

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

ANÁLISE DA MICROESTRUTURA, PARÂMETROS TÉRMICOS E DE
PROPRIEDADES MECÂNICAS NA SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL DE LIGAS
Al-Mg-Fe.

Leonardo Fernandes Gomes

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

ANÁLISE DA MICROESTRUTURA, PARÂMETROS TÉRMICOS E DE
PROPRIEDADES MECÂNICAS NA SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL DE LIGAS
Al-Mg-Fe.

Leonardo Fernandes Gomes

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

Orientador: Dr. José Eduardo Spinelli

Agência Financiadora: CNPq processo nº 132139/2015-4

São Carlos-SP
2017

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, José Antônio Gomes (In memoriam) e Vera Lúcia, pela confiança depositada em mim! Exemplos de dedicação, honestidade, simplicidade, felicidade e amor. Agradeço por todos os momentos em que estivemos juntos e pelas palavras de conforto que sempre trouxeram segurança e tranquilidade. Nada aconteceria se eu não tivesse o apoio constante de vocês. Ao meu querido avô, Celestino Trugilio Fernandes. À minha namorada, Marcelle Danelon.

VITAE DO CANDIDATO

Bacharel em Engenharia de Fundição pelo Instituto Superior Tupy - IST (2007).

*“O sucesso nasce do querer, da determinação
e persistência em se chegar a um objetivo.
Mesmo não atingindo o alvo, quem busca
e vence obstáculos, no mínimo
fará coisas admiráveis.”*

(José de Alencar)

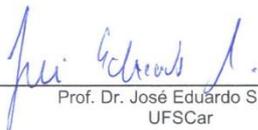


UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

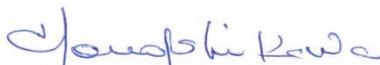
Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Leonardo Fernandes Gomes, realizada em 18/01/2017:



Prof. Dr. José Eduardo Spinelli
UFSCar



Prof. Dr. Tomaz Toshimi Ishikawa
UFSCar



Prof. Dr. Noé Cheung
UNICAMP

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, José Antônio (*in memoriam*) e Vera Lúcia, pelo incentivo durante todo este período. Agradeço todos os dias a Deus por tê-los colocado em minha vida.

À Deus, pela oportunidade, saúde, ajuda e força.

À minha namorada Marcelle Danelon, pois encontrá-la foi o maior presente que Deus poderia ter me dado.

Aos meus avós, Alayde Bertazzi e Celestino Trugilio, Maria Gomes e Antônio Gomes (*in memoriam*). Gostaria que estivessem aqui comigo neste momento importante da minha vida, mas sei que de coração estão protegendo sempre os meus passos!

À minha “sogra” Alzira Arruda, por ter me aceitado como um filho em sua família.

À minha tia Sônia e prima Gabriele, pela alegria de tê-las sempre por perto!

Ao meu orientador, Prof. Dr. José Eduardo Spinelli, pela paciência, compreensão e tempo que dedicou a mim e a este trabalho. Pela confiança depositada e pela amizade, meu muito obrigado.

Ao professor e pesquisador do Grupo de Pesquisas em Solidificação da UNICAMP (GPS), Prof. Amauri Garcia, pela parceria, idéias e incentivo.

Ao técnico Edson Roberto pelo auxílio nas fusões das ligas, ao técnico Leomar Scarpa pela ajuda nos procedimentos de corte e usinagens dos metais e ao técnico José Luiz pelo apoio nos ensaios de tração.

A todos funcionários do Laboratório de Caracterização Estrutural - LCE, Ana, Fernando, Vítor, Diego e Eduardo, pelos ensinamentos e apoio dado para a elaboração deste trabalho.

A todos que compõem a secretaria do PPG-CEM/DEMa/UFSCar, Geraldo Biason, Itame de Paula e Marcelo Cesar pela assistência oferecida.

Aos companheiros do Laboratório de Solidificação - Grupo Microestrutura e Propriedades em Processos de Solidificação (M2PS) e colegas de pós-graduação, Bismarck Luiz, Rodrigo Reyes, Marcella Gautê, David Gonzalez, João Dessi, Marcos Fernandes, César Escobar, Rodrigo Silva, Giordanno

Rocco, Fernando, Cinthia Toshimi, Diego Santana, Thiago Spinola, Vítor Covre, José Paganelli, Felipe Gaudêncio, pelas conversas, trocas de experiências e conhecimento.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq pelo suporte financeiro fornecido durante todo este período de Mestrado (132139/2015-4) e também a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP (Processos 2015/11863-5 e 2013/08259-3).

RESUMO

Ligas de Al-Mg-Fe são apontadas como favoráveis em relação aos custos e capazes de atender todas as propriedades necessárias para o bom funcionamento de componentes utilizados na fabricação de navios. Entretanto, a literatura especializada ainda carece de um maior entendimento no que se referem às inter-relações experimentais dos parâmetros térmicos de solidificação, microestrutura e resistência mecânica dessas ligas. No presente trabalho de pesquisa, as dependências das propriedades mecânicas na escala de comprimento da morfologia dendrítica das ligas ternárias Al-1,2%Mg-1,5%Fe e Al-7,0%Mg-1,5%Fe foram examinadas. As condições transitórias de fluxo de calor durante a solidificação foram alcançadas pelo uso de um sistema de solidificação direcional, permitindo assim ser realizada uma caracterização abrangente das microestruturas dendríticas. Foram realizados cálculos termodinâmicos (Thermo-Calc), Difração de Raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) para dar suporte à extensa avaliação microestrutural realizada com ambas as ligas ternárias Al-Mg-Fe. Relações de crescimento experimentais de espaçamentos dendríticos primários λ_1 e secundários λ_2 , com a taxa de resfriamento (\dot{T}_L) e propriedades mecânicas de tração com λ_2 , são propostas. Para ambas ligas examinadas, as fórmulas do tipo Hall-Petch mostram que a resistência à tração aumenta com a diminuição do λ_2 . O equilíbrio mais favorável da resistência-ductilidade é exibido pela amostra da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe caracterizada por uma microestrutura muito refinada. Isto deve-se a uma distribuição mais homogênea das partículas intermetálicas em conexão com a formação de solução sólida que atua como reforço proporcionado pelo Mg. Foram também obtidas inter-relações funcionais experimentais das propriedades mecânicas de tração com a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) e a taxa de resfriamento (\dot{T}_L) para as ligas ternárias Al-Mg-Fe.

Palavras-chave: Ligas à base de Al-Mg; Solidificação; Microestrutura; Propriedades mecânicas.

**MICROSTRUCTURE ANALYSIS, THERMAL PARAMETERS AND
MECHANICAL PROPERTIES IN UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION OF
AL-MG-FE ALLOYS.**

ABSTRACT

Al-Mg-Fe alloys are appointed as favorable ones in respect of the costs involved and all the required properties for successful vessel service. However, experimental inter-relations of solidification thermal parameters, microstructure and mechanical resistance are still undetermined. In the present research work, the dependences of tensile properties on the length scale of the dendritic morphology of ternary Al-1.2wt.%Mg-1.5wt.%Fe and Al-7.0wt.%Mg-1.5wt.%Fe alloys are examined. Transient heat flow conditions during solidification have been achieved by the use of a directional solidification system, thus permitting a comprehensive characterization of the dendritic microstructures to be performed. Thermo-Calc computations, X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) analyses were carried out to give support to the extensive microstructural evaluation performed with both ternary Al-Mg-Fe alloys. Experimental growth relations of primary, λ_1 and secondary, λ_2 dendrite arm spacings with cooling rate (\dot{T}_L) and of tensile properties with λ_2 are proposed. For both alloys examined, Hall-Petch type formulae show that the tensile strength increase with the decrease in λ_2 . The soundest strength-ductility balance is exhibited by the Al-7.0wt%Mg-1.5wt%Fe alloy specimen with very refined microstructure. This is shown to be due to a more homogeneous distribution of intermetallic particles in connection with solid solution strengthening propitiated by Mg. Functional experimental inter-relations of tensile properties with growth (V_L) and cooling rates (\dot{T}_L) for both ternary Al-Mg-Fe alloys have also been derived.

Keywords: Al-Mg based alloys; Solidification; Microstructure; Tensile properties.

PUBLICAÇÕES

- GOMES, L.F.; SILVA, B.L.; SPINELLI, J.E. Dendritic growth, solidification thermal parameters and Mg content affecting tensile properties of Al-Mg-1.5wt.%Fe alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.48A, p. 1841-1855, 2017.
- SILVA, B.L.; DESSI, J.G.; GOMES, L.F.; PERES, M.M.; CANTE, M.V.; SPINELLI, J.E. Assessing microstructures and mechanical resistance of as-atomized and as-extruded samples of Al-1wt%Fe-1wt%Ni alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 691, p. 952-960, 2017.
- GOMES, L.F.; SILVA, B.L.; SPINELLI, J.E. Microstructure, thermal parameters and mechanical properties of ternary Al-7.0wt.%Mg-1.5wt.%Fe alloy. **22° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**. (Aguardando publicação nos Anais do congresso). 2016.
- GANDOLFI, M.R.; GOMES, L.F.; SILVA, B.L.; SPINELLI, J.E. Microstructure and thermal parameters during directional solidification of a ternary Al-Fe-Mg alloy. **23rd ABCM International Congress of Mechanical Engineering** (Cd-Rom), v. 00, p. 1-8, 2015.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

