhidas amostras da liga 5052 – 2,4%Mg, dos cortes transversais nas posições 3mm e 110mm, para Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) em equipamento FEI Inspect S 50 (LCE – UFSCar), detector EDT e BSED, voltagem 25KV. O objetivo da análise foi mapear os elementos de liga nas fases presentes, com relação a presença de Al, Fe para analisadas presença de Al, Mg, Fe e Si.

#### 4.5 Ensaios De Dureza

Os ensaios de dureza Brinell foram realizados com base na norma ASTM E10 – 15a - Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials [30].

As metades dos lingotes utilizadas para caracterização macroestrutural foram novamente polidas e faceadas para realização dos ensaios de dureza. A carga utilizada foi de 31,25kg, com indentador esférico com diâmetro 2,5mm. As posições escolhidas para indentação foram 5, 10, 15, 20, 30, 50, 70, 90 e 110mm com relação a base (interface metal-molde), sendo realizadas pelo menos 9 indentações em cada posição. Os valores medidos em HB das três amostras referentes as três composições químicas, foram comparados com seus respectivos parâmetros microestruturais previamente analisados

#### **4.6 Análise De Dados Em Thermo-Calc**

Com intuito de simular as transformações de fases, quantificar as frações das fases formadas e consolidar a natureza das mesmas, foi realizada análise em software Thermo-Calc, base de dados TCAL3.

Para levantamento de diagrama de fases, optou-se para o sistema Al-Mg, com valores fixados, em massa, de 0,3% de Fe e 0,1% de Si, conforme resultado das análises de composição química, variando teor de magnésio entre 2% a 3,6% em massa, e temperatura entre 100°C a 750°C.

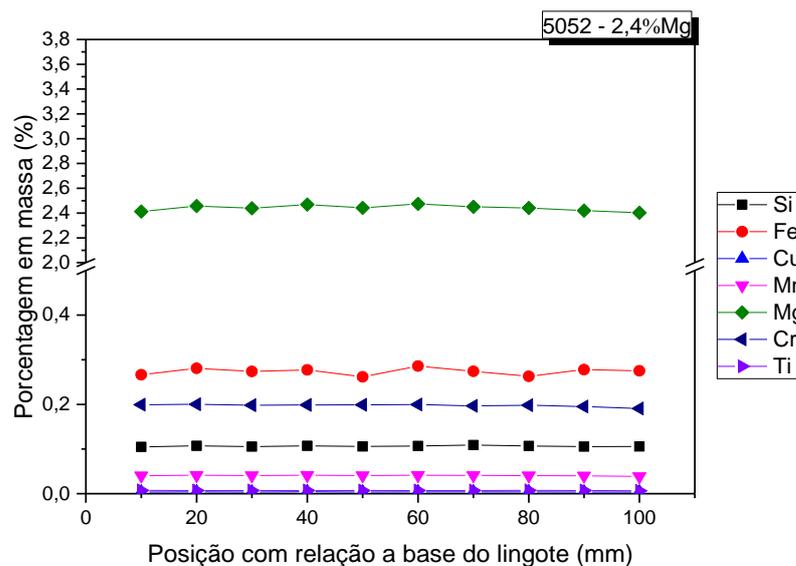
Para cada liga ainda foram simulados os gráficos de microsegregação de Scheil, com curvas de resfriamento partindo de 700°C até 370°C.

Os resultados foram comparados com as análises realizadas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

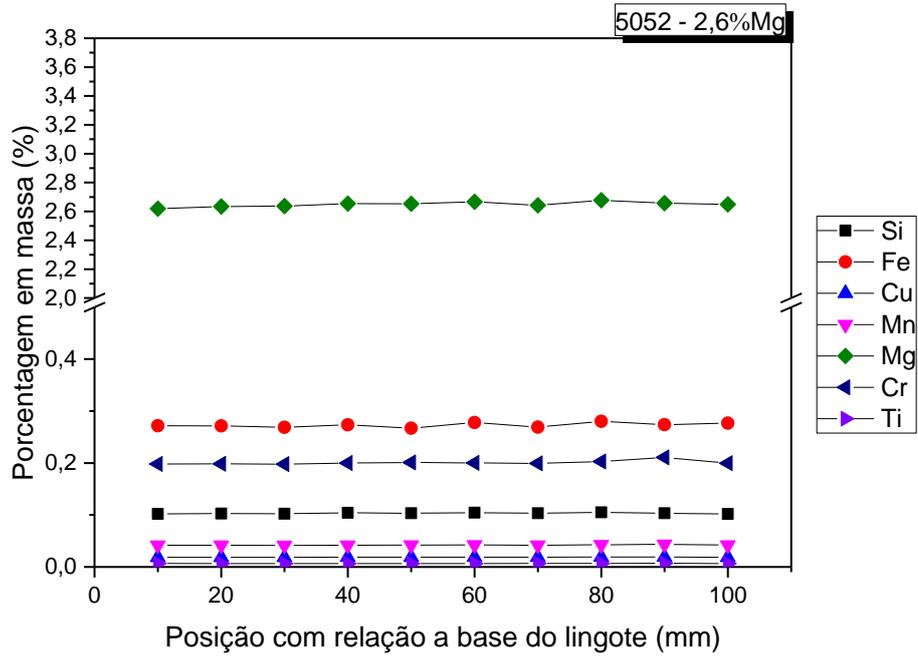
### 5.1 Verificação Da Composição Química Das Amostras

De acordo com o presente resultado explicitado pelas figuras Figura 5.1 a, b e c, foi confirmada a composição química de Mg projetada (estequiometria) nos lingotes após ensaio de solidificação unidirecional. A verificação da composição química após procedimento faz-se necessária, uma vez que a oxidação excessiva de Mg durante a refusão da liga pode resultar em variações estequiométricas indesejadas. Além disso observa-se que todos os lingotes apresentaram distribuição de elementos de liga uniforme ao longo do lingote, indicando ausência de qualquer perfil de macrosegregação não importando o elemento analisado.

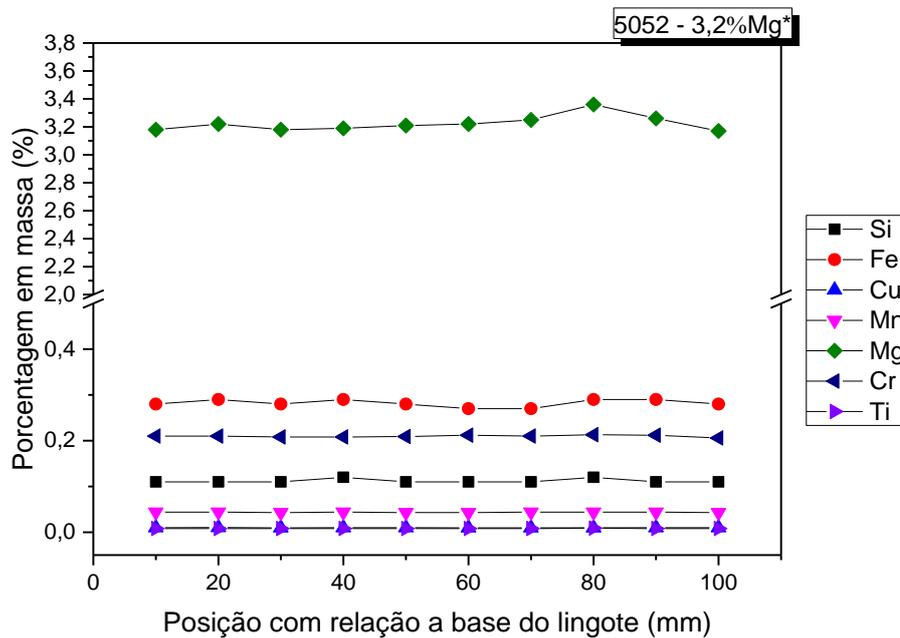


a)

Figura 5.1 - Distribuição dos elementos de liga ao longo dos lingotes solidificados direcionalmente com composições químicas nominais: a) 5052-2,4%Mg, b) 5052-2,6%Mg, c) 5052-3,2%Mg\*.



b)



c)

Figura 5.1 - Distribuição dos elementos de liga ao longo dos lingotes solidificados direcionalmente com composições químicas nominais: a) 5052-2,4%Mg, b) 5052-2,6%Mg, c) 5052-3,2%Mg\*.

## 5.2 Variáveis Térmicas De Solidificação Frente A $T_L$

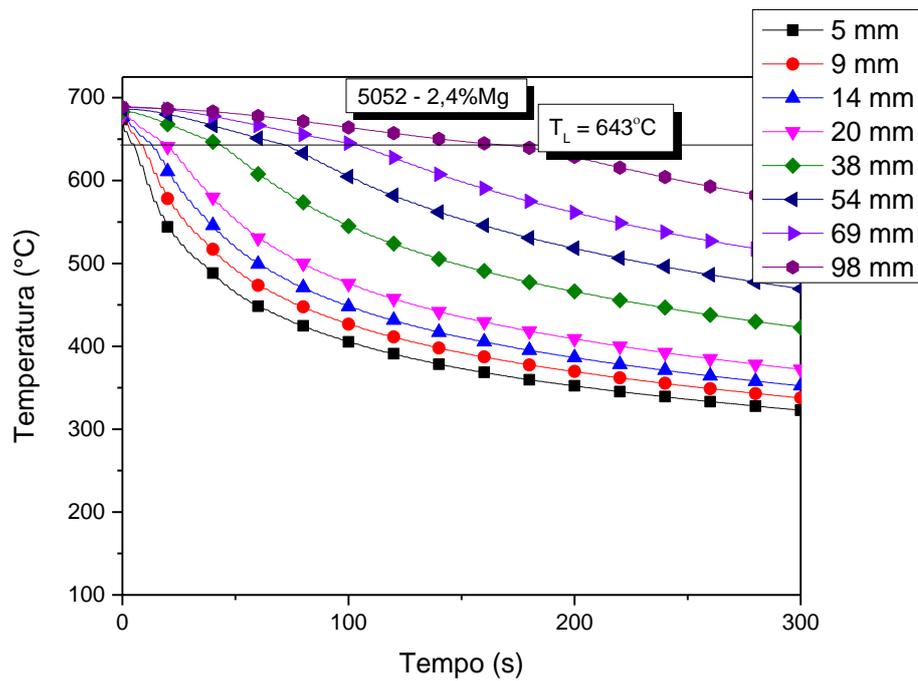
### 5.2.1 Perfis Térmicos Experimentais

Os resultados das curvas de resfriamentos das três ligas testadas permitiram a obtenção dos valores de  $T_L$  e  $T_s$ , bem como o intervalo de solidificação ( $\Delta T$ ), conforme representados na Tabela 5.1 a seguir.

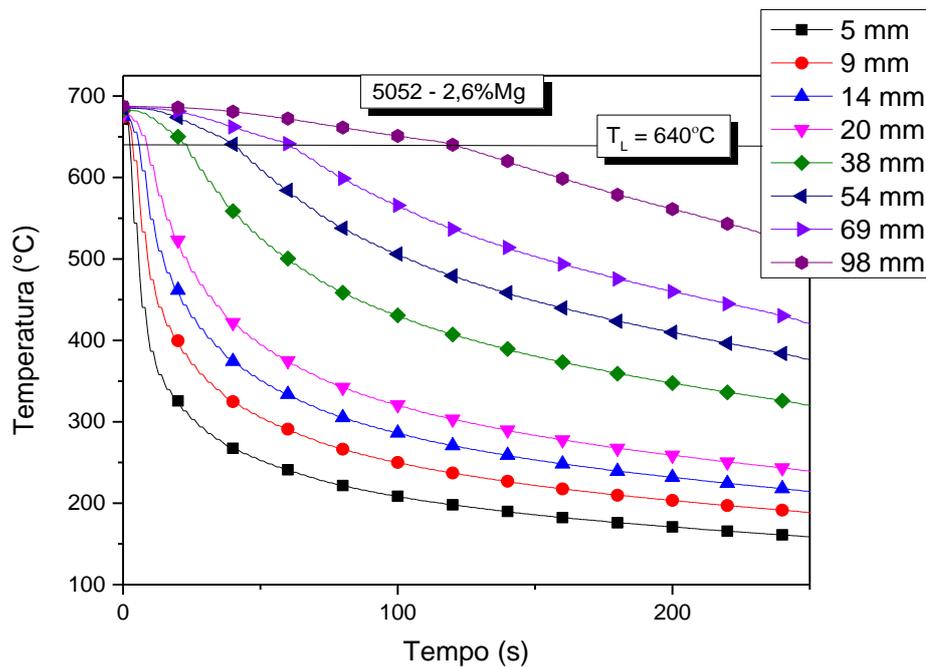
Tabela 5.1 - Resultados experimentais para determinação dos valores de  $T_L$ ,  $T_s$  e dos intervalos de solidificação das ligas 5052.