	Pág.
FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO	v
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
PRINCIPAIS SÍMBOLOS E ABREVIATURAS	xix
1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA	1
2. OBJETIVOS.....	11
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	13
3.1 Microestruturas De Solidificação vs. Variáveis Térmicas.....	13
3.2 Ligas Al-Mg: Características E Propriedades	21
3.3 Ligas Al-Fe: Características E Propriedades	28
4 MATERIAIS E MÉTODOS	33
4.1 Equipamentos E Materiais Utilizados.....	35
4.2 Dispositivo De Solidificação Vertical Ascendente	36
4.3 Determinação Das Variáveis Térmicas De Solidificação	39
4.3.1 Tempos De Passagem Da Isotherma <i>Liquidus</i> (t_L)	39
4.3.2 Velocidade De Deslocamento Da Isotherma <i>Liquidus</i> (V_L).....	40
4.3.3 Taxas De Resfriamento (\dot{T}_L)	40
4.3.4 Gradiente De Temperatura (G_L).....	40
4.4 Procedimento Experimentais Para Caracterização Das Estruturas de Solidificação.....	42
4.4.1 Análise Macrográfica	42
4.4.2 Análise Micrográfica - Determinação Dos Espaçamentos Dendríticos .	43
4.5 Ensaio De Tração	45
4.6 Caracterização Microestrutural	47
4.6.1 Difração De Raios-X	47
4.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura	48

5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	51
5.1	Aspectos Da Macroestrutura E Microestrutura.....	51
5.2	Evolução Das Variáveis Térmicas De Solidificação E Efeitos No Crescimento Dendrítico	58
5.3	Propriedades Mecânicas vs. Microestrutura	70
6	CONCLUSÕES	81
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	83
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	85

ÍNDICE DE TABELAS

	Pág.
Tabela 3.1 - Propriedades mecânicas de ligas comerciais Al-Mg (adaptado de [10]).....	26
Tabela 4.2 - Composição química dos metais utilizados para a preparação das ligas obtida pelo equipamento SPECTROLAB F por espectrometria por emissão óptica	36
Tabela 5.3 - Propriedades termofísicas das ligas ternárias Al-Mg-Fe [12,78,82]	67

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 - Diagrama de equilíbrio Al-Mg, Software ThermoCalc®.	2
Figura 2 - Diagramas de equilíbrio de fases para ligas do sistema ternário Al-Fe-Mg: (a) pseudo binário Al-Fe-Mg (%Fe fixo em 1,5% em massa, Thermocalc) (b) temperaturas <i>liquidus</i> para ligas ricas em Al; e (c) distribuição das fases a 725 K (452 °C). Linhas tracejadas em (c) mostram a solubilidade do Mg a 700 K (427 °C) e 650 K (377 °C) [10].	4
Figura 3 - Diagrama parcial de equilíbrio do sistema Al-Fe [12].....	5
Figura 4 - Ligações cruzadas entre fibras obtidas na amostra Al-0,5%Fe [12]. .	6
Figura 5 - Microestruturas típicas reveladas para as ligas (a) Al-3%Mg e (b) Al-6,5%Mg solidificadas em condições transientes de extração de calor. Microestruturas do lado esquerdo - corte transversal; lado direito - corte longitudinal. P é a posição à partir da base refrigerada do lingote [9].....	8
Figura 6 - Encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal (adaptado de [13]).....	14
Figura 7 - (a) Representação esquemática teórica de uma microestrutura de solidificação (adptado de [13]) e (b) Micrografia de uma liga Al-7%Si indicando o contorno separando dois grãos dendríticos e uma leve desorientação entre eles. A escala no canto inferior direito é 400 µm em comprimento [21].....	15
Figura 8 - Curva de fluidez espiral de ligas binárias Al-Mg (adaptado de [54]).	23
Figura 9 - a) Fração da fase Al ₈ Mg ₅ em função do %Mg da liga; b) influência da taxa de resfriamento e do teor de Mg na formação do eutético α-Al + Al ₈ Mg ₅ (adaptado de [55]).....	24
Figura 10 - Efeito do magnésio no limite de escoamento e alongamento de ligas de alumínio da série 5xxx (adaptado de [50]).	25
Figura 11 - Microestrutura bruta de fusão obtida para a liga Al-7%Mg-0,1%Fe-0,1%Si considerando taxa de resfriamento de 1,0K/s [55].....	27
Figura 12 - Efeito da reduzida presença de impurezas de ferro+silício no limite de resistência à tração e no limite de escoamento do alumínio (adaptado de [50]).	29

Figura 13 - Microestruturas MEV de amostras parcialmente dissolvidas das ligas hipoeutéticas Al-1,5%Fe obtidas para condições (a) estacionária - placas Al_3Fe e (b) transitória de solidificação - fibras Al_6Fe [66].	32
Figura 14 - Fluxograma do procedimento experimental para desenvolvimento do trabalho com ligas Al-Mg-Fe.	35
Figura 15 - Esquema do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente: 1. Aquisição via computador; 2. Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida; 5. Termopares tipo K; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Câmara de refrigeração; 8. Rotâmetro; 9. Controle de potência do forno, 10. Metal líquido.	37
Figura 16 - Sistema experimental usado no experimento de solidificação unidirecional vertical ascendente.	38
Figura 17 - Lingoteira de aço inoxidável AISI 310 com chapa molde de aço carbono 1020.	39
Figura 18 - Procedimento experimental para determinação das variáveis térmicas de solidificação [74].	41
Figura 19 - Lingote seccionado para macro e micrografia das ligas Al-Mg-Fe.	43
Figura 20 - Representação esquemática da retirada das amostras (a) metade do lingote: a partir do filete central serão removidas as amostras para análise microestrutural; (b) retalhamento das amostras para embutimento [75].	44
Figura 21 - Esquema representativo do método utilizado para quantificar os espaçamentos dendríticos (a) método de medição de λ_1 ; (b) método de medição λ_2 [36].	45
Figura 22 - Esquematização para retirada dos corpos de prova para ensaio de tração das ligas Al-Mg-Fe (dimensões em mm).	46
Figura 23 - Desenho esquemático dos corpos de prova para ensaio de tração conforme norma ASTM E8 / E8M-11 (dimensões em mm) [76].	47
Figura 24 - Difratômetro de Raios-X marca Siemens modelo D5000.	48
Figura 25 - Microscópios Eletrônicos de Varredura: (a) Philips modelo XL-30 FEG e (b) FEI modelo INSPECT S50.	49
Figura 26 - Macroestruturas longitudinais obtidas a partir das ligas solidificadas direcionalmente: (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe.	51

Figura 27 - Microestruturas ópticas típicas das seções transversais (esquerda) e longitudinais (direita) da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe. P é a posição a partir da base refrigerada do lingote solidificado direcionalmente.	53
Figura 28 - Microestruturas ópticas típicas das seções transversais (esquerda) e longitudinais (direita) da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe. P é a posição a partir da base refrigerada do lingote solidificado direcionalmente.	54
Figura 29 - Difratogramas de raios-X referentes a diferentes taxas de resfriamento na solidificação ao longo do comprimento das: ligas fundidas sob condições transientes de solidificação (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe, (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe e (c) Microestruturas obtidas através do MEV da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe foram inseridas para complementar a identificação das fases.	57
Figura 30 - Temperatura em função da fração sólida mostrando a precipitação de fases durante a solidificação calculada pelo software Thermo-Calc: ligas (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe.	58
Figura 31 - Evoluções experimentais da temperatura contra o tempo registrados durante a solidificação direcional das ligas (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe, considerando diferentes posições ao longo do comprimento dos lingotes.	60
Figura 32 - Posição da isoterma <i>liquidus</i> a partir da interface metal/molde para as ligas (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe.	61
Figura 33 - Resultados experimentais da (a) velocidade de deslocamento da isoterma liquidus (V_L) e (b) taxa de resfriamento (\dot{T}_L) em função da posição a partir da base refrigerada de ambas as ligas ternárias de Al-Mg-Fe.	63
Figura 34 - Inter-relações experimentais da (a) evolução do λ_1 em função de \dot{T}_L , (b) da variação do λ_2 em função de V_L para as ligas Al-Mg-Fe avaliadas; e (c) comparação entre as previsões teóricas calculadas por Rappaz-Boettinger e os valores experimentais de λ_2	66
Figura 35 - Mapas elementares MEV/EDS detalhando as fases formadas durante a solidificação direcional em regime transitório de fluxo de calor da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe. P é a posição a partir da interface metal/molde do lingote. .	69

Figura 36 - Mapas elementares MEV/EDS detalhando as fases formadas durante a solidificação direcional em regime transitório de fluxo de calor da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe. P é a posição a partir da interface metal/molde do lingote...	70
Figura 37 - Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento dos lingotes fundidos das ligas (a,b,c) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (d,e,f) Al-7,0%Mg-1,5%Fe.	74
Figura 38 - Valores determinados experimentalmente do (a) limite de resistência à tração- σ_u , e (b) do alongamento específico- δ versus λ_2 para as ligas ternárias Al-Mg-1,5%Fe.....	76
Figura 39 - (a,b) Limite de resistência à tração e (c,d) alongamento específico em função da velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i> , V_L , e da taxa de resfriamento, \dot{T}_L , para ambas as ligas Al-Mg-1,5%Fe examinadas.	79

PRINCIPAIS SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

ASTM	American Standard for Testing of Materials
AISI	American Iron and Steel Institute
a₁	Fator de calibração para λ_1
c₀	Composição nominal
c_f	Composição final do líquido
D	Difusividade química do soluto no líquido
DRX	Difração de raios-X
EDS	Espectroscopia de raios-X por energia dispersiva
G_L ou G	Gradiente Térmico
k	Relação de partição de equilíbrio
L_v	Calor latente em base volumétrica
m	Inclinação da linha <i>liquidus</i>
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
Ḥ ou Ḥ_L	Taxa de resfriamento
T_L	Temperatura <i>liquidus</i>
T_s	Temperatura <i>solidus</i>
T_M	Temperatura de fusão do solvente puro
t_{sL}	Tempo local de solidificação
v	Velocidade de solidificação
V_L ou V	Velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i>
X₀	Fração do soluto em mol para composição em massa
α	alfa
Γ	Coeficiente de Gibbs-Thomson
ε	Epsilon
θ	Theta
λ	Espaçamento eutético
λ₁	Espaçamento dendrítico primário
λ₂	Espaçamento dendrítico secundário
λ₃	Espaçamento dendrítico terciário
λ_c	Espaçamento celular

μ	mícron
σ	sigma
σ_e	Limite de escoamento
σ_u	Limite de resistência à tração
δ	Alongamento específico

1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

As ligas do sistema binário Al-Mg possuem uma ampla gama de aplicações industriais devido a sua boa resistência mecânica, excelente equilíbrio da sua resistência mecânica em relação ao peso, boa soldabilidade e alta resistência à corrosão [1,2]. A adição de Mg em ligas Al-Fe com quantidades variando entre 2,0 e 4,0%Mg em massa caracteriza a composição química de algumas ligas comerciais das séries 5xxx e 500.x como, por exemplo, as ligas 5052 e 514.0 que possuem tipicamente até 1,0%Fe em sua composição. Peças produzidas com estas ligas, contendo magnésio, em aplicações marinhas, incluindo estruturas, embarcações e navios têm mostrado a sua boa resistência e uma prolongada vida útil considerando condições severas de trabalho [3]. A liga comercial 5083 é mais comumente utilizada na fabricação de navios para passageiros, cargas e militares.

Ligas à base de alumínio têm sido cada vez mais utilizadas como potenciais substitutas para algumas aplicações onde ainda se usam aços, tendo em vista principalmente a redução de peso e maior resistência à corrosão. No que diz respeito às crescentes aplicações dessas ligas nas indústrias automobilística e aeronáutica, o fator peso está diretamente relacionado com a eficiência energética, e nesse particular o Al é cerca de três vezes menos denso que o aço e o Mg cerca de 30% menos denso do que o Al. Já para equipamentos da indústria naval a resistência à corrosão é também uma componente de extrema relevância [4,5].

Romhanji e Popovic [6] avaliaram os esforços atuais para melhorar o potencial de aplicações comerciais de ligas baseadas em Al-Mg. O foco de uso dessas ligas é a indústria naval. O enfoque adotado foi a relação propriedade/custo. Os principais benefícios reconhecidos foram baixo custo de manutenção, boa resistência à corrosão e baixa massa específica da liga. Os autores asseguram que é possível uma economia de 10% nos custos de produção em comparação com outras ligas alternativas de Al.

A Figura 1 apresenta um diagrama de fases completo do sistema Al-Mg. Nota-se a ocorrência de um eutético a uma temperatura de 450,5 °C, constituído por uma mistura da fase rica em Al (solução sólida de Mg em Al com solubilidade

máxima de 15,4% em peso) e do composto $Mg_{28}Al_{45}$. Nas ligas trabalhadas (série 5000), a faixa de composições de maior aplicabilidade, de acordo com a literatura situa-se entre 2 a 6%Mg [7,8]. Embora o diagrama não mostre ocorrência de eutético para essa faixa de composições, para condições industriais de fundição e lingotamento as taxas de resfriamento associadas a esses processos levam a condições de solidificação fora do equilíbrio e nesses casos poderá ocorrer formação de eutético.

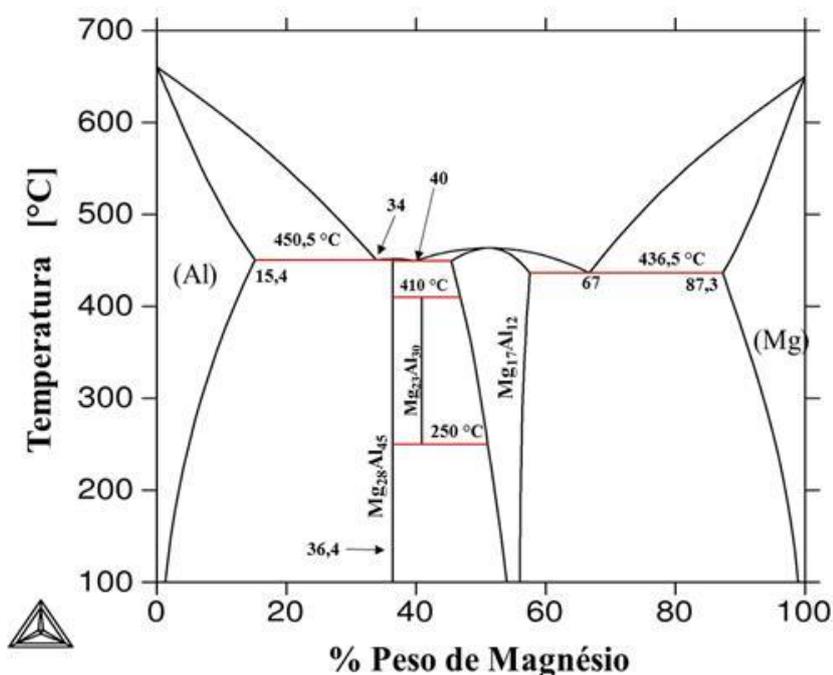


Figura 1 - Diagrama de equilíbrio Al-Mg, Software ThermoCalc®.

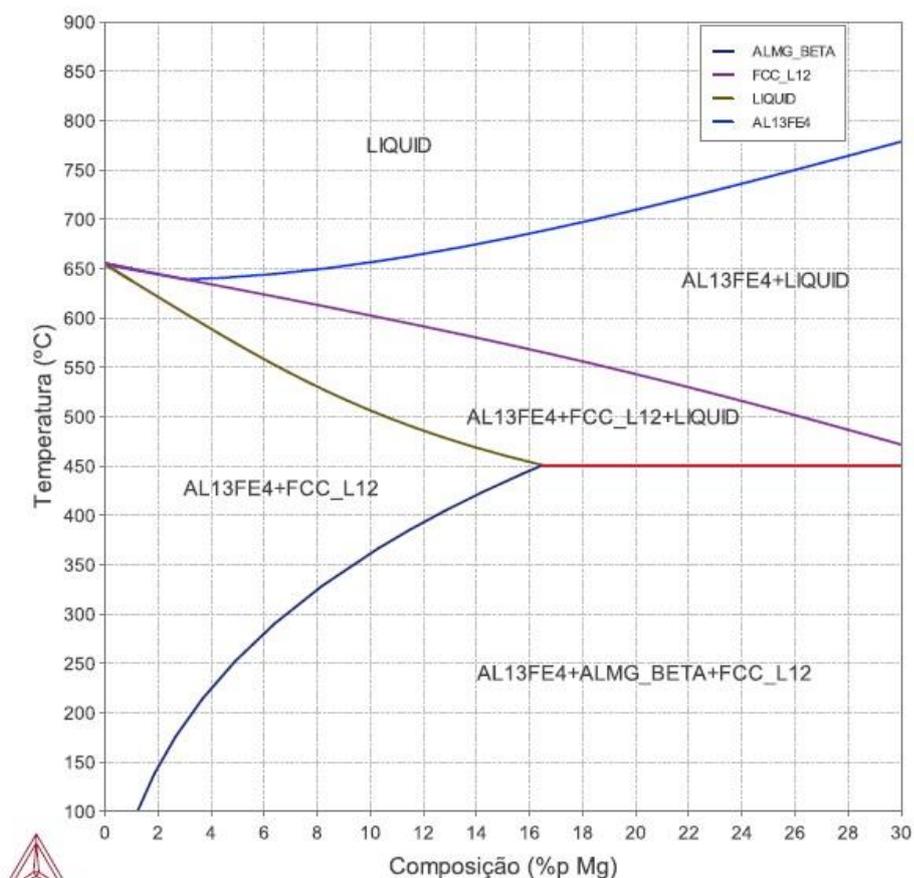
Os diagramas de equilíbrio de fases do sistema ternário Al-Fe-Mg são apresentados na Figura 2. É possível confirmar que nenhuma fase ternária é formada, e as duas fases binárias Al_3Fe e Mg_5Al_8 estão em equilíbrio com o alumínio. Segundo o diagrama ternário, uma reação eutética ternária ocorre para 0,15%Fe, 33%Mg e a 723 K (450 °C), sendo $L \rightarrow Al + Al_3Fe + Mg_5Al_8$. As solubilidades do magnésio na fase Al_3Fe e do ferro na fase Mg_5Al_8 são desprezíveis. As adições de ferro reduzem a solubilidade sólida do magnésio, sendo que, na temperatura eutética ternária a máxima solubilidade na presença do ferro é 14,1%Mg, quando comparado com 15,4% nas ligas binárias [10]. De

acordo com Mondolfo [10], a solubilidade sólida do ferro no alumínio é certamente reduzida pelo magnésio.