Liga	$T_L$	$T_s$	$\Delta T$
5052 – 2,4%Mg	643°C	611°C	32°C
5052 – 2,6%Mg	640°C	607°C	33°C
5052 – 3,2%Mg*	638°C	605°C	33°C

Com base nos valores experimentais da Tabela 5.1 foi possível realizar a análise dos perfis térmicos de resfriamento, cujos registros para todas as condições experimentais (ligas 5052 – 2,4%Mg, 5052 – 2,6%Mg e 5052 - 3,2%Mg\*) durante solidificação direcional transiente estão indicados pelas Figura 5.2a, Figura 5.2b e Figura 5.2c a seguir.



a)



b)

Figura 5.2 - Perfis térmicos obtidos durante solidificação unidirecional transitória da liga a) 5052-2,4%Mg, b) 5052-2,6%Mg e c) 5052-3,2%Mg\*, com superaquecimento de 5%.

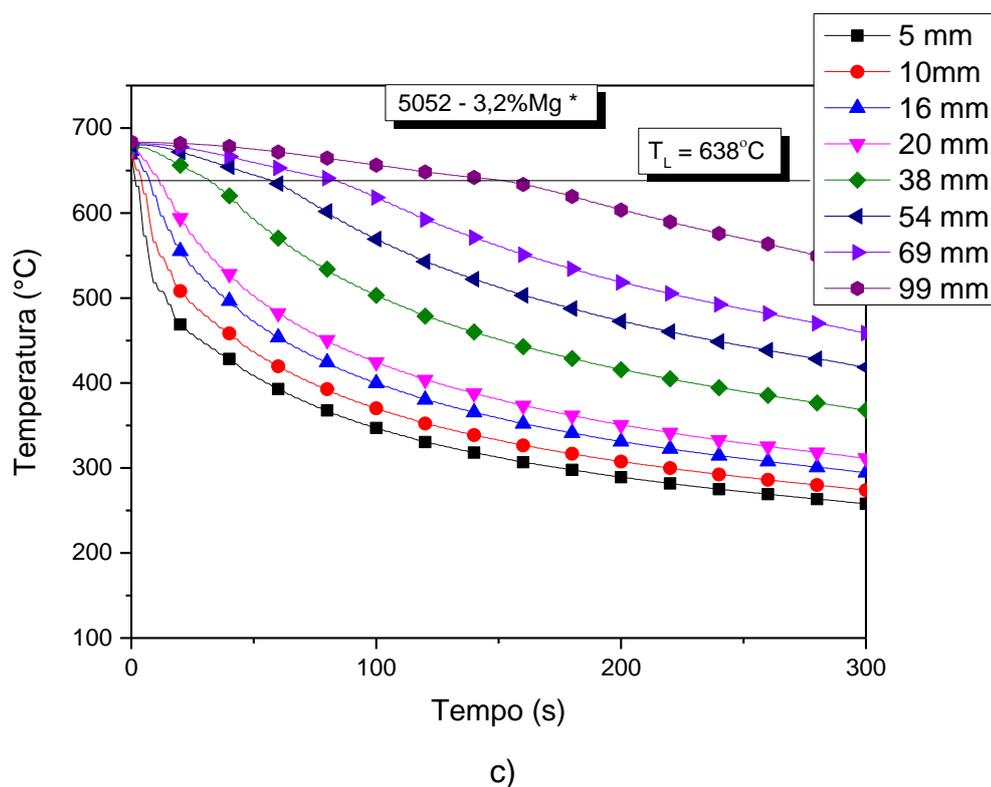


Figura 5.2 - Perfis térmicos obtidos durante solidificação unidirecional transitória da liga a) 5052-2,4%Mg, b) 5052-2,6%Mg e c) 5052-3,2%Mg\*, com superaquecimento de 5%.

Com base nos perfis térmicos acima foi possível determinar o tempo da passagem da  $T_L$ , em cada posição do termopar, para cada liga examinada, isto é, em cada posição com relação a interface metal/molde, possibilitando a análise dos parâmetros térmicos de solidificação.

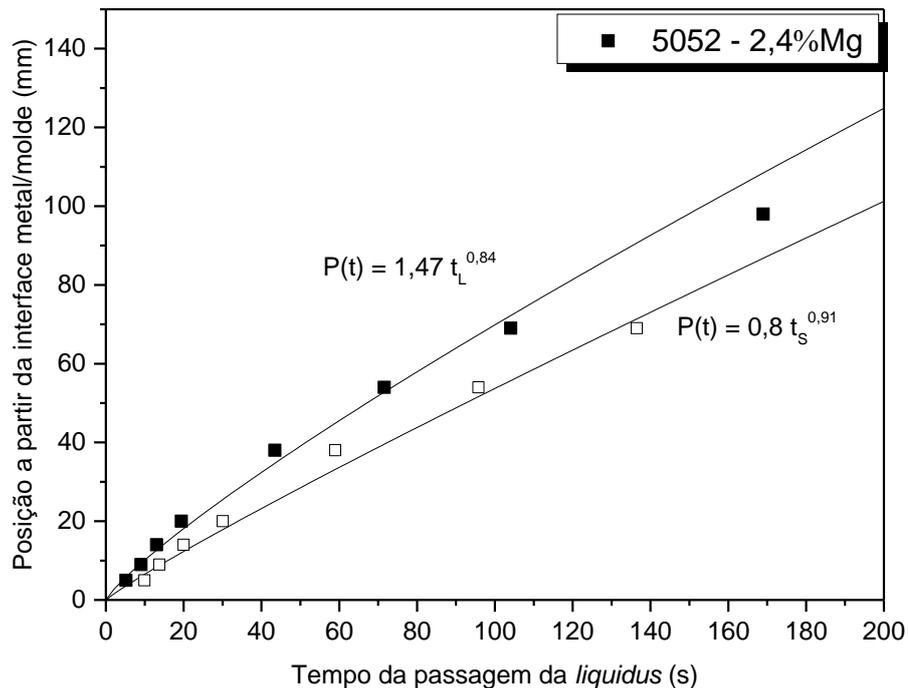
### 5.2.2 Velocidades De Avanço Da Frente De Solidificação ( $T_L$ E $T_S$ )

Após a obtenção dos perfis térmicos das três composições químicas, foram construídas as curvas experimentais dos deslocamentos das posições (P) das isothermas  $T_L$  e  $T_S$ , em função do tempo de passagem das mesmas. As Figura 5.3a), b) e c), mostram os tempos experimentais das passagens destas isothermas ao longo do comprimento dos lingotes das ligas 5052 com concentrações de Mg de 2,4%Mg, 2,6%Mg e 3,2%Mg respectivamente.

A Figura 5.4 dá sequência às análises mostrando a evolução da velocidade de avanço de ambas isothermas em cada posição do lingote, durante

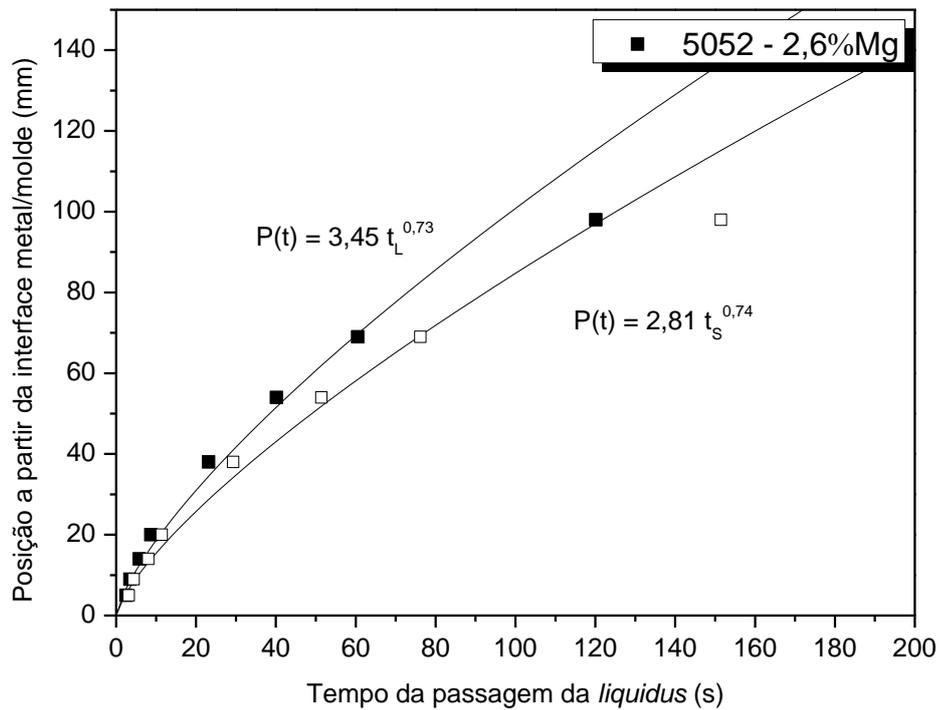
a solidificação unidirecional sob condições transitórias de extração de calor das ligas 5052 – 2,4%Mg, 5052 – 2,6%Mg e 5052 – 3,2%Mg\*.

Os resultados mostraram o comportamento esperado, isto é, de diminuição da velocidade da frente de solidificação em posições mais distantes da interface metal/molde, tanto para a isoterma *liquidus*, quanto para a *solidus*. Isso ocorre, pois a camada solidificada torna-se cada vez mais espessa, dificultando cada vez mais a extração de calor.

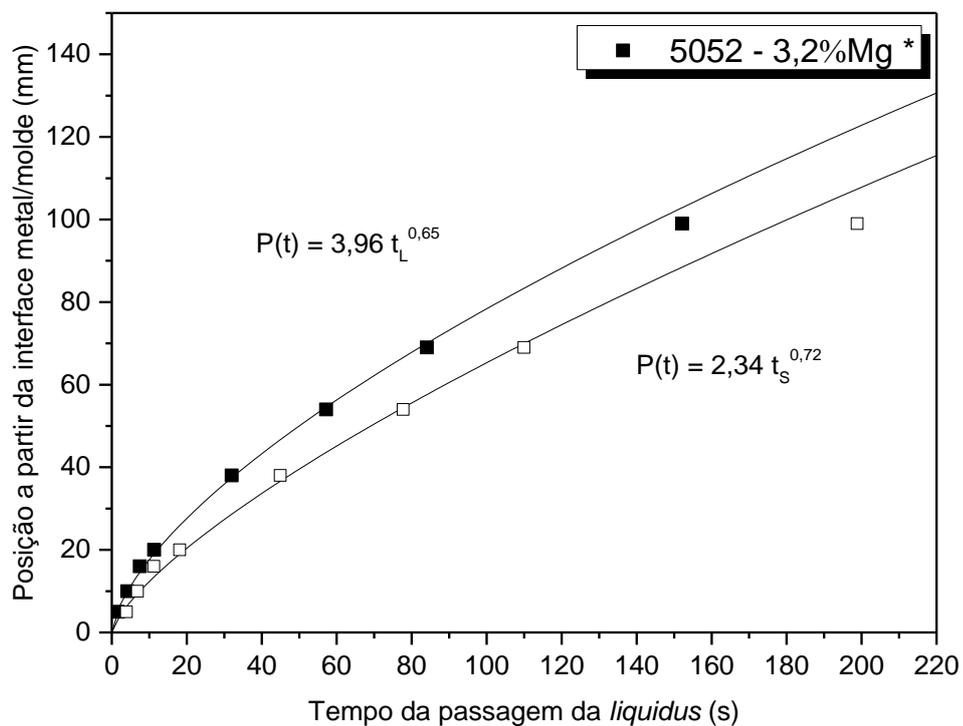


a)

Figura 5.3 - Evoluções experimentais das isothermas liquidus e solidus ao longo do comprimento dos lingotes obtidos por solidificação direcional das ligas a) 5052 – 2,4%Mg b) 5052 – 2,6%Mg e c) 5052 – 3,2%Mg\*.