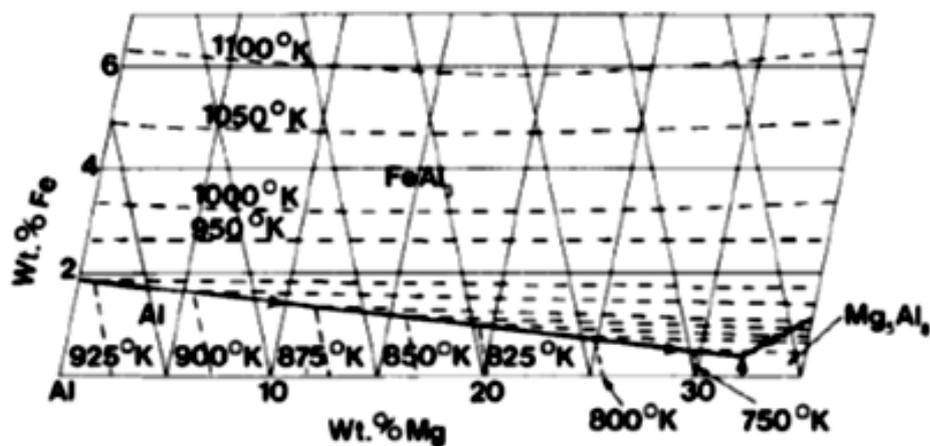
2017.01.25.11.28.43

TCAL3: Al, Mg, Fe

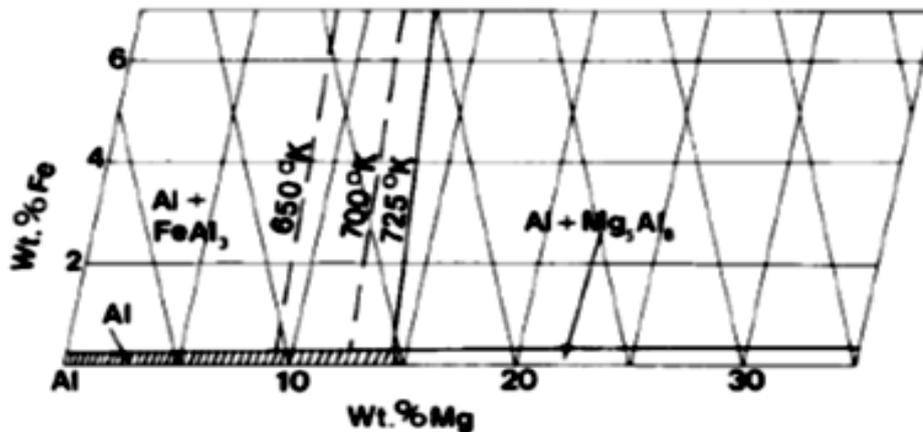
Pressure [Pascal] = 100000.0, System size [Mole] = 1.0, Mass percent Fe = 1.5



(a)



(b)



(c)

Figura 2 - Diagramas de equilíbrio de fases para ligas do sistema ternário Al-Fe-Mg: (a) pseudo binário Al-Fe-Mg (%Fe fixo em 1,5% em massa, Thermocalc) (b) temperaturas *liquidus* para ligas ricas em Al; e (c) distribuição das fases a 725 K (452 °C). Linhas tracejadas em (c) mostram a solubilidade do Mg a 700 K (427 °C) e 650 K (377 °C) [10].

O crescimento eutético pode ser inibido em condições fora do equilíbrio, tal como é fornecido pelo processo de resfriamento rápido, de modo que podem se formar grandes cristais de Al_3Fe , mesmo para baixos teores de Fe. Além disso, mesmo para teores de 2-3% Mg, o composto intermetálico Mg_5Al_8 tende a aparecer.

Adições de Fe nas ligas binárias Al-Mg refinam o grão e tendem a reduzir também a resistência à corrosão, mas possuem pequeno ou nenhum efeito na corrosão sob tensão ou esfoliação. A difusão do Mg no alumínio não é afetada de forma significativa pelo Fe. A atribuição de que adições de Mg reduzem o tamanho de cristais primários de Al_3Fe em ligas de Al-Fe justifica-se pelo fato do Mg intensificar a decantação de partículas mais grosseiras Al_3Fe na parte inferior do fundido [10].

Os efeitos da adição de magnésio em ligas como base no binário Al-Fe, porém, ainda não são bem compreendidos, especialmente quando são destacadas características como morfologia de crescimento da fase α rica em Al, prevalência de fases eutéticas e precipitações de fases intermediárias,

segregação, etc. Ainda assim, de um modo geral, acredita-se que o Mg fique em solução sólida na matriz rica em Al, o que pode resultar em propriedades mecânicas superiores [11].

Contudo, a solidificação de ligas Al-Fe é amplamente conhecida do ponto de vista da análise microestrutural e dos parâmetros térmicos de solidificação em condições transientes de solidificação, quais sejam evoluções experimentais da velocidade de solidificação (V_L) e da taxa de resfriamento (\dot{T}), bem como estabelecimento de leis de crescimento celular correlacionando parâmetros microestruturais e parâmetros térmicos de solidificação, conforme experimentos realizados por Goulart, 2010 [12].

O sistema de ligas Al-Fe é um sistema eutético simples, cuja composição eutética é de 1,8%Fe e o limite de solubilidade máxima de 0,05% Fe (ver diagrama de fases parcial da Figura 3). Em condições de equilíbrio, a fase intermetálica estável Al_3Fe é a predominante na formação do eutético. Com um resfriamento mais intenso, $\dot{T} > 1$ °C/s esse eutético é substituído pelo eutético metaestável Al- Al_6Fe .

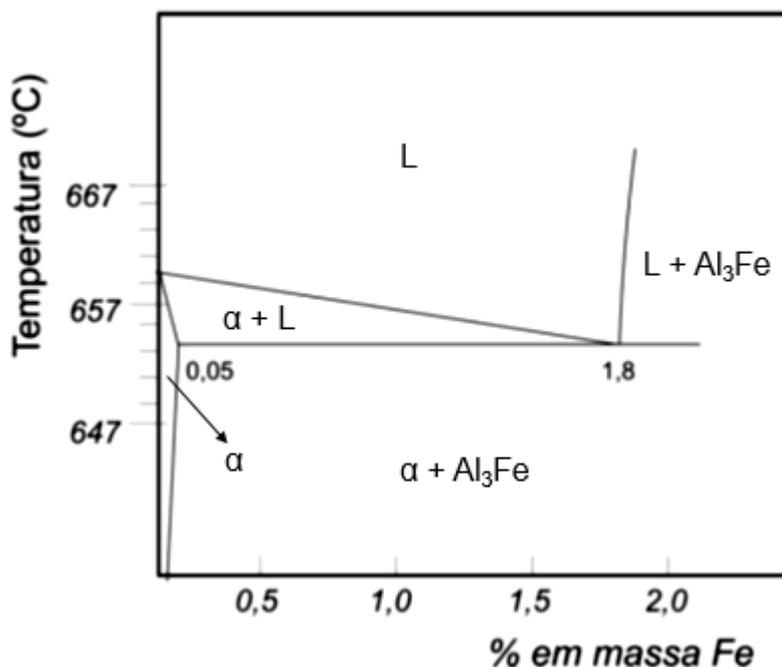


Figura 3 - Diagrama parcial de equilíbrio do sistema Al-Fe [12].

Goulart e co-autores [12], após a dissolução da matriz de alumínio de ligas hipoeutéticas Al-Fe solidificadas unidirecionalmente, identificaram a natureza da rede de fibras intermetálicas envolvendo as células. Neste caso, nota-se o predomínio do eutético metaestável Al-Al₆Fe. Tais fibras apresentam ainda uma tendência de ligações cruzadas (*cross-link*) (Figura 4).

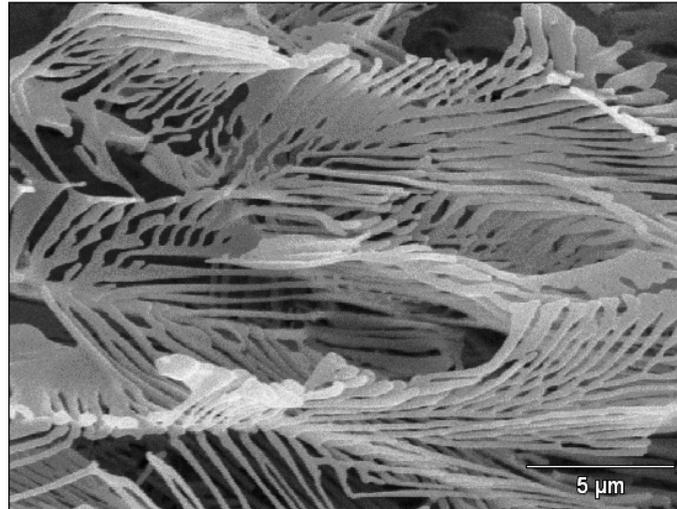


Figura 4 - Ligações cruzadas entre fibras obtidas na amostra Al-0,5%Fe [12].

Este mesmo trabalho [12] permitiu a observação de que os espaçamentos celulares das ligas Al-0,5; 1,0 e 1,5%Fe apresentaram-se praticamente independentes da concentração de soluto na liga, podendo ser expressos em função da taxa de resfriamento por uma única lei experimental:

$$\lambda_c = 31.(\dot{T})^{-0,55} \quad (\text{Eq. 1.1})$$

onde λ_c é o espaçamento celular e \dot{T} é a taxa de resfriamento. A solidificação unidirecional tem sido uma técnica muito importante na avaliação tanto da evolução macroestrutural quanto microestrutural de ligas fundidas, uma vez que parâmetros definidos na solidificação (V_L e \dot{T} , por exemplo) podem modificar essas estruturas e, por consequência, alterar as propriedades mecânicas da liga em questão. Dessa forma, tamanho e orientação de grãos, espaçamentos dendríticos, espaçamentos interfásicos, frações de fases e microconstituintes, porosidade, segregação, entre outros fatores, irão definir o comportamento

mecânico da liga metálica. No processo de solidificação, o desenvolvimento de microestruturas otimizadas é de fundamental importância para o desenvolvimento das propriedades mecânicas e de corrosão do material solidificado, sendo que as relações entre microestrutura e propriedades mecânicas vêm sendo estudadas há várias décadas [13].

Considerando a importância da previsão das microestruturas de solidificação de ligas de alumínio, sua influência no desenvolvimento de materiais com propriedades mecânicas otimizadas, é necessária uma melhor compreensão dos mecanismos envolvidos no crescimento celular/dendrítico de ligas Al-Mg-Fe, que são base para as ligas comerciais da classe 5xxx e 5xx.x.

Segundo a literatura, os espaçamentos celulares e dendríticos diminuem com o aumento da velocidade de solidificação (V_L) e da taxa de resfriamento (\dot{T}_L) [14,15]. Sendo assim, sistemas de solidificação que favoreçam tais condições, em princípio colaboram para a obtenção de produtos com melhor resistência mecânica. Trabalhos realizados por Quaresma, 2000; Goulart, 2006; Spinelli, 2014 [16,17,18]; correlacionam os espaçamentos dendríticos com as propriedades mecânicas e são de grande interesse para área da pesquisa. Estes desenvolveram correlações entre os parâmetros microestruturais e limite de resistência à tração (σ_u), limite de escoamento (σ_e) e alongamento específico (δ).

Existem poucos trabalhos experimentais relacionados aos aspectos de solidificação de ligas Al-Mg na literatura, especialmente considerando resultados sob condições de solidificação transitória. Pereira [19], realizou um destes poucos estudos sistemáticos com solidificação unidirecional vertical ascendente de ligas hipoeutéticas Al-5%Mg, Al-10%Mg e Al-15%Mg. O crescimento dendrítico em todos os três casos foi caracterizado pela presença de uma estrutura muito mais ramificada na liga com 15% de adição de Mg. Entretanto, o efeito da quantidade de Mg nos espaçamentos primário e secundário não foram determinados.

Brito [9] examinou as microestruturas e estabeleceu dois tipos de correlações microestrutura-taxas de resfriamento para as ligas Al-3%Mg e Al6,5%Mg solidificadas direcionalmente em regime transiente. A caracterização metalográfica revelou para estas ligas binárias a formação de microestruturas

com matriz dendrítica ao longo de todo o comprimento dos lingotes examinados, conforme Figura 5. Para as ligas Al-3%Mg e Al-6,5%Mg, a evolução de λ_1 seguiu uma mesma lei experimental: $\lambda_1 = 126 \cdot \dot{T}^{-0,55}$.

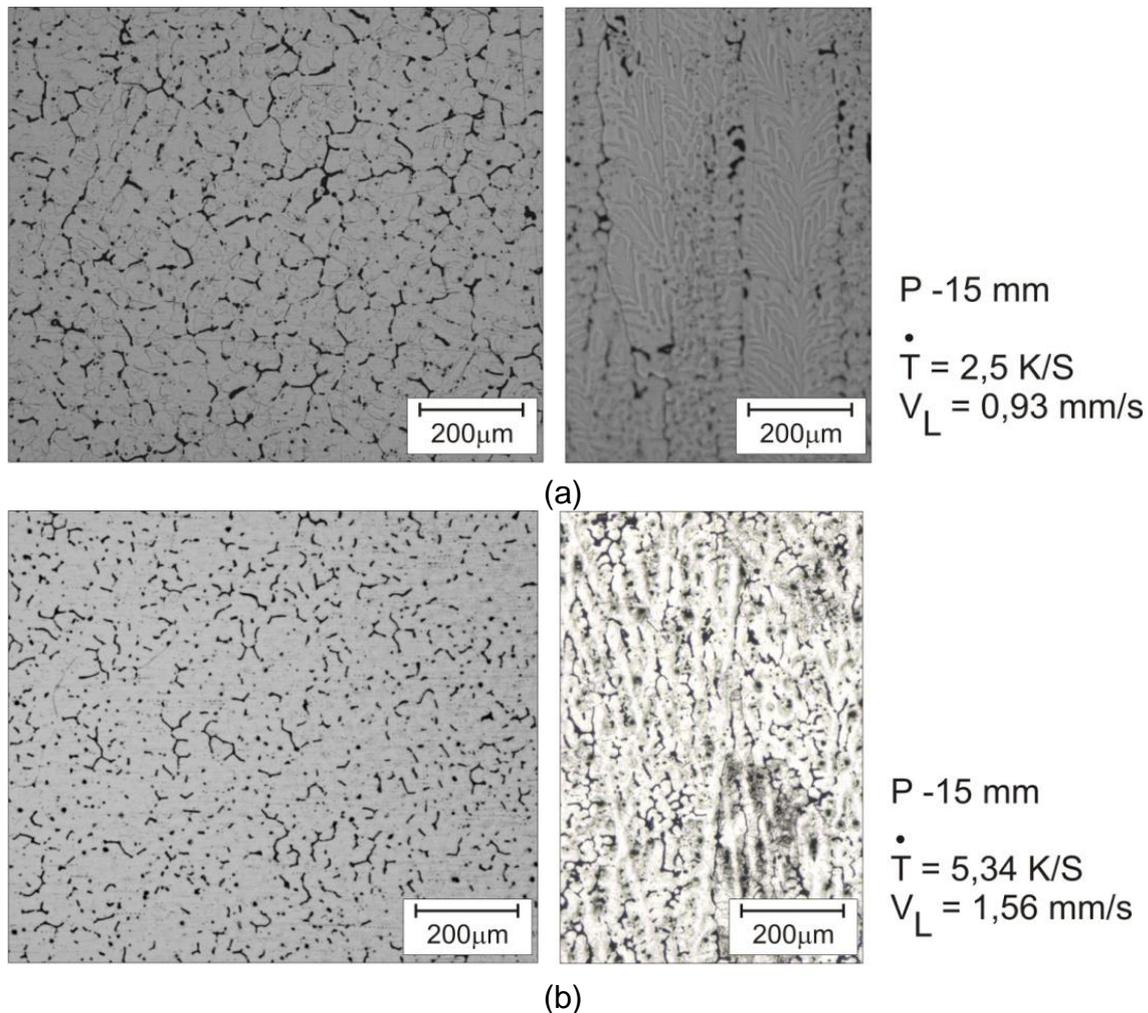


Figura 5 - Microestruturas típicas reveladas para as ligas (a) Al-3%Mg e (b) Al-6,5%Mg solidificadas em condições transientes de extração de calor. Microestruturas do lado esquerdo - corte transversal; lado direito - corte longitudinal. P é a posição à partir da base refrigerada do lingote [9].

A literatura especializada em ligas de alumínio apresenta poucos exemplos de investigações de ligas ternárias Al-Mg-Fe quanto às microestruturas brutas de solidificação, suas propriedades mecânicas e propriedades finais, especialmente considerando resultados obtidos em condições transitórias de extração de calor. A maioria dos trabalhos existentes

na literatura não utilizaram dispositivos refrigerados de solidificação, restringindo, portanto, o campo de análise microestrutural, ou seja, os lingotes gerados apresentaram uma faixa restrita de variação do crescimento dendrítico. No intuito de ampliar esse espectro de análise microestrutural, pretendeu-se, nesse projeto, utilizar um dispositivo refrigerado de solidificação unidirecional, amplificando dessa forma o contraste entre estruturas refinadas e grosseiras dentro de um mesmo lingote solidificado.

O conhecimento da magnitude das variáveis térmicas da solidificação transitória e de sua correlação com as variações microestruturais, principalmente a formação de intermetálicos em diferentes posições do lingote/peça solidificada, é fundamental tendo em vista sua relação com as características finais de aplicação do componente.

No presente trabalho de Mestrado, o teor de Fe fixado em 1,5% foi escolhido com base no sistema binário Al-Fe, tendo em vista que para ligas com tal proporção de Fe é esperada a formação de uma fração apreciável de intermetálicos Al-Fe. Além disso, esta mesma composição binária já foi extensivamente estudada nos trabalhos desenvolvidos por Goulart, 2010 [12]. As duas adições de Mg (1,2% e 7,0%) foram determinadas uma vez que representam os limites da faixa de aplicação de Mg em ligas comerciais de Al.

Em peças fundidas/lingotadas de ligas Al-Mg-Fe a combinação de taxa de resfriamento e composição química local, podem levar à obtenção de regiões com diferentes arranjos microestruturais constituídos por fases de equilíbrio e intermetálicos estáveis e metaestáveis. Um estudo sistemático da solidificação sob diversas taxas de resfriamento, analisando a evolução microestrutural e estabelecendo leis de crescimento celular/dendrítico, e analisando a natureza e morfologia dos compostos formados, preencheria uma lacuna importante da literatura. Esse estudo, se associado a correlações entre parâmetros da microestrutura e propriedades mecânicas poderia trazer uma contribuição ainda mais significativa já que permitiria projetar condições operacionais de solidificação objetivando propriedades específicas de aplicação.