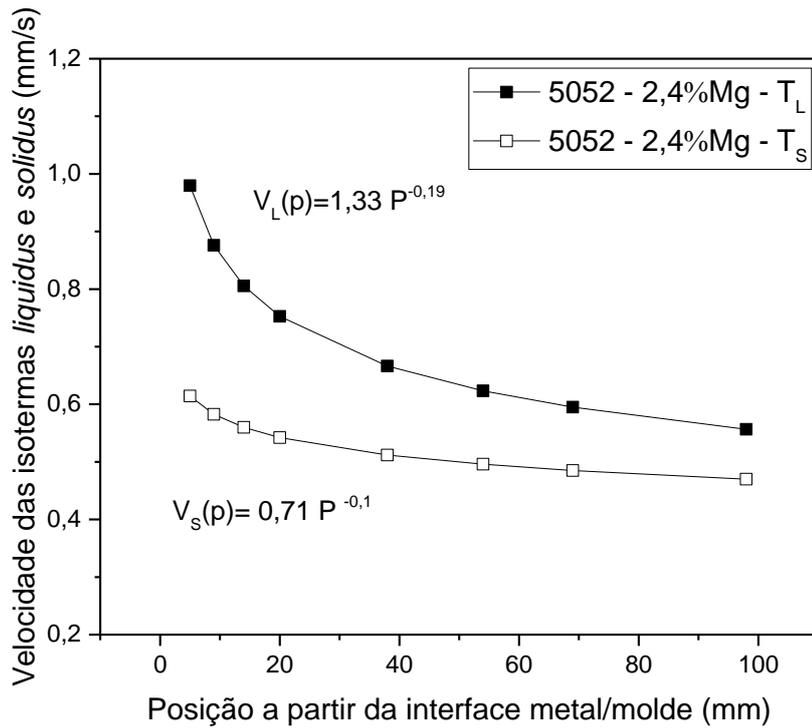


b)

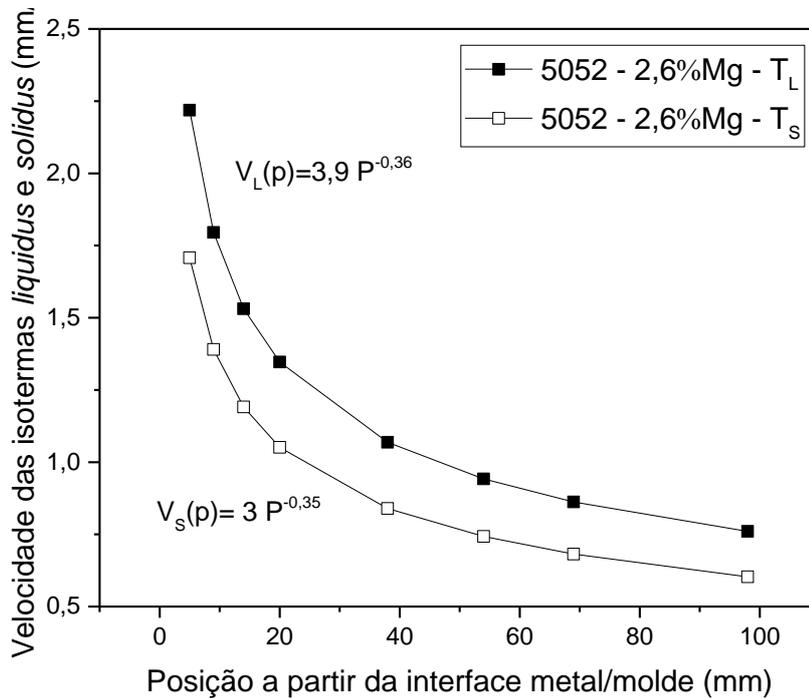


c)

Figura 5.3 - Evoluções experimentais das isothermas *liquidus* e *solidus* ao longo do comprimento dos lingotes obtidos por solidificação direcional das ligas a) 5052 - 2,4%Mg b) 5052 - 2,6%Mg e c) 5052 - 3,2%Mg\*.

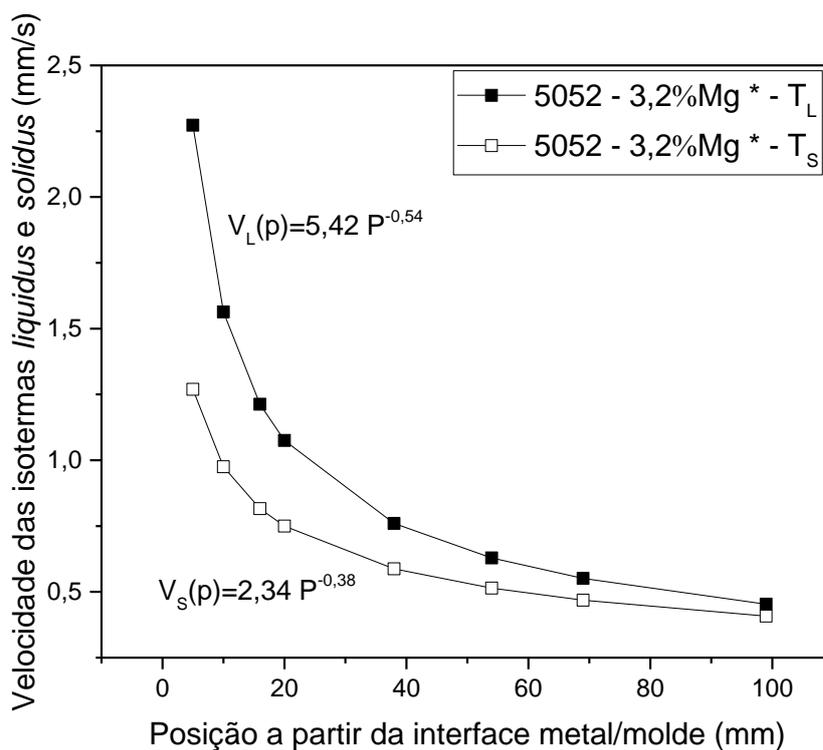


a)



b)

Figura 5.4 - Evoluções experimentais das velocidades de deslocamento das isothermas liquidus e solidus obtidas durante a solidificação direcional transiente as ligas comerciais a) 5052 – 2,4%Mg b) 5052 – 2,6%Mg e c) 5052 – 3,2%Mg\*



c)

Figura 5.4 - Evoluções experimentais das velocidades de deslocamento das isothermas *liquidus* e *solidus* obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas comerciais a) 5052 – 2,4%Mg b) 5052 – 2,6%Mg e c) 5052 – 3,2%Mg\*

### 5.2.3 Taxa de Resfriamento

As taxas de resfriamento ( $\dot{T}_L$ ), assim como as curvas experimentais relativas a velocidade de avanço das isothermas, diminuiram ao longo do comprimento do lingote solidificado. A Figura 5.5 mostra a evolução das taxas de resfriamento em função da posição ao longo dos lingotes das ligas 5052 – 2,4%Mg, 5052 – 2,6%Mg e 5052 – 3,2%Mg\*.

O experimento realizado com a liga de 2,6%Mg registrou maior taxa de resfriamento com valores de quase 30°C/s no primeiro termopar mais próximo da interface metal/molde, enquanto os demais experimentos registraram valores máximos de 14°C/s e 7°C/s. Não foi observada uma tendência clara de aumento ou diminuição da taxa de resfriamento em função do teor de Mg.

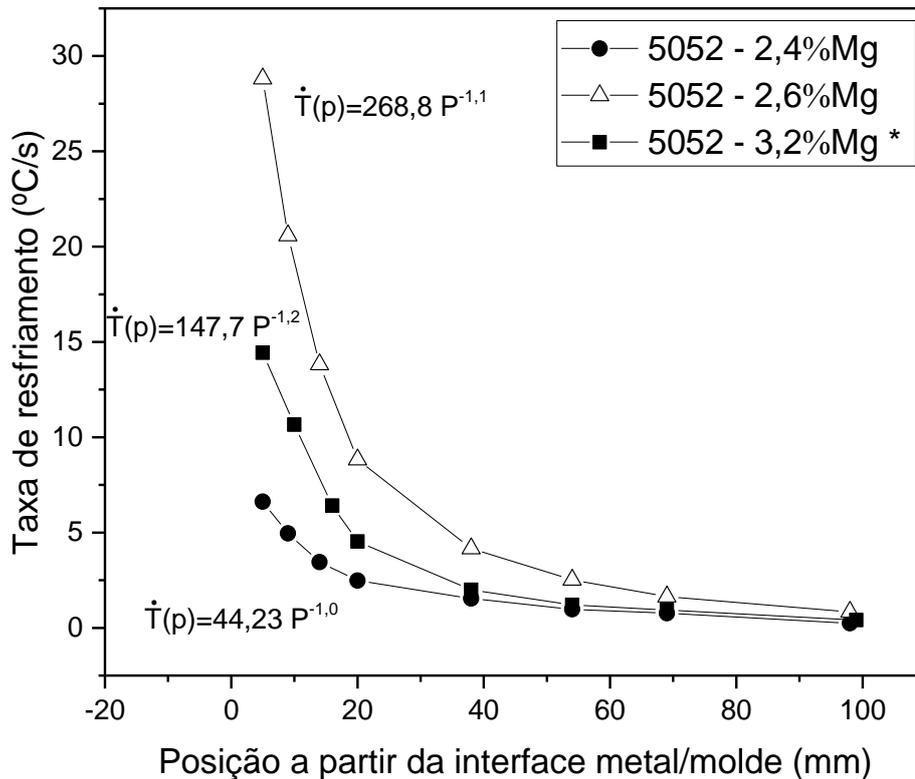


Figura 5.5 - Evoluções experimentais das taxas de resfriamento obtidas durante a solidificação direcional transiente das ligas 5052 – 2,4%Mg , 5052 – 2,6%Mg e 5052 – 3,2%Mg\*.

### 5.3 Macro E Microestrutura De Solidificação

#### 5.3.1 Macroestrutura De Solidificação

A Figura 5.6 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 a predominância de grãos colunares ao longo do lingote, com grãos equiaxiais apenas em posições acima de 110mm com relação a base do lingote. A Figura 5.6c), referente a solidificação da liga com 3,2%Mg, mostra diferença morfológica com relação às demais, já que há um desvio da direção do crescimento de alguns grãos colunares, impedindo o crescimento normal de grãos vizinhos. A causa deste tipo de solidificação tipo “pena” não é muito explorada na literatura, sendo justificada como sendo devido a perturbações mecânicas durante o experimento [7], ou ainda devido ao surgimento de dendritas gêmeas que nucleiam devido à

forte gradiente térmico e baixa convecção natural no líquido [31]. Outros trabalhos de solidificação direcional de ligas de alumínio também relataram tal fenômeno [18,32]. Este tipo de morfologia não foi alvo de investigação do presente estudo e não prejudicou a análise, que neste caso incorporou os grãos colunares possíveis de serem investigados até em torno de 50mm da base refrigerada do lingote.

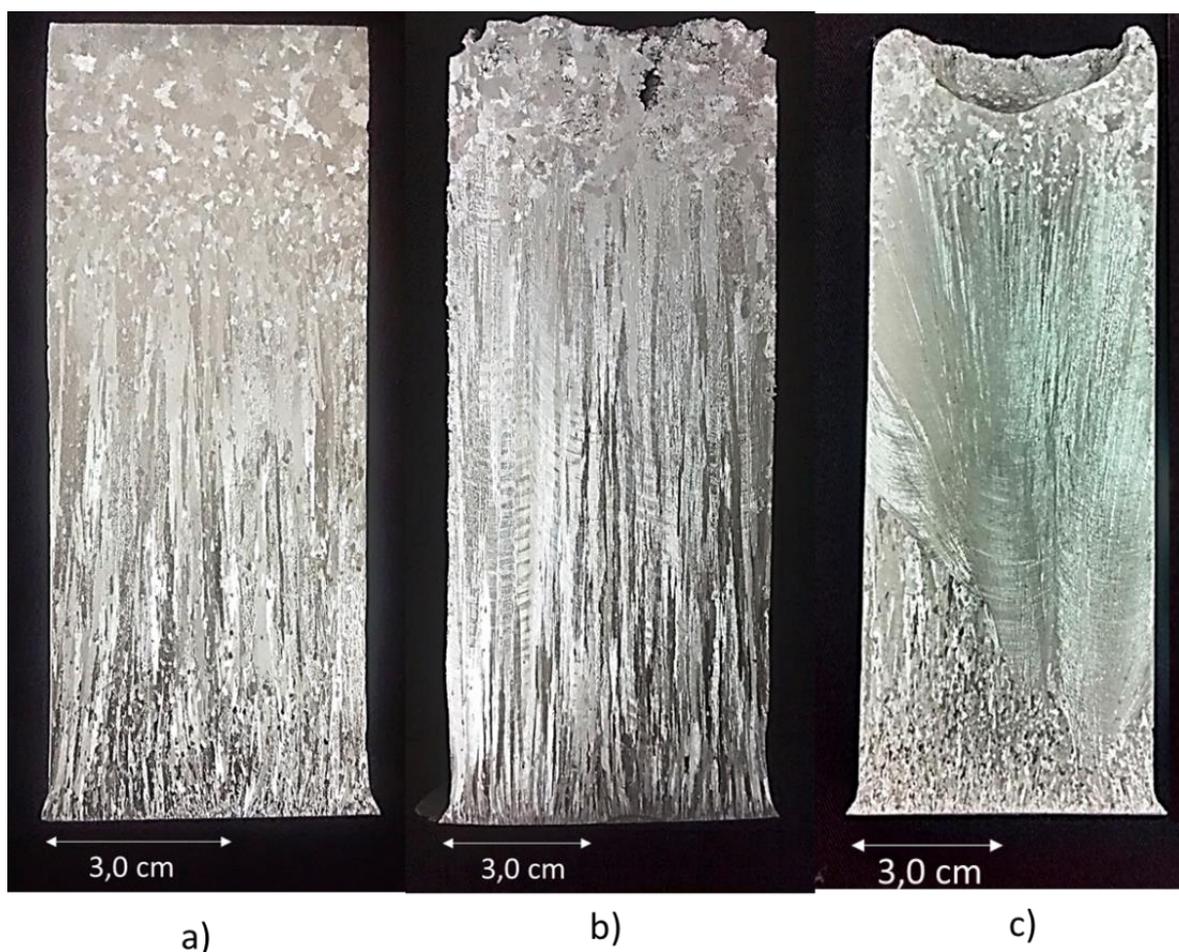


Figura 5.6 - Grãos colunares e equiaxiais ao longo das macroestruturas longitudinais para as ligas a) 5052 – 2,4%Mg, b) 5052 – 2,6%Mg, e c) 5052 – 3,2%Mg\* solidificadas direcionalmente.