2. OBJETIVOS

Devido à escassez de estudos de solidificação em ligas multicomponentes, este trabalho teve como objetivo realizar um estudo de solidificação direcional transitória de ligas ternárias Al-Mg-Fe, fixando o teor de Ferro em 1,5% e dois teores de Mg: 1,2% e 7,0%. Como objetivo principal, pretendeu-se estabelecer correlações entre a análise da evolução da microestrutura, variáveis térmicas e as propriedades mecânicas. Portanto, para alcançar os objetivos propostos, foram estabelecidas as seguintes atividades:

1. Revisão atualizada da literatura no que diz respeito às ligas ternárias Al-Mg-Fe, às teorias e trabalhos experimentais sobre estruturas de solidificação e propriedades de ligas do sistema Al-Mg, Al-Fe e Al-Mg-Fe;
2. Realização de experimentos de solidificação unidirecional vertical ascendente em condições transitórias de fluxo de calor, utilizando um dispositivo refrigerado à água para ligas de Al-Mg com adições Fe (chapa molde aço carbono 1020);
3. Determinação experimental dos parâmetros térmicos da solidificação, tais como: velocidades de crescimento (V_L) e taxas de resfriamento (\dot{T}), considerando a influência tanto da variação do teor de Mg quanto do teor fixado de Fe;
4. Análise dos compostos intermetálicos, com o auxílio de difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV);
5. Análise do efeito das adições de Mg e Fe na evolução de macroestruturas e microestruturas de solidificação, por meio da quantificação dos parâmetros microestruturais (λ_1 e λ_2), empregando-se técnicas metalográficas adequadas;

6. Determinação das propriedades mecânicas das ligas ternárias Al-Mg-Fe por meio da quantificação dos limites de resistência à tração (σ_u), limite de escoamento (σ_e) e alongamento específico (δ);
7. Correlação das variáveis térmicas de solidificação (V_L e \dot{T}_L) com os parâmetros estruturais (λ_1, λ_2) e propriedades mecânicas ($\sigma_u, \sigma_e, \delta$) das ligas analisadas. Estabelecer leis experimentais correlacionando propriedades de tração com os espaçamentos microestruturais e com parâmetros térmicos de solidificação das ligas ternárias Al-Mg-Fe;
8. Análise das influências da adição de 1,2% e 7,2% de Mg na liga binária Al-Fe, fixando a quantidade de Fe em 1,5%;
9. Estudo do efeito das variáveis térmicas de solidificação (V_L e \dot{T}_L) e dos teores de Mg e Fe, na formação de precipitados de AlFe e MgAl na matriz rica em Al.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Microestruturas De Solidificação vs. Variáveis Térmicas

A solidificação é uma transformação de fases do estado líquido para o estado sólido acompanhado da liberação de energia térmica, e este processo é considerado de essencial importância em função de uma de suas maiores aplicações práticas, a fundição. A fusão de metais é um método muito econômico de dar forma a um componente, isto desde que o ponto de fusão do metal não seja muito elevado. Atualmente, produtos metálicos fundidos podem ser economicamente produzidos a partir de ligas que possuem ponto de fusão tão alto quanto 1.660 °C [20].

As propriedades do produto final são determinadas pela estrutura formada rapidamente após a solidificação. Defeitos formados na macroestrutura e microestrutura são influenciados significativamente pelas características do material e do processo de solidificação. As propriedades mecânicas deste produto estão relacionadas com os aspectos microestruturais, e estes dependem fortemente das condições de solidificação, desde o início do processo com o metal no estado líquido [13].

Durante a solidificação de um metal, os principais fatores e eventos que ocorrem e interagem, desde o líquido até o produto solidificado, estão apresentados no fluxograma da Figura 6. A fase inicial de solidificação e as fases de refino e produção de metais puros e de ligas são cruciais no processo de produção de metais, pois a ocorrência de defeitos resultará em prejuízos significativos nas operações posteriores de fabricação. Do ponto de vista metalúrgico, é importante o estudo da solidificação de metais e ligas em sistemas metal/molde, onde o molde confere forma à peça produzida e transfere calor do metal para o meio, que o dissipará.

O controle dos parâmetros térmicos de solidificação, para determinada composição química da liga, definirá a microestrutura final. Então, o ponto de partida do processo de solidificação é a temperatura de início de vazamento e, subsequentemente, as formas de transporte de energia térmica a partir daquele instante. As paredes do molde, além de conferir forma à peça, atuam na transferência de calor do metal, garantindo a mudança de fase. Se a cinética de

transferência de calor variar, as taxas de resfriamento (\dot{T}_L) do metal da peça irão variar numa função direta. Portanto, a transferência de calor empregada na mudança de fase da massa metálica condicionará o arranjo microestrutural [13].

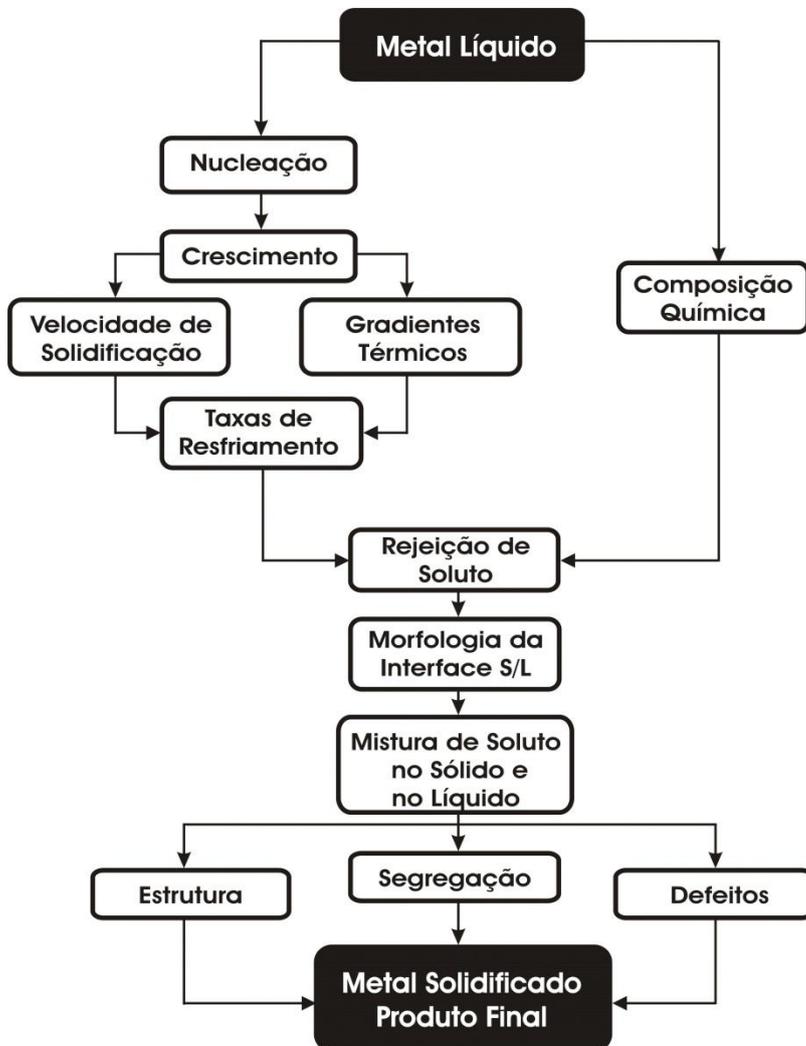
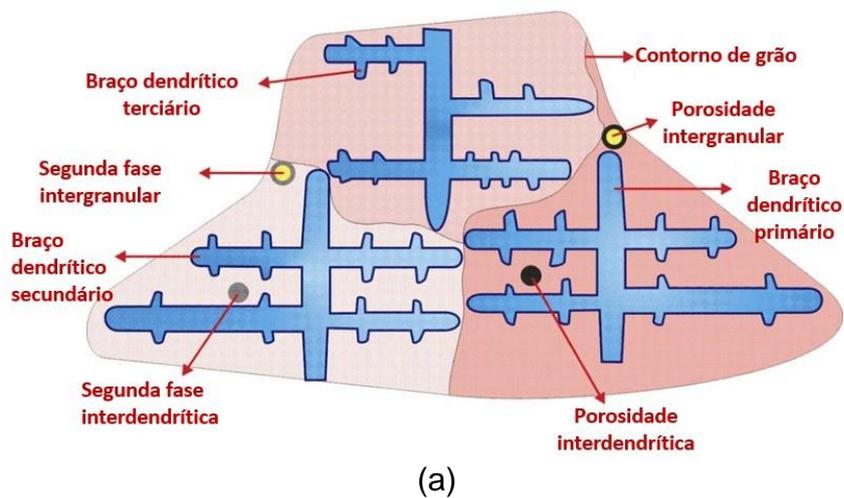


Figura 6 - Encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal (adaptado de [13]).

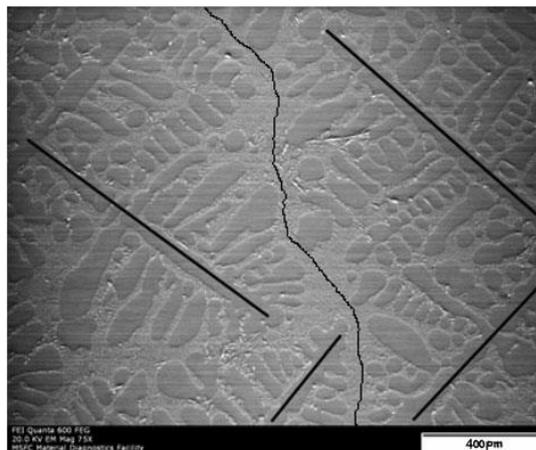
As características mecânicas e químicas do produto final serão definidas pela microestrutura resultante, combinadas à distribuição de defeitos e heterogeneidades químicas conforme mostram as Figuras 7a e 7b.

Em operações industriais de fundição e lingotamento, a possibilidade de implantação de uma ampla gama de condições operacionais tem como decorrência direta a geração de uma diversidade de estruturas de solidificação. Parâmetros estruturais como tipo, orientação e tamanho de grão e

espaçamentos interdendríticos são bastante influenciados pela taxa local de resfriamento, impondo conseqüentemente, uma correlação estreita entre o comportamento térmico do sistema metal/molde durante a solidificação e a microestrutura resultante.



(a)



(b)

Figura 7 - (a) Representação esquemática teórica de uma microestrutura de solidificação (adptado de [13]) e (b) Micrografia de uma liga Al-7%Si indicando o contorno separando dois grãos dendríticos e uma leve desorientação entre eles. A escala no canto inferior direito é 400 µm em comprimento [21].