### 5.3.2 Microestruturas De Solidificação

As microestruturas dos cortes transversais e longitudinais foram analisadas até no máximo a posição P=110 mm com relação a interface

metal/molde, onde as taxas de resfriamento mostraram-se com valores muito baixos, menores que  $0,5^{\circ}\text{C/s}$ . As Figura 5.7, Figura 5.8, e Figura 5.9 mostram as microestruturas resultantes para as ligas investigadas neste estudo. As imagens a) e b) das Figuras supracitadas permitem observar a morfologia dos intermetálicos das regiões interdendríticas. Em todos os casos, verificou-se que quanto maior a distância da base do lingote, maior o tamanho das partículas intermetálicas. Em todos os casos foram observados arranjos dendríticos predominantes como morfologia da fase rica em Al. O contraste proporcionado pela luz polarizada facilitou a medida dos espaçamentos microestruturais, com exceção das amostras transversais da liga 5052 - 2,6%Mg, que não proporcionaram o devido contraste.

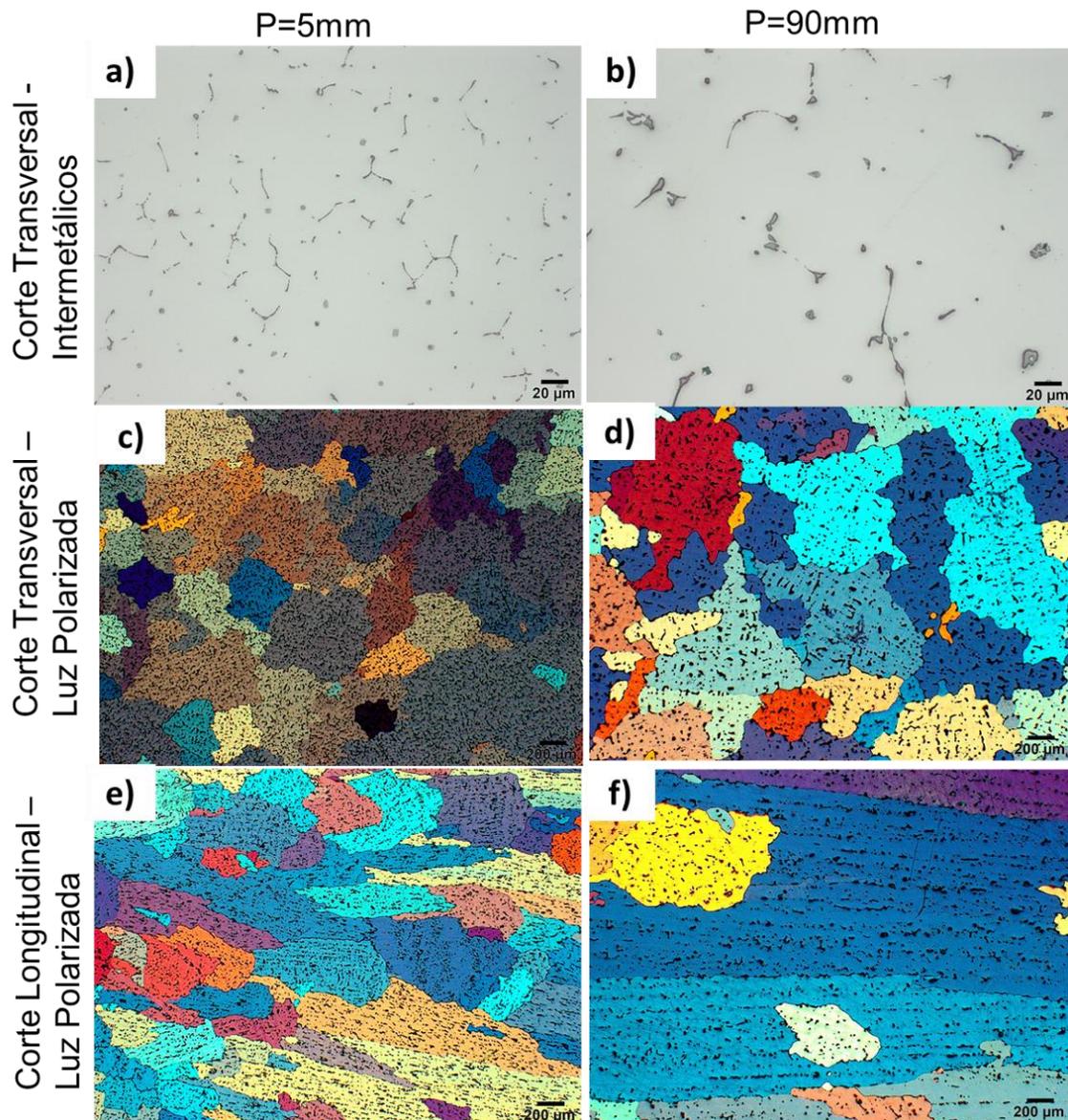


Figura 5.7 - Microestruturas da liga 5052 - 2,4%Mg em cortes longitudinais e transversais, considerando as posições (a), (c), (e) 5mm e (b), (d), (f) 90mm com relação a interface metal/molde.

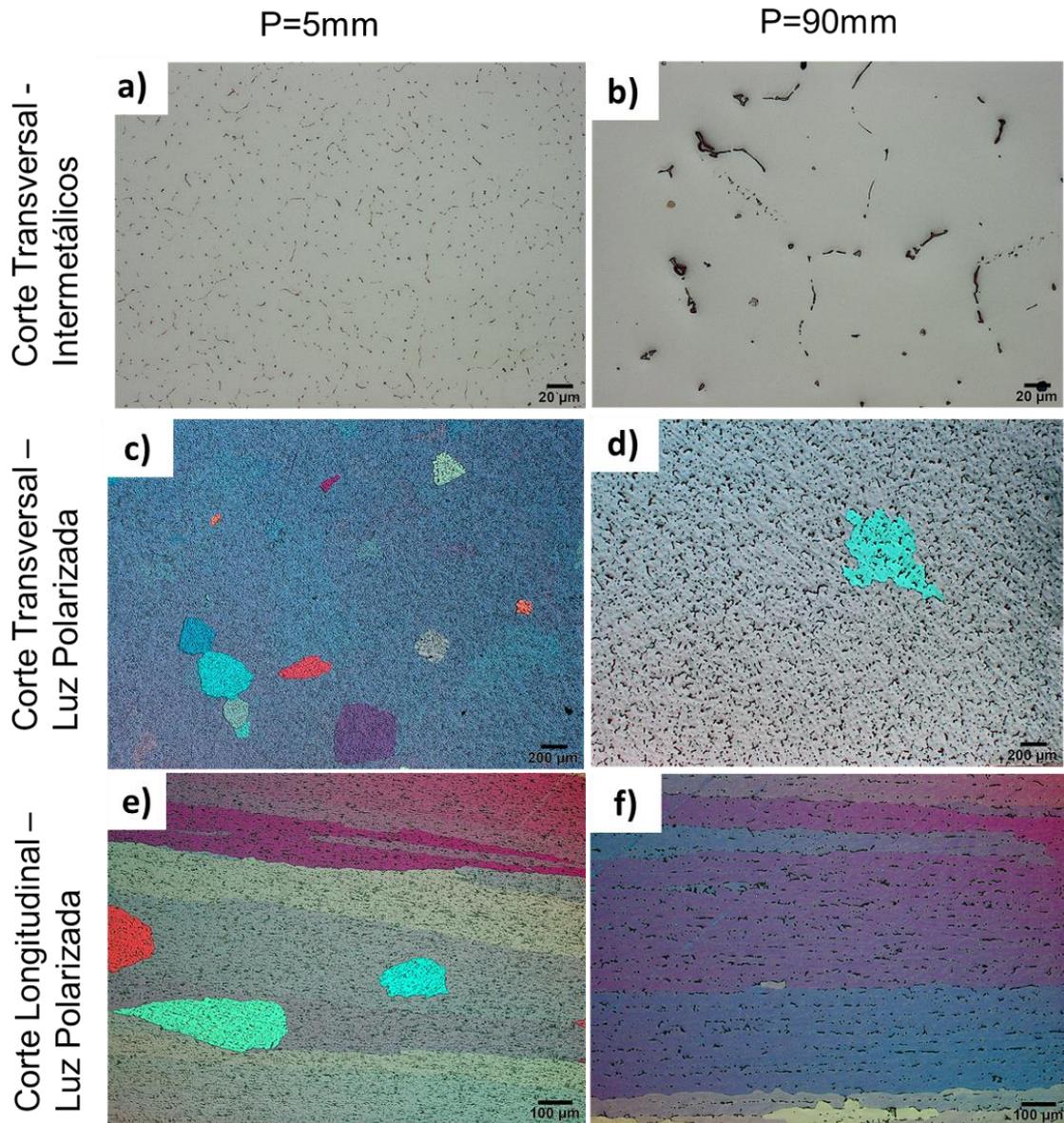


Figura 5.8 - Microestruturas da liga 5052 - 2,6%Mg em cortes longitudinais e transversais, considerando as posições (a), (c) e (e) 5mm e (b), (d), (f) 90mm com relação a interface metal/molde.

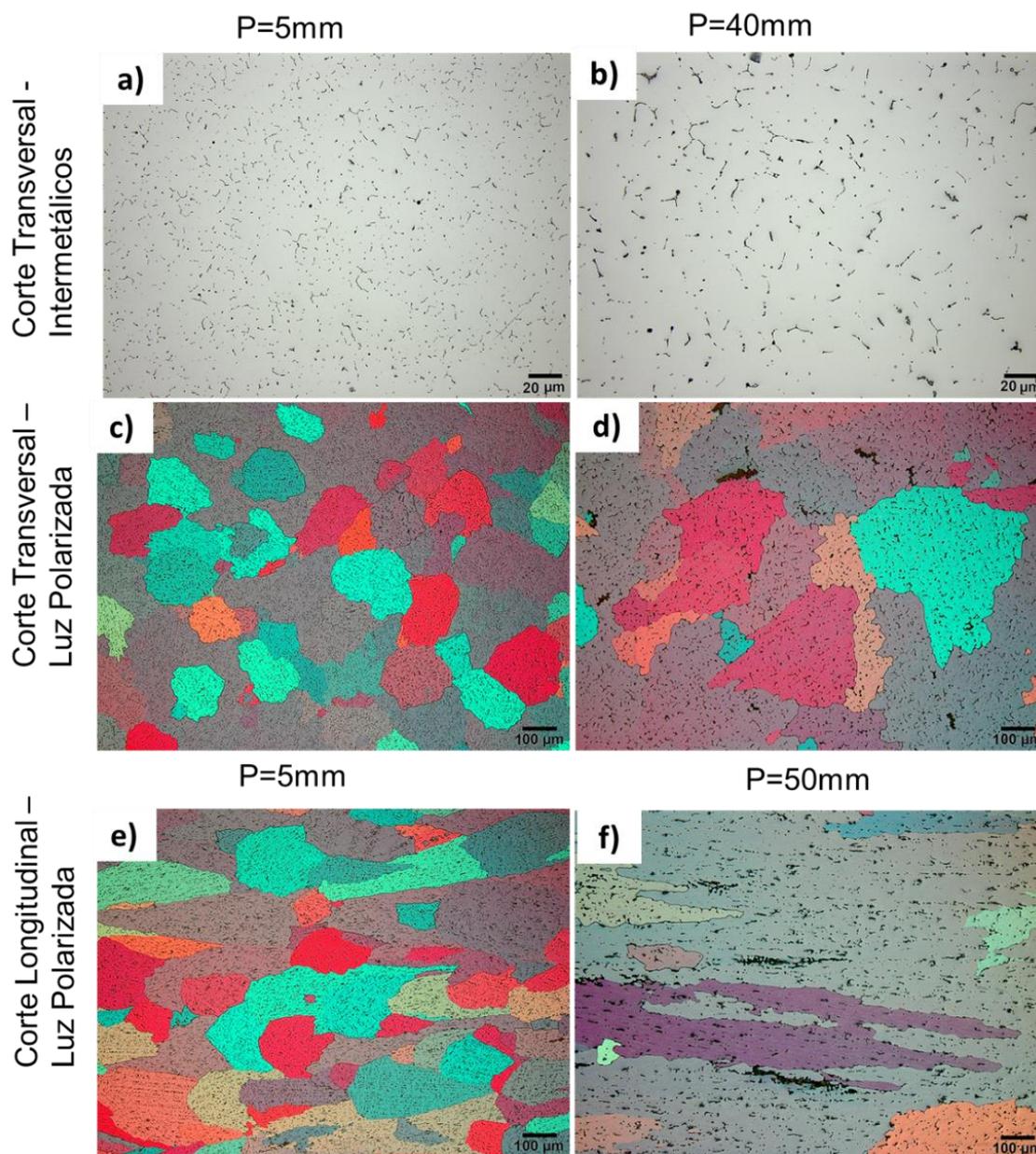


Figura 5.9 - Microestruturas da liga 5052 - 3,2%Mg\* em cortes longitudinais e transversais, considerando as posições (a), (c), (e) 5mm, (b) e (d) 40mm e (f) 50mm com relação a interface metal/molde.

Para analisar a composição química dos intermetálicos, foi realizada caracterização por meio de MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) e EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) das amostras da liga 5052-2,4%Mg nas posições 5mm e 110mm a partir da base refrigerada, conforme mostram as Figura 5.10 e Figura 5.11.

Como anteriormente mencionado na Seção 3.2, o manganês possui baixo coeficiente de difusão no Al, e além disso apresenta-se em teores muito baixos (menores que 0,1% em massa) na liga 5052, o que justifica a ausência de fases precipitadas ricas deste elemento, estando em sua totalidade provavelmente em solução sólida.

O magnésio foi encontrado em fase combinada com Si (Figura 5.11 c) sendo provavelmente a fase  $Mg_2Si$  formada ao longo da solidificação, ou ainda  $Al_8Mg_5$  precipitado a partir da solução sólida do alumínio durante o resfriamento após a solidificação [25]. Uma vez que o teor de silício quantificado nas análises de composição química das três ligas foi aproximadamente 0,1% em massa, é esperado que a maior parte do Mg permaneça em solução sólida.

Além do silício, outro elemento de liga encontrado na forma de impurezas é o ferro. A solubilidade do Fe em alumínio líquido é muito baixa (0,052% em massa, 0,025% atômica) [6] e, portanto, todo teor que excede este valor será evidenciado na forma de fases intermetálicas. As Figura 5.10 b, c e d, e Figura 5.11b mostram fases ricas em Fe, sendo provavelmente  $Al_3Fe$  com morfologia acicular nos contornos de grão. Podemos inferir ainda presença de fases do sistema Al-Fe-Si, como  $\alpha-AlFeSi$  (ou  $Al_8Fe_2Si$ ),  $\beta-AlFeSi$  (ou  $Al_5FeSi$ ), tipicamente encontrada das ligas comerciais de alumínio, muitas vezes na morfologia de escrita chinesa.

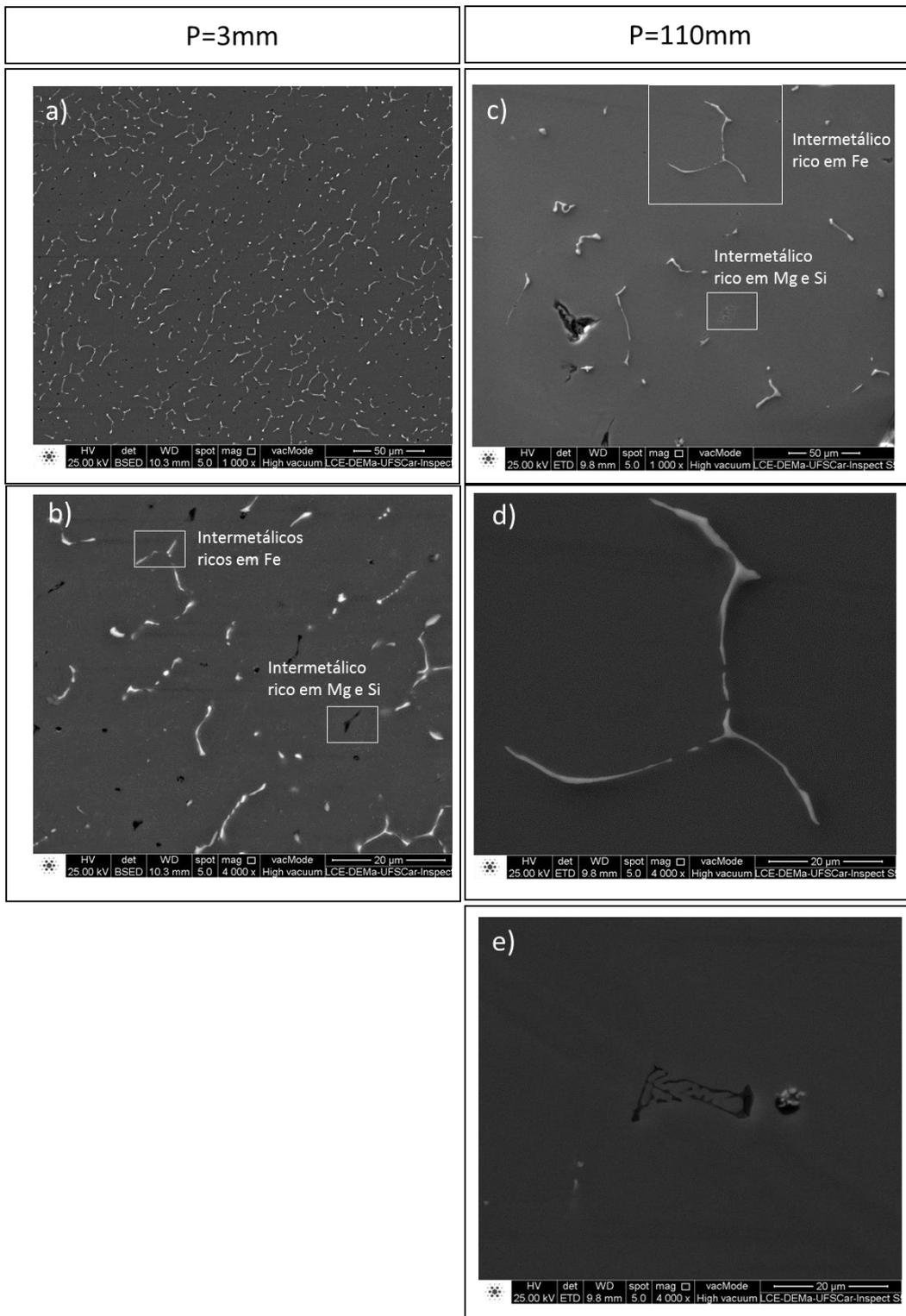


Figura 5.10 - Caracterização microestrutural em MEV da liga 5052-2,4%Mg solidificada direcionalmente, nas posições a) e b) P=5mm e c), d) e e) P=110mm a partir da base refrigerada do lingote.

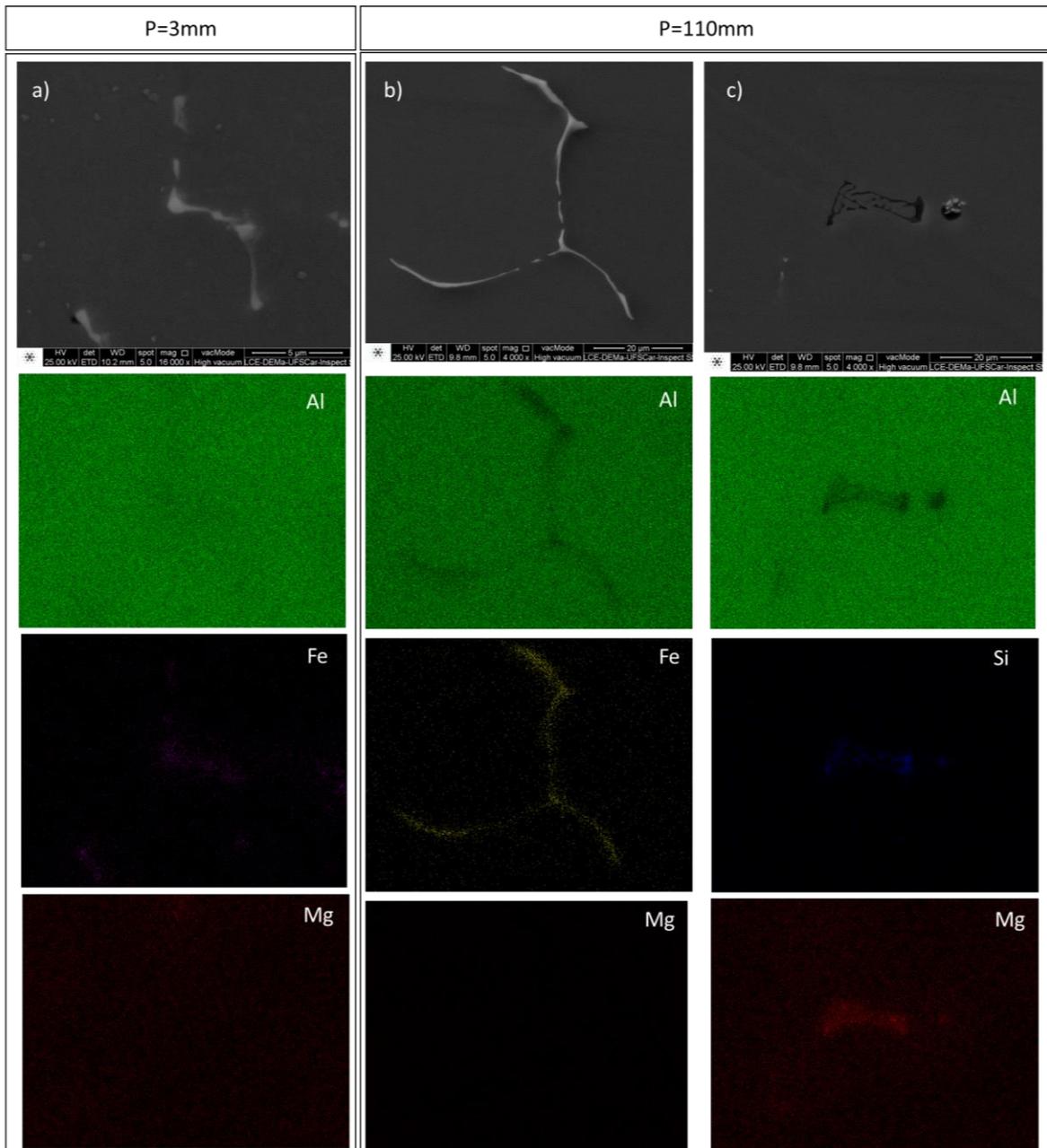


Figura 5.11 - Caracterização microestrutural da liga 5052-2,4%Mg solidificada direcionalmente, por meio de MEV e EDS, nas posições a) 3mm e b) 110mm, com mapeamento dos elementos químicos Al, Fe, Si e Mg.

As microestruturas com luz polarizada em cortes transversais (c, d) e longitudinais (e, f) das Figura 5.7, Figura 5.8 e Figura 5.9 permitiram também as medições dos espaçamentos dendríticos primários e secundários, respectivamente. A análise qualitativa das imagens permite observar um

comportamento esperado de aumento de tamanho de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  em posições mais distantes da base, correspondendo a taxas de resfriamento inferiores.

Foi realizada com auxílio do software ImageJ a análise quantitativa dos valores médios de espaçamentos dendríticos primários (cortes transversais) e secundários (cortes longitudinais) das três ligas estudadas. Também foram computados os desvios padrões associados a cada amostragem. Os resultados das evoluções experimentais de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  com respeito a posição do lingote, bem como o equacionamento das relações em questão, estão apresentados na Figura 5.12. Não foi possível quantificar os valores de  $\lambda_1$  da liga 5052-2,6%Mg uma vez que as imagens das formações dendríticas não ficaram visíveis nas microestruturas obtidas. A Figura 5.8 c) e d) mostra a falta de grãos adjacentes para medição de espaçamento dendrítico primário pelo ‘método dos triângulos’ adotado neste trabalho de Mestrado. O contorno de grão evidenciado pela técnica de micrografia em luz polarizada ocorre devido a diferenciação da orientação dos grãos adjacentes. Foi possível inferir algumas causas para este resultado: a) problemas com o ataque químico da amostra como contaminação da solução-reagente, b) grãos nucleados com orientações pouco diferenciadas insuficientes para serem evidenciadas pela luz polarizada.