A transformação do líquido em sólido é seguida pela liberação de energia térmica, que é transferida por processos de condução, convecção, radiação e transferência newtoniana. Essencialmente dois objetivos são apresentados quando a transferência de calor na solidificação é analisada: a determinação da

distribuição de temperaturas no sistema metal/molde (fundição) e a determinação da cinética de solidificação.

Na prática experimental, a solidificação unidirecional tem sido bastante utilizada em estudos de caracterização da macroestrutura, da microestrutura e de análise da segregação. Em duas categorias estes estudos podem ser divididos: solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor e solidificação em regime transitório. No primeiro caso, o gradiente de temperatura no líquido (G_L) e a velocidade da isoterma de transformação (v) são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do experimento, como nos experimentos com a técnica Bridgman/Stockbarger.

Para a solidificação em regime transitório de fluxo de calor, o gradiente de temperatura e a velocidade de solidificação variam livremente com o tempo e a posição dentro do metal. A grande maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação possui esta classe de fluxo de calor, logo, é essencial a avaliação teórica e experimental da influência das variáveis térmicas sobre os parâmetros da macroestrutura e da microestrutura de ligas ternárias de diferentes sistemas metálicos, as quais possuem composição mais próxima da chamada composição comercial. Para isso, são utilizados diferentes equipamentos experimentais, permitindo o mapeamento térmico da solidificação, com o objetivo de correlacionar as variáveis características da evolução do processo com parâmetros da microestrutura obtida.

O crescimento de células e dendritas em peças fundidas pode ser estudado através da análise de estruturas brutas obtidas a partir de sistemas de solidificação unidirecional. Para examinar a influência das variáveis térmicas sobre os espaçamentos celulares e dendríticos primários e secundários, modelos teóricos, fundamentados nesses sistemas de solidificação [14,15,22-24] foram desenvolvidos. A microestrutura dendrítica, por exemplo, pode ser caracterizada por meio da quantificação experimental dos espaçamentos interdendríticos, que podem ser primários, secundários e terciários. Diversos estudos contemplam a evolução dendrítica primária e secundária em função dos parâmetros do processo de solidificação V_L , G e \dot{T}_L . Alguns destes trabalhos estabelecem leis experimentais do tipo potência cujos expoentes característicos

são -0,55 para a relação λ_1 (celular ou dendrítico) versus taxa de resfriamento, \dot{T}_L , conforme a equação 3.2:

$$\lambda_1 = A.\dot{T}^{-0,55} \quad (\text{Eq. 3.2})$$

e -2/3 para λ_2 versus velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*, V_L , conforme equação 3.3:

$$\lambda_2 = B.V_L^{-2/3} \quad (\text{Eq. 3.3})$$

cujos valores dos multiplicadores A e B são dependentes tanto do sistema metálico em estudo quanto do teor de soluto.

Somente os modelos teóricos desenvolvidos por Hunt-Lu [14] e Bouchard-Kirkaldy [15] são considerados para condições de solidificação em regime transitório de extração de calor para espaçamentos dendríticos primários, sendo que os demais são para regime estacionário. Estes estudos estabelecem relações entre parâmetros estruturais e as variáveis térmicas de solidificação na forma generalizada pela equação 3.4:

$$(\lambda_c, \lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \lambda) = c.(v, G, \dot{T})^{-b} \quad (\text{Eq. 3.4})$$

em que c é uma constante que depende do tipo da liga e “b” é um expoente que tem sido determinado experimentalmente na literatura para diversas ligas [15,25-37]; λ_c , λ_1 , λ_2 , λ_3 , λ são, respectivamente, os espaçamentos celulares e dendríticos primários, secundários, terciários e eutético, G é o gradiente de temperatura, v é a velocidade de solidificação e \dot{T} é a taxa de resfriamento.

É de se esperar que os espaçamentos primários dependam também de G e V, ou do produto do gradiente pela velocidade de crescimento, ou seja, da taxa de resfriamento ($\dot{T} = dT/dt$). De fato, os inúmeros trabalhos na literatura apontam para este sentido, com λ_1 sendo correlacionado com estes parâmetros tanto para situações de solidificação em condições transitórias quanto estacionárias de fluxo de calor.

O modelo de Hunt desenvolvido para previsão teórica de espaçamentos celulares e dendríticos primários descreve uma complexa variação na temperatura na ponta da célula ou dendrita em função da velocidade de crescimento (V_L) e da taxa de resfriamento (\dot{T}_L). Porém, várias simplificações de natureza física e matemática são levadas em consideração durante a elaboração do modelo, assumidas em trabalhos anteriores por Burden [38]. Lapin e colaboradores [29] e Çardili e Gündüz [34,36] comprovaram experimentalmente que os espaçamentos dendríticos primários não são afetados na mesma proporção pelo gradiente de temperatura (G_L) e a velocidade de crescimento (V_L).

Um modelo numérico para prever os espaçamentos celulares e dendríticos primários para regimes estacionário e transitório de extração de calor foi desenvolvido por Hunt e Lu [14]. Foram levadas em conta as considerações de naturezas físicas e matemáticas mais próximas da realidade. O presente modelo serviu de comparação para os resultados de vários estudos experimentais realizados para ligas de diferentes sistemas, como por exemplo, Al-Zn [33], Al-Cu [16,36,39], Cu-Sn [40] e Al-Ni [41], os quais apresentaram conformidade entre os dados teóricos e experimentais.

Bouchard e Kirkaldy [15] desenvolveram um modelo que correlaciona o espaçamento dendrítico primário (λ_1) com os parâmetros térmicos de solidificação para condições de extração de calor no regime transitório, e este incorpora a racionalidade e os parâmetros constitutivos dos modelos teóricos desenvolvidos para condições estacionárias de fluxo de calor, denominado de modelo semi-empírico, e é expresso pela Equação (3.5).

$$\lambda_1 = a_1 \left[\frac{16X_0^{1/2}G_0(\varepsilon\sigma)T_M D}{(1-k)mL_v G_L V_L} \right]^{1/2} \quad (\text{Eq. 3.5})$$

onde: a_1 é o fator de calibração para λ_1 , X_0 é a fração do soluto em mol para composição em massa, G/G_0 é o gradiente de temperatura normalizado, ε é o fator de escala da tensão superficial, σ é a energia superficial líquido-sólido (erg cm^{-2}), T_M é a temperatura de fusão do solvente puro (K), D é a difusividade

química do soluto no líquido (cm^2s^{-1}), k é a relação de partição de equilíbrio, m é a inclinação da linha *liquidus* (K), L_V é o calor latente em base volumétrica (J/m^3) e $G_L V_L$ representa a taxa de resfriamento ($K \text{ s}^{-1}$).

Este modelo foi comprovado em vários experimentos como para ligas Al-Cu [37] e Al-Si [42], solidificados em regime transitório de extração de calor e para ligas Zn-Cu [43] em condições estacionárias de fluxo de calor. Quando utilizado o mesmo valor de a_1 sugerido por Bouchard e Kirkaldy, o presente modelo mostra-se superestimado em relação aos dados experimentais de Goulart obtidos com ligas Al-Fe [12]. Para ligas de Al-Si solidificadas em condições transientes, foi comprovado que os valores experimentais de λ_1 estão abaixo dos previstos por este modelo [42].

É importante destacar que estes modelos teóricos de crescimento desenvolvidos para ligas binárias, não se aplicam a ligas ternárias, como aquelas que serão alvo de investigação neste trabalho. É de conhecimento que os trabalhos na literatura que abordam sistematicamente a evolução microestrutural para ligas multicomponentes são escassos, mostrando a necessidade de estudos que visam a correlação entre as microestruturas e as variáveis térmicas de solidificação.

Recentemente um trabalho envolvendo solidificação direcional ascendente em regime transitório de extração de calor foi desenvolvido por Moutinho, 2012 [44] para ligas multicomponentes a base de alumínio da série Al-6%Cu-nSi, sendo $n=1\%$ e $n=4\%$ (% em peso). Assim, de forma similar às encontradas pelos autores citados acima, tal estudo determinou uma única lei de crescimento dendrítico primário na forma $\lambda_1=C(\dot{T})^{-0,55}$, sendo que a constante C encontrada é igual a 153.

Outros trabalhos com ligas multicomponentes, incorporando adição de terceiros elementos às ligas binárias também podem ser destacados, uma vez que estabeleceram relações de crescimento tipo λ_1 vs. \dot{T}_L para solidificação em regime transiente, quais sejam:

Al-3%Cu-nSi, sendo para $n=5,5\% \rightarrow \lambda_1=216(\dot{T})^{-0,55}$ e $n=9\% \rightarrow \lambda_1=200(\dot{T})^{-0,55}$ (Ferreira et al., 2010 [45]);

Al-10%Cu-nSn, sendo para n=10% $\rightarrow \lambda_1=145(\dot{T})^{-0,55}$ e n=20% $\rightarrow \lambda_1=194(\dot{T})^{-0,55}$ (Bertelli et al., 2015 [46]);

Al-5%Si-nSn, sendo para n=15% $\rightarrow \lambda_1=123(\dot{T})^{-0,55}$ e n=25% $\rightarrow \lambda_1=204(\dot{T})^{-0,55}$ (Bertelli et al., 2015 [46]);

Os espaçamentos dendríticos secundários, conforme mostra a literatura, são normalmente correlacionados com o tempo local de solidificação t_{SL} (diferença entre o tempo de passagem da isoterma *liquidus* e o tempo de passagem da isoterma *solidus* por uma determinada posição) ou com a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*, V_L .