A liga 5052-2,4%Mg apresentou valores médios de  $\lambda_1$  variando entre 300 $\mu\text{m}$  e 900 $\mu\text{m}$ , e  $\lambda_2$  entre 30 $\mu\text{m}$  a 70 $\mu\text{m}$ . A liga 5052-2,6%Mg apresentou valores médios de  $\lambda_2$  menores, variando entre 9 $\mu\text{m}$  na posição P=5mm, a 25 $\mu\text{m}$  em P=100mm. Já a terceira liga 5052-3,2%Mg\*, analisada até a posição 50mm, apresentou valores médios de  $\lambda_1$  entre 160 $\mu\text{m}$  e 230 $\mu\text{m}$  e médios de  $\lambda_2$  entre 6 $\mu\text{m}$  e 20 $\mu\text{m}$ . A magnitude dos espaçamentos dendríticos das três ligas estão em coerência com as taxas de resfriamentos obtidas para cada experimento realizado. A Tabela 5.2 sintetiza os valores das faixas de espaçamentos microestruturais obtidos para as três ligas estudadas.

Tabela 5.2 – Resumo dos resultados de espaçamentos dendríticos primários e secundário das três ligas analisadas.

Liga	$\lambda_1$	$\lambda_2$
5052-2,4%Mg	300 $\mu\text{m}$ a 900 $\mu\text{m}$	30 $\mu\text{m}$ a 70 $\mu\text{m}$
5052-2,6%Mg	---	9 $\mu\text{m}$ a 25 $\mu\text{m}$
5052-3,2%Mg**	160 $\mu\text{m}$ a 230 $\mu\text{m}$	6 $\mu\text{m}$ a 20 $\mu\text{m}$

\*\* Microestruturas analisadas até P=50mm

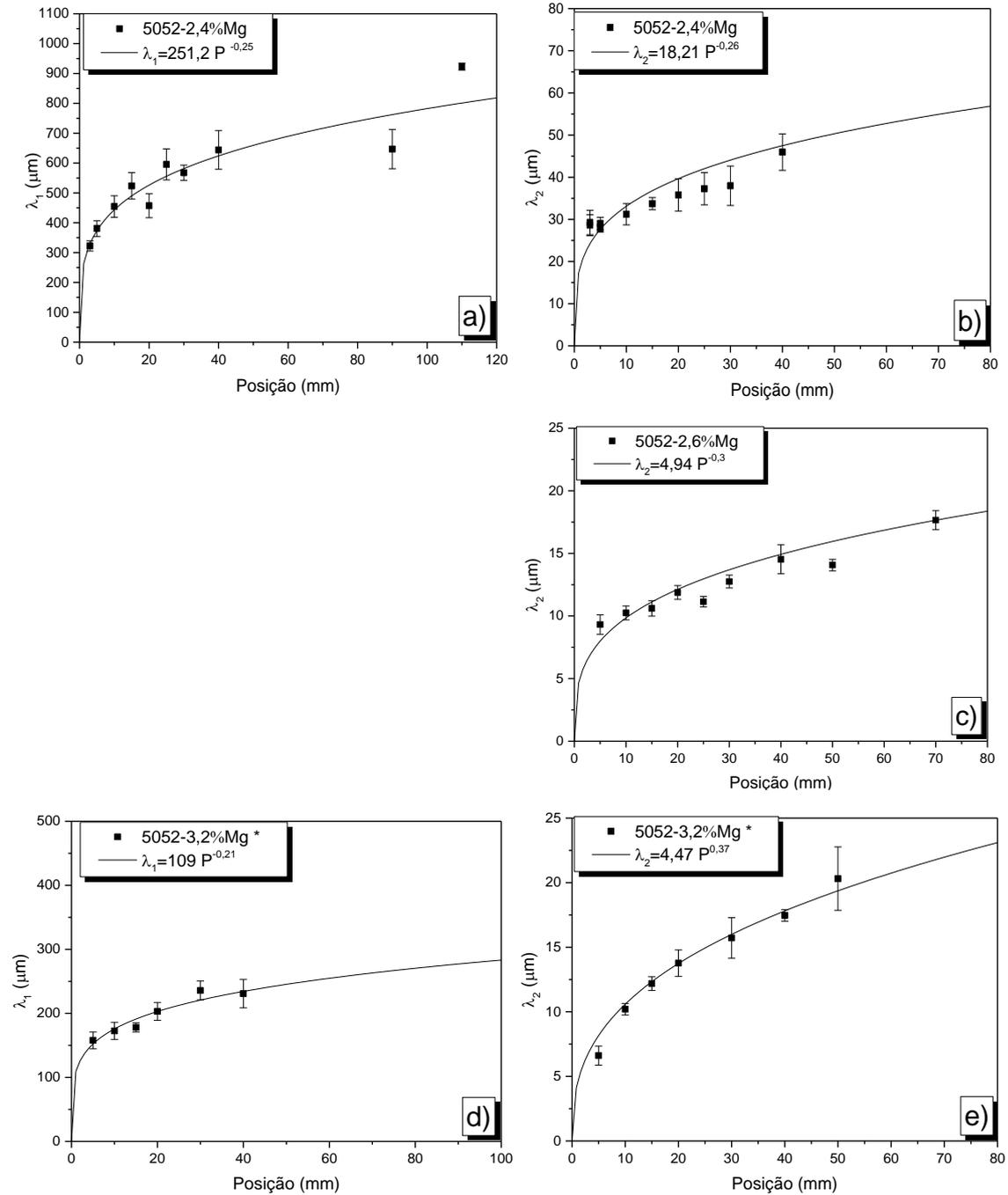


Figura 5.12 – Evolução dos valores de espaçamentos dendríticos primários e secundários ao longo das posições dos lingotes das ligas a) / b) 5052-2,4%Mg, c) 5052-2,6%Mg e d) / e) 5052-3,2%Mg\*.

## 5.4 Leis De Crescimento Dendrítico

Uma vez caracterizadas as microestruturas e levantados os parâmetros térmicos de solidificação, as relações experimentais de evolução dos espaçamentos dendríticos primários com a taxa de resfriamento, e secundários com a velocidade de avanço da isoterma *liquidus* foram levantadas e estão demonstradas nas Figura 5.13 e Figura 5.14.

As leis experimentais para evolução microestrutural de  $\lambda_1$  foram derivadas resultando em  $\lambda_1 = 640 \dot{T}_L^{-1/4}$  para a liga com 2,4%Mg e  $\lambda_1 = 300 \dot{T}_L^{-1/4}$  para a liga com 3,2%Mg. O expoente experimental -1/4 está de acordo com a expressão proposta por Jackson e Hunt [19] ( $\lambda_1 = \text{constante} \times V_L^{-1/2}$ ) modificada pelo modelo analítico de Garcia e Clyne [33]. O expoente -0,55 que é normalmente aplicado a ligas binárias não se adequa para representar a evolução de  $\lambda_1$  com relação a taxa de resfriamento para esta liga comercial.

Já as leis de crescimento dendrítico secundário resultaram em expressões  $\lambda_2 = 27 V_L^{-1,1}$  para a liga 5052-2,4%Mg,  $\lambda_2 = 15,5 V_L^{-1,1}$  para a liga com 2,6%Mg e  $\lambda_2 = 14,5 V_L^{-1,1}$  para a 5052-3,2%Mg\*, conforme resumido na Tabela 5.3 abaixo.

Tabela 5.3 – Leis de crescimento dendríticos primário e secundário, com relação a taxa de resfriamento e velocidade de avanço da isoterma *liquidus*, respectivamente, das três ligas analisadas

Liga	$\lambda_1$	$\lambda_2$
5052-2,4%Mg	$\lambda_1 = 640 \dot{T}_L^{-1/4}$	$\lambda_2 = 27 V_L^{-1,1}$
5052-2,6%Mg	---	$\lambda_2 = 15 V_L^{-1,1}$
5052-3,2%Mg*	$\lambda_1 = 300 \dot{T}_L^{-1/4}$	$\lambda_2 = 15 V_L^{-1,1}$

Nos dois casos ( $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ ) a adição de Mg proporcionou diminuição do espaçamento microestrutural se considerado um mesmo valor de  $V_L$  ou  $\dot{T}_L$ . No caso das ligas 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg\* os valores de  $\lambda_2$  obtidos foram bastante próximos, sendo adotada uma mesma relação de crescimento, conforme mostrado na Figura 5.14.

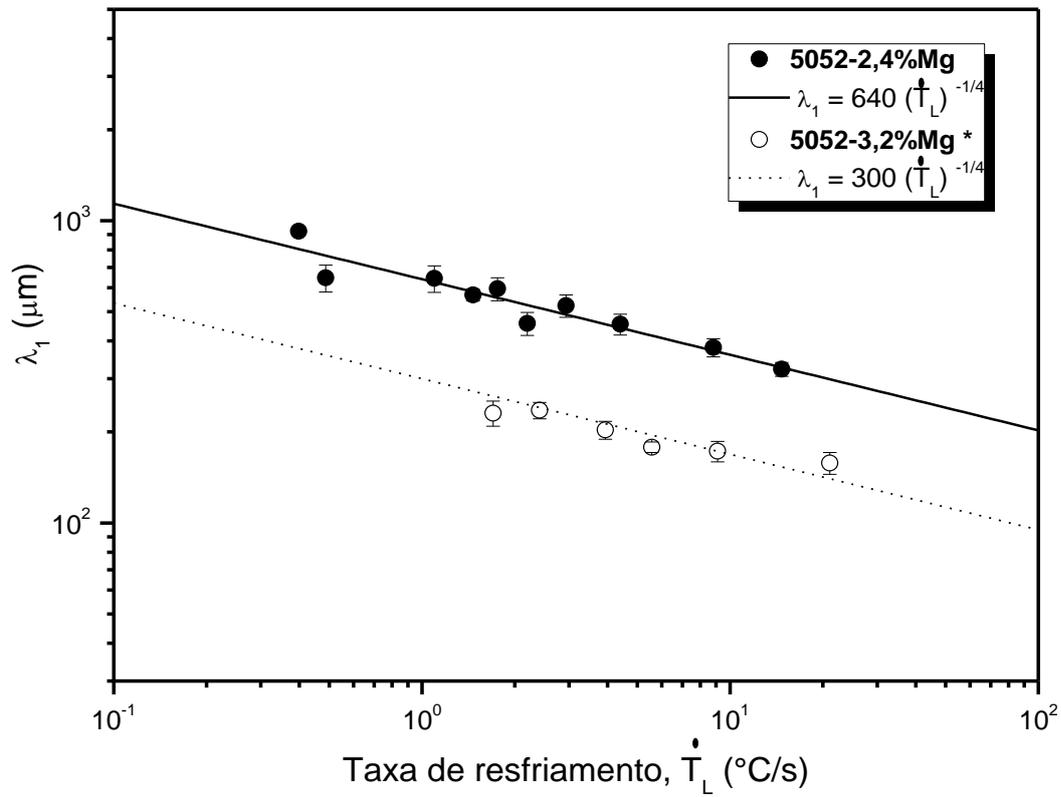


Figura 5.13 - Espaçamento dendrítico primário em função da taxa de resfriamento ( $\lambda_1 \times \dot{T}_L$ ) estabelecendo relações de crescimento para as ligas 5052-2,4%Mg e 5052-3,2%Mg\* solidificadas direcionalmente.

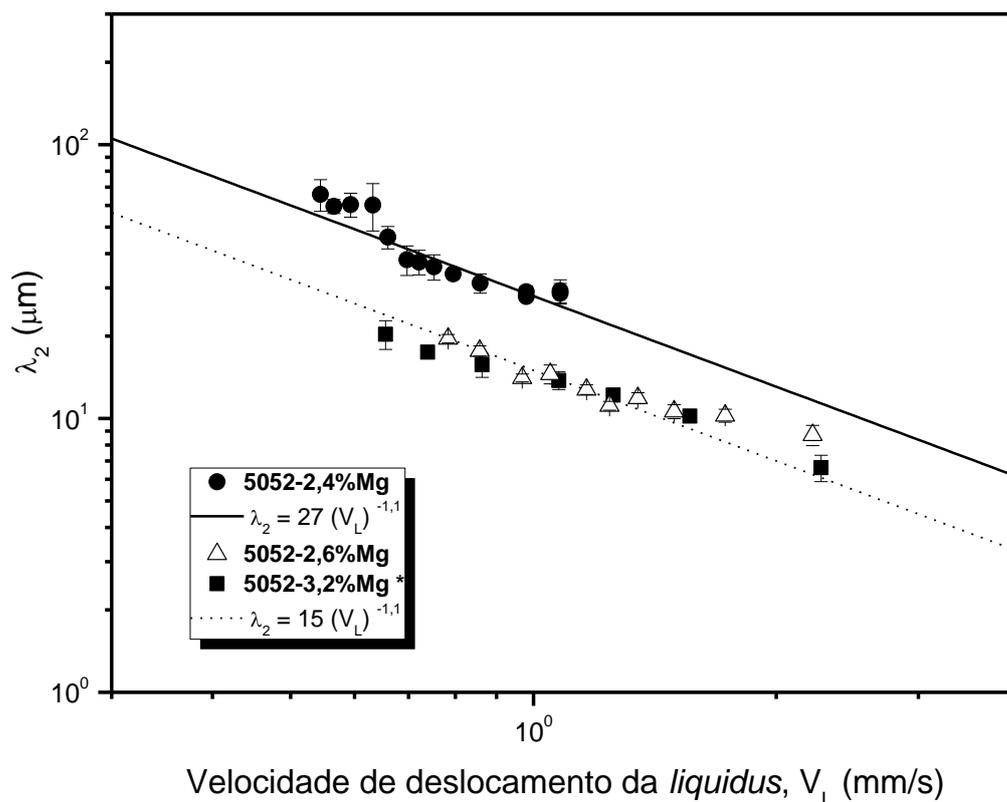


Figura 5.14 - Espaçamento dendrítico secundário em função da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $\lambda_2 \times V_L$ ) estabelecendo relações de crescimento para as ligas 5052-2,4%Mg, 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg\* solidificadas direcionalmente.

## 5.5 Perfis De Dureza Brinell

A resistência mecânica das ligas 5052 foi analisada através de ensaios de dureza Brinell, cujos valores foram obtidos em indentações em diferentes posições dos lingotes como mostra a Figura 5.15. Para as três ligas estudadas, as durezas foram associadas com os valores de espaçamento dendrítico secundário, resultado mostrado na Figura 5.16.

Quanto mais próximo da interface metal/molde, maiores são os valores de dureza, portanto, quanto menor os espaçamentos dendríticos secundários, mais elevados os valores de dureza encontrados. Isto está associado a uma melhor distribuição das fases formadas nas regiões interdendríticas para menores valores de  $\lambda_2$ . A presença de intermetálicos, sua distribuição e tamanho na estrutura, bem como a composição da matriz em termos de concentração de

elementos em solução sólida são fatores determinantes nos valores de dureza observados.

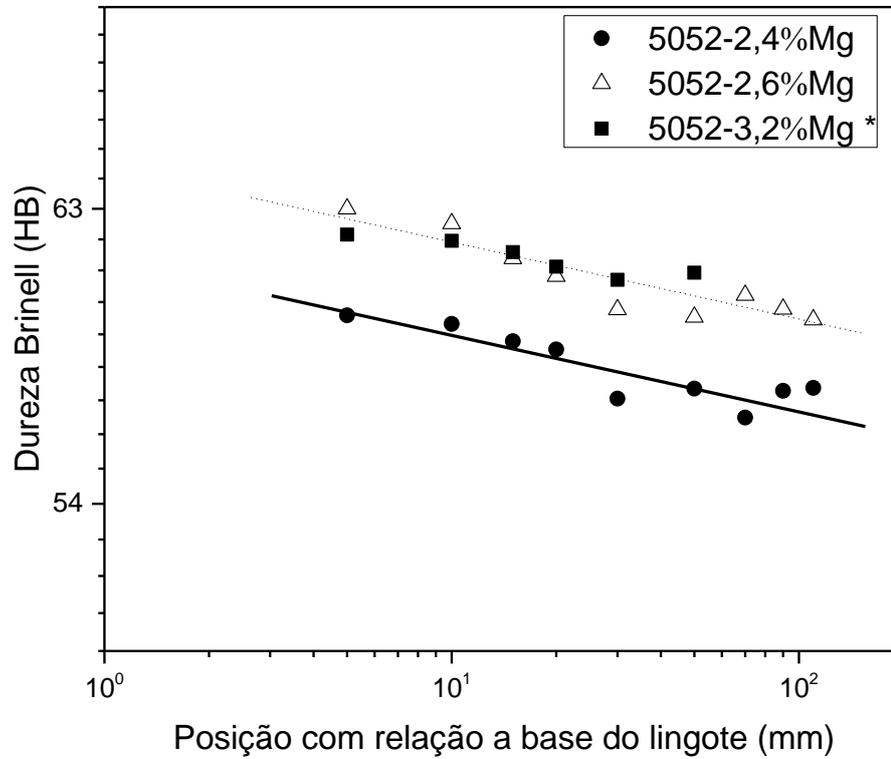


Figura 5.15 - Evolução da dureza Brinell ao longo do comprimento dos lingotes da liga 5052-2,4%Mg, 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg\* solidificadas direcionalmente.

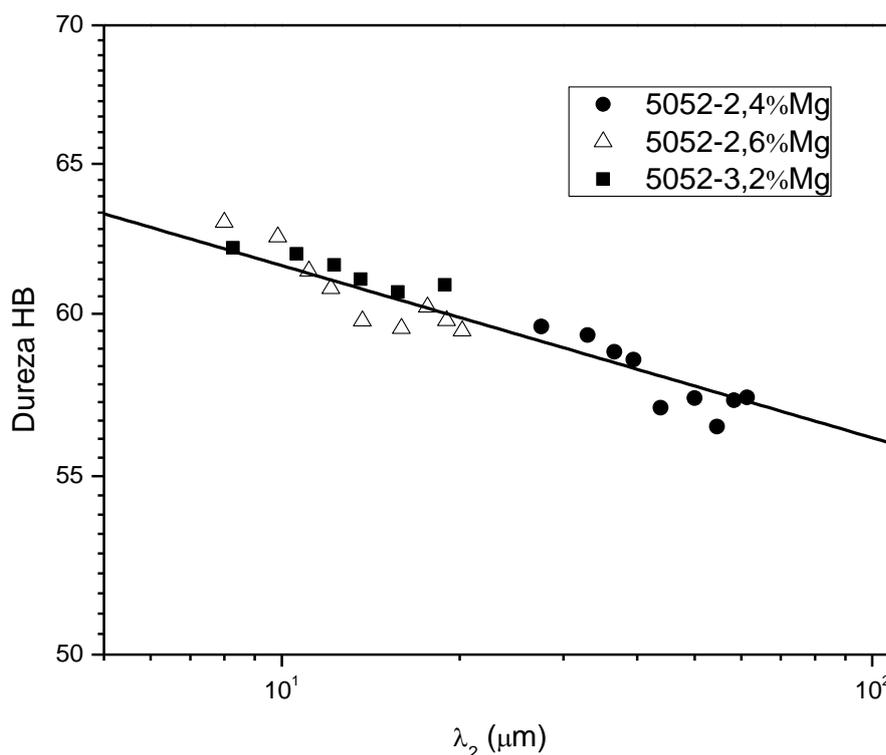


Figura 5.16 - Evolução da dureza *versus*  $\lambda_2$  ao longo do comprimento dos lingotes das ligas 5052-2,4%Mg, 5052-2,6%Mg e 5052-3,2%Mg\* solidificadas direcionalmente.

As posições mais próximas da interface metal/molde, em consequência das maiores taxas de resfriamento, apresentaram menores valores de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$ , e como consequência melhor distribuição das fases de reforço mecânico. Nas posições onde as taxas de resfriamento foram menores os espaços entre os braços dendríticos são maiores e mais espaçados. Uma mesma área indentada neste último caso possui uma proporção muito menor de fases intermetálicas do que em posições submetidas a altas taxas de resfriamento. Isto porque estas fases intermetálicas são mais grosseiras. Dessa forma, quanto mais próximo da base do lingote, maior é o efeito do tamanho dos intermetálicos na dureza de material. Quanto mais distante da base do lingote, menor é este efeito, tornando a dureza da matriz o fator determinante para medição de tal propriedade.

A liga contendo 2,4% de Mg apresenta menores valores de dureza em relação as diferentes posições monitoradas no lingote e quando comparada com as demais ligas. Isto justifica-se pelos maiores valores de  $\lambda_2$  caracterizando esta liga. Já quando plotados os valores de dureza (HB) *versus*  $\lambda_2$  uma única relação

experimental predomina. O  $\lambda_2$  mostra-se como fator predominante no controle da dureza para as ligas 5052 examinadas.

Conforme observado nas análises de MEV e EDS, os intermetálicos das ligas estudadas são compostos ricos em Fe e Mg. O magnésio é bastante solúvel no alumínio e é o principal elemento de liga endurecedor pelo mecanismo de solução sólida. No entanto, este efeito é reduzido quanto maior for a formação de intermetálicos de  $Mg_2Si$ . Kondoh et al [34], reportam dureza vickers na ordem de 600 - 700HV para esta fase intermetálica. Assim parece que no caso do presente trabalho, o Mg é consumido parcialmente na formação do  $Mg_2Si$ , ficando a matriz rica em Al com menor presença deste elemento em solução sólida.

O ferro (Fe) por sua vez, como já mencionado, devido a sua baixa solubilidade no Al, se encontrará combinado com alumínio e silício para formar fases intermetálicas secundárias. Mondolfo [35] reportou dureza para as fases intermetálicas do sistema Al-Fe na ordem de 800 a 1000HV. Com relação ao sistema Al-Fe-Si, podem ser encontradas duas fases ternárias  $\beta-Al_5FeSi$  e  $\alpha-Al_3Fe_2Si$ , sendo esta última apresentando-se com morfologias do tipo escrita chinesa ou dendrítica. Em velocidades de solidificação abaixo de 0,5 mm/s,  $Al_3Fe$  é o constituinte dominante. Para velocidades de resfriamento mais altas, o constituinte de fase dominante é o  $Al_6Fe$ . A presença de Si aumenta a estabilidade do  $Al_3Fe$  em relação ao aumento da velocidade de solidificação. A adição de Mg aumenta ainda mais a estabilidade do  $Al_3Fe$  [36].

Menores valores de  $\lambda_2$  significam também menores tamanhos dos intermetálicos ricos em Fe, o que pode incrementar os valores de dureza devido a dureza inerente deste intermetálico. No caso de engrossamento de  $\lambda_2$ , efeito reverso será observado.

A quantificação da fração em massa dos intermetálicos citados não foi realizada neste trabalho, no entanto foi possível utilizar o Software Thermo-Calc para simulação das transformações e consolidação das frações e das naturezas das fases solidificadas, como mostrado pela Figura 5.17.

Na Figura 5.17a) é apresentado um diagrama do sistema Al-Mg com valores fixados de 0,3% em massa de Fe e 0,1% de Si, observando o equilíbrio

das fases com relação a temperatura e a variação em porcentagem de Mg. Para toda gama analisada, temos a formação do líquido, nucleação da primeira fase sólida de Al- $\alpha$ , seguida de uma fase rica de Fe ( $\text{Al}_3\text{Fe}$ ) e depois estabilização da fase  $\text{Mg}_2\text{Si}$  em temperaturas próximas a  $530^\circ\text{C}$ , com mais de 90% de fração solidificada. Através dos caminhos de solidificação previstos pela equação de Scheil mostrados nas Figura 5.17 b), c) e d), é possível observar uma fração ligeiramente maior das fases ricas em Fe e Mg para a liga com 3,2%Mg (8,7% contra 7,0% e 6,4%). Dessa forma, esta maior fração torna-se mais um ponto de justificativa dos maiores valores de dureza encontrados para a liga com maior teor de Mg. As fases previstas pelo cálculo termodinâmico via software ThermoCalc basicamente confirmam aquelas observadas por meio de MEV-EDS, anteriormente discutidas nas Figura 5.10 e Figura 5.11.

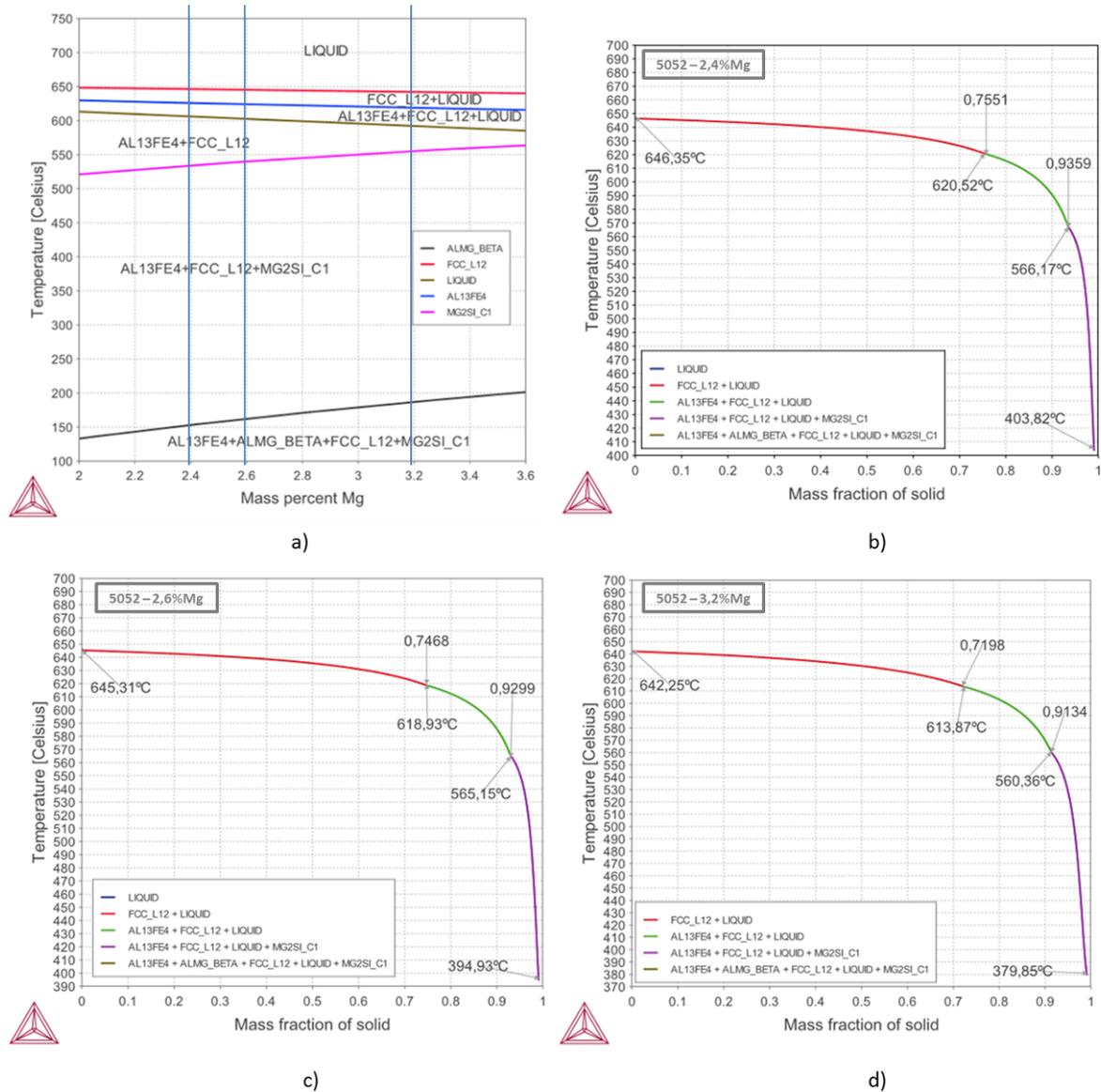


Figura 5.17 – Resultados das simulações em Thermocalc mostrando a) diagrama pseudo-binário das composições de interesse, com respectivos gráficos de microsegregação segundo modelo de Scheil das composições com b) 2,4%Mg, c) 2,6%Mg e d) 3,2%Mg.

## 6 CONCLUSÕES

Os experimentos de solidificação unidirecional em regime transiente da liga 5052 foram realizados neste trabalho com objetivo principal de compreender os efeitos da variação de Mg na evolução de parâmetros térmicos (taxa de resfriamento e velocidade de solidificação), microestruturais (espaçamento dendrítico primário -  $\lambda_1$  e secundário -  $\lambda_2$ ), e variação de dureza Brinell. Com base nos resultados obtido para as ligas 5052 com 2,4%, 2,6% e 3,2% de Mg, podemos inferir as seguintes conclusões:

- Não foram observadas tendências conclusivas de aumento ou diminuição da taxa de resfriamento ou velocidade de avanço de solidificação com relação a variação de teor de Mg na liga. Há uma dependência muito maior com relação a outras variáveis ao longo do procedimento experimental.
- As leis de crescimento dendrítico primário com relação a taxa de resfriamento obtidas para as ligas com 2,4%Mg e 3,2%Mg foram respectivamente  $\lambda_1 = 640 \dot{T}_L^{-1/4}$  e  $\lambda_1 = 300 \dot{T}_L^{-1/4}$ , cujo expoente experimental -1/4 está de acordo com a expressão proposta por Jackson e Hunt modificada pelo modelo analítico de Garcia e Clyne. O expoente -0,55 que é normalmente aplicado a ligas binárias não se adequa para representar a variação de  $\lambda_1$  com relação a taxa de resfriamento para esta liga comercial.
- As leis de crescimento dendrítico secundárias com relação a velocidade de solidificação resultaram nas expressões  $\lambda_2 = 27 V_L^{-1,1}$  para a liga 5052-2,4%Mg e  $\lambda_2 = 15 V_L^{-1,1}$  para as ligas com 2,6%Mg e para a liga 5052-3,2%Mg\*.
- A adição de Mg proporcionou diminuição no espaçamento microestrutural se considerado os mesmos valores de taxa de resfriamento (para  $\lambda_1$ ) ou velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (para  $\lambda_2$ ).
- A evolução da dureza está diretamente relacionada ao tamanho e distribuição de intermetálicos, mostrando  $\lambda_2$  como fator predominante no

controle de dureza para as ligas testadas. Quanto menor o valor de  $\lambda_2$ , maiores os valores de dureza.

- As principais fases intermetálicas encontradas são ricas em Fe, Mg e Si, confirmadas através de análise MEV/EDS, compondo fases de  $Mg_2Si$ ,  $Al_3Fe$ ,  $\alpha-AlFeSi$  e  $\beta-AlFeSi$ . A quantificação das fases foi prevista através de simulação com software Thermo-Calc, cujos caminhos de solidificação mostraram uma fração ligeiramente maior das fases ricas em Fe e Mg para a liga com maiores teores de Mg, tornando este fato, mais um ponto de justificativa dos maiores valores de dureza.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Ampliar ainda mais a faixa de composição química de magnésio testada para evidenciar os efeitos da adição deste elemento de liga nas variáveis analisadas (térmicas, microestruturais e propriedades mecânicas);
- Determinar as propriedades mecânicas das ligas Al-5052 através de ensaios de tração;
- Determinar a influência da adição do Mg nas ligas de alumínio com relação a molhabilidade sobre um substrato de aço;
- Realizar trabalhos similares com outras ligas comerciais série 2xxx, 3xxx, 6xxx e 7xxx, sejam elas para conformação ou fundição.



## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] NOVELIS. <http://novelis.com/markets-we-serve/pae/>. Acesso em: Junho 2017.
- [2] BAREKAR, N. S.; DHINDAW, B. K. Twin-Roll Casting of Aluminum Alloys - An Overview. **Materials and Manufacturing Process**, v. 29, p. 651-661, 2014.
- [3] ANYALEBECHI, P. N. Technical Issues Impending the Proliferation of Continuous Casting Processes in the Aluminum Industry. **TSM (The Minerals, Metals & Society)**, 2004.
- [4] LEROY, C.; GREEN, A. <http://dev.aluminium.matter.org.uk/content/html/eng/>. **aluMATTER**, 2001. Acesso em: jul. 2016.
- [5] ABNT. **ABNT NBR ISO 209: 2010** Alumínio e suas ligas- Composição Química. [S.l.]: [s.n.], 2010.
- [6] HATCH, J. E.; MACKENSIE, D. S. **Handobook of Aluminum: Physical Metallurgy and Properties**. New York: Marcel Dekker, v. 1, 2003.
- [7] GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. 2. ed. Campinas: Unicamp, 2007.
- [8] JUNGA, H. E. A. Columnar to Equiaxed transition during directional solidification.. **Journal os Alloys and Compounds**.
- [9] BATUR, C. E. A. Control of a crystal growth in Bridgman furnace. **Journal of Alloys and Compounds**, 1995.
- [10] SILVA, A. P. E. A. Microstructural development during transient directional solidification. **Materials and Design**, v. 31, p. 4584-4591, 2010.
- [11] SILVA, L. B.; GARCIA, A.; SPINELLI, J. E. The effects os microstructure and intermetallic phases os directionally solidified Al-Fe alloys os microhardness. **Materials Letter**, v. 89, p. 291-295, 2012.
- [12] HUNT, J. D.; LU, S. Z. Numerical modeling of cellular array growth: spacing and structure predictions. **Mettalurgical and Materials Transaction A**, v. 27, p. 611-623, 1996.

- [13] BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J. S. Prediction of dendrite arm spacing in unsteady and steady-state heat flow of unidirectionally binary alloys. **Metallurgical and Materials Transaction B**, v. 28B, p. 651-633, 1997.
- [14] HUNT, J. D. Keynote address: Cellular and primary dendrite spacing. **Proceeding fo International Conference on Solidification and Casting of Metals**, London, p. 3-8, 1979.
- [15] LAPIN, J. E. A. Directional Solidification of Ni-Al-Cr-Fe alloy. **Scripta Materialia**, v. 37, n. 1, p. 85-91, 1997.
- [16] GUDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. Directional Solidification of Aluminium-Copper Alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 327, n. 2, p. 167-185, 2002.
- [17] QUARESMA, J. M. V.; SANTOS, C. A.; GARCIA, A. A Correlation Between Unsteady-State Solidification Condition, Dendrite Spacing and Mechanical Properties of Al-Cu Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 31A, p. 3167-3178, 2000.
- [18] BRITO, C. C. Parâmetros Térmicos e Microestruturais na Solidificação Transitória de Ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e Correlação com Resistência Mecânica e à Corrosão. **Tese de Doutorado (UNICAMP)**, Campinas, 2016.
- [19] JACKSON, K. A.; HUNT, J. D. Lamellar and Rod Eutetic Growth. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v. 236, p. 1129-1142, 1966.
- [20] REYES, R. V. et al. 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.
- [21] BISMARCK, L. S. et al. Microstructural development and mechanical properties of a near-eutectic directionally solidified Sn-Bi solder alloy. **Materials Characterization**, v. 107, p. 43-53, 2015.
- [22] 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--735, 1951.

- [23] PETCH, N. J. The Cleavage Strength of Polycrystals. **Journal of the Iron and Steel Institute**, v. 174, p. 25-28, 1953.
- [24] PADILHA, A. F.; SICILIANO, J. F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de grão e Textura**. [S.l.]: ABM, 2005.
- [25] DIMITRY, G. E. Physical Metallurgy of Direct Chill Casting of Aluminum Alloys, 2008.
- [26] BELOV, N. A.; ESKIN, D. G.; AKSENOV, A. A. Multicomponent Phase Diagrams: Application for Commercial Aluminum Alloys. **Elsevier**, Amsterdam, 2005.
- [27] MOSHWAN, E. A. Effect of tool rotational speed on force generation, microstructure and mechanical properties of friction stir welded Al-Mg-Cr-Mn (AA 5052-O) alloy. **Materials and Design**, v. 65, p. 118-128, 2015.
- [28] SOUZA, X. D. A. Análise do efeito do superaquecimento na Solidificação Unidirecional da liga AA5052. **Dissertação de mestrado (UNICAMP)**, Campinas, 2006.
- [29] J, I. <http://imagej.net/Welcome>, 2016. Acesso em: out. 2015.
- [30] ASTM. **E10 – 15a - Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials**. [S.l.]: [s.n.], 2015.
- [31] SALGADO, O.; RAPPAZ, M. A. Twinned dendrite growth in binary aluminum alloys. **Acta Materialia**, v. 56, p. 5708-5718, 2008.
- [32] RODRIGUES, J. R. P. **Efeito da Composição nos Parâmetros Térmicos e Estruturais de Ligas Al-Mg Solidificadas Unidirecionalmente**. Tese de doutorado (UNICAMP). Campinas. 2007.
- [33] CLYNE, T. W.; GARCIA, A. The application of a new solidification heat flow model to splat cooling. **Journal of Materials Science**, v. 16, p. 1643-1653, 1981.
- [34] KONDOH, et al. In-situ Synthesis of Mg<sub>2</sub>Si Intermetallics via Powder Metallurgy Process. **Materials Transactions**, v. 44, n. 5, p. 981-985, 2003.
- [35] MONDOLFO, L. F. Aluminum Alloys: Structure and Properties. **Butterworths**, London, 1979.

- [36] TODD, I.; JONES, H. The Effect of Cumulative Alloying Additions on Intermetallic Phase Selection in Alloys Based on Al-0,5 wt% Fe. **Materials Science Forum**, v. 201-206, p. 217-222, 1996.