A maioria dos modelos encontrados na literatura é para condições de extração de calor em regime estacionário, exceto o modelo proposto por Bouchard e Kirkaldy [15] - conforme expressão abaixo. Este modelo faz uma abordagem teórica envolvendo condições estacionárias e transitórias para a solidificação para ligas binárias.

$$\lambda_2 = 2\pi\alpha_2 \left[\frac{4\sigma_{sl}}{C_0(1-k_0)^2 L_v} \left(\frac{D_L}{V_L} \right)^2 \right]^{1/3} \quad (\text{Eq. 3.6})$$

O modelo de Rappaz e Boettinger [47] baseia-se na equação $\lambda_2=5,5 (M t_{SL})^{1/3}$, onde:

$$M = \frac{-\Gamma}{\sum_{j=1}^n m_j (1-k_j)(c_{fj} - c_{0j}) / D_j} \ln \left(\frac{\sum_{j=1}^n m_j (1-k_j) c_{fj} / D_j}{\sum_{j=1}^n m_j (1-k_j) c_{0j} / D_j} \right) \quad (\text{Eq. 3.7})$$

Sendo que: Γ é o coeficiente de Gibbs-Thomson, m é a inclinação da linha *liquidus*, k é o coeficiente de redistribuição de soluto, D é a difusividade de soluto no líquido, c_f é a composição final do líquido, isto é, sempre assumir a do eutético, e os subscritos j são os valores que devem ser acrescentados na equação para cada componente que compõe a liga.

Este modelo é o único existente na literatura para ligas multicomponentes e para regime estacionário de extração de calor, e foi validado recentemente por

Easton [48] para ligas de alumínio multicomponentes das séries 1050, 2014, 3003, 5083, 6060, 6061 e 6082. Ainda recentemente o modelo foi comparado com resultados experimentais das ligas. A comparação dos espaçamentos dendríticos secundários experimentais das ligas Al6%Cu1%Si e Al6%Cu4%Si em função do tempo local de solidificação com o referido modelo mostraram que os valores teóricos, embora relativamente próximos, superestimam o espectro experimental.

Os resultados encontrados por Moutinho [44] para ligas Al-Cu-Si também possibilitaram a correlação entre a composição química e os parâmetros térmicos de solidificação V_L e \dot{T}_L , o que possibilitou o mapeamento das condições de solidificação para o surgimento das ramificações terciárias nas estruturas dendríticas. Foram obtidas expressões experimentais para λ_3 em função de V_L e de \dot{T}_L . Uma comparação foi realizada por Moutinho [44] entre os resultados experimentais de λ_3 para as ligas ternárias e os valores atingidos para a equivalente liga binária Al-6,2%Cu [49] e demonstrou que as duas ligas ternárias Al-6%Cu-nSi, sendo $n=1\%$ e $n=4\%$ (% em peso), exibem uma única lei experimental de evolução de λ_3 com taxa de resfriamento dada pela equação experimental, tendo sido muito similar àquela obtida para a liga Al-6,2%Cu [49].

3.2 Ligas Al-Mg: Características E Propriedades

Ligas Alumínio-Magnésio fundidas são essencialmente ligas binárias monofásicas caracterizadas por apresentarem moderada a alta resistência e propriedades superiores de tenacidade. Alta resistência à corrosão, especialmente à água do mar e atmosferas marinhas, é uma das primeiras vantagens de fundidos produzidos com ligas de Al-Mg. Melhor resistência à corrosão requer baixo teor de impureza (tanto sólida ou gasosa), e então a liga precisa ser preparada com metais de alta qualidade; e manipulados com cuidado na fundição [50].

Em ambientes marinhos, o alumínio é comumente utilizado para uma larga variedade de aplicações. Por exemplo, ligas comerciais da série 5xxx tais como 5454, 5086 ou 5083; são indicadas para estruturas de plataformas petroquímicas e indústria naval devido a sua resistência a água do mar e

umidade [3]. Além disso, a engenharia naval está fazendo uso extensivo de placas de alumínio soldadas nos grandes tanques utilizados para o transporte de gases liquefeitos [50].

Outro setor industrial que investe significativamente na pesquisa e desenvolvimento de materiais leves é o automobilístico. A redução de gases do efeito estufa e a melhora na eficiência do combustível são enfatizadas no setor de transportes [51,52]. Um exemplo é a redução de até 47% em peso permitida pela substituição de peças de aço com alumínio, e conseqüentemente, uma segunda redução de peso pode ser alcançada com as baixas cargas que irão permitir peças mais leves nos freios, motor e suspensão sem a perda de desempenho [53].

Outras características distintas destas ligas são a ductilidade, resistência à fratura e boa soldabilidade. O magnésio em concentrações acima de 5-6% pode formar durante a solidificação em equilíbrio uma pequena quantidade de fase eutética Al_3Mg_5 . Isto implica que a maior parte está presente na matriz do alumínio. Desde que o magnésio é um efetivo elemento endurecedor em solução sólida, sua concentração precisa ser mantida no limite superior para resistência máxima ser atingida [3]. À medida que a concentração de magnésio é aumentada, a fluidez do alumínio fundido é afetada, e está diretamente relacionada à molhabilidade da liga quando no estado líquido e em contato com um substrato metálico. Segundo Kim e colaboradores [11], a adição de magnésio pode acelerar a formação de óxidos à base de magnésio e inclusões duras durante a fusão e fundição devido a sua alta afinidade com o oxigênio, causando a queda na fluidez do metal líquido.

Ravi et al. [54] avaliaram a influência do teor de soluto na fluidez das ligas Al-Si, Al-Cu e Al-Mg. Esses autores verificaram que a fluidez de ligas Al-Mg sofre uma drástica redução para teores até 5% Mg, e volta a aumentar com o aumento da fração da fase eutética (Figura 8). Na literatura não há muitas explicações para essa ocorrência.

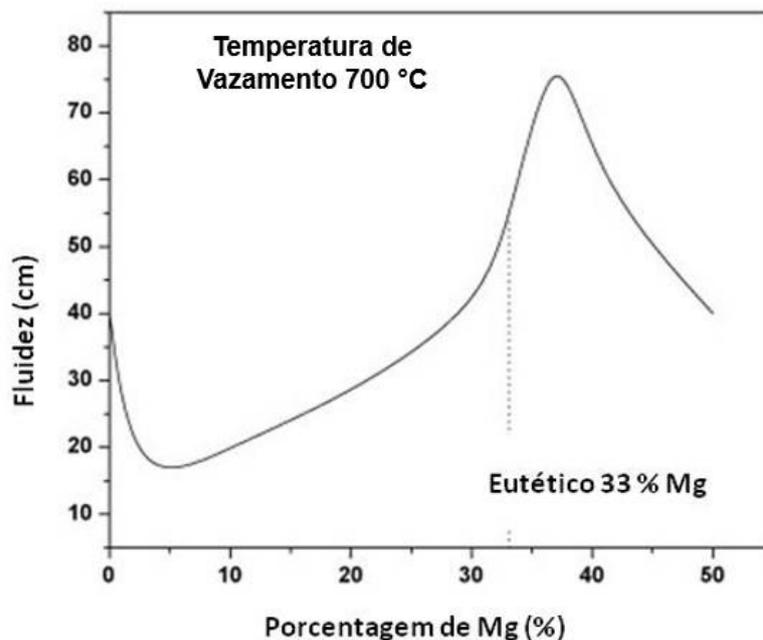


Figura 8 - Curva de fluidez espiral de ligas binárias Al-Mg (adaptado de [54]).

Ligas da série 5xxx possuem o magnésio como o principal elemento de liga. Sua solubilidade máxima no alumínio é de 15,4% em peso, mas o teor de magnésio em ligas trabalhadas atualmente não excede a 6,5%. O magnésio precipita preferencialmente nos contornos de grão como uma fase altamente anódica (Mg_5Al_3 ou Mg_5Al_8), que produz susceptibilidade à fissuração intergranular e a corrosão sob tensão. A adição de magnésio aumenta significativamente a resistência do alumínio sem diminuir excessivamente a ductilidade [50].

A literatura apresenta muitos exemplos de ligas ternárias Al-Mg-X, seus tratamentos térmicos e suas propriedades finais, porém estudos sistemáticos de solidificação a partir das composições binárias Al-Mg são escassos. Um desses estudos associa as taxas de resfriamento à formação das fases, rica em Al e eutética [55].

Liu e Kang, 1997 [55] investigaram a influência da composição e da taxa de resfriamento sobre a solidificação e segregação de ligas Al-Mg, para ligas com composição dentro do intervalo 2,46 a 11,07% de Mg (em peso). Estes autores constataram que ligas com baixo teor de Mg apresentavam uma microestrutura restrita a dendritas de α -Al, e que a fase eutética só ocorreria com

o aumento do teor de Mg, e nos instantes finais da solidificação. Observaram ainda que a formação e crescimento da fase eutética (α -Al + Al_8Mg_5) depende da taxa de resfriamento, e que, entretanto, para maiores taxas de resfriamento ($> 190 \text{ K min}^{-1}$) a concentração de Mg na fase Al_8Mg_5 diminui gradualmente. A Figura 9 mostra a influência do teor de Mg na fração da fase Al_8Mg_5 (a), e da taxa de resfriamento na formação ou na não formação de fase eutética para diferentes teores de Mg (b). Baixas concentrações de Mg permitem a formação de uma estrutura monofásica α -Al mesmo para altas taxas de resfriamento. Com aumento do teor de Mg, a reação eutética pode ser viabilizada. A fração formada de eutético diminuiu continuamente em função do aumento da taxa de resfriamento dentro do intervalo investigado (1 a 167 K/min) [55].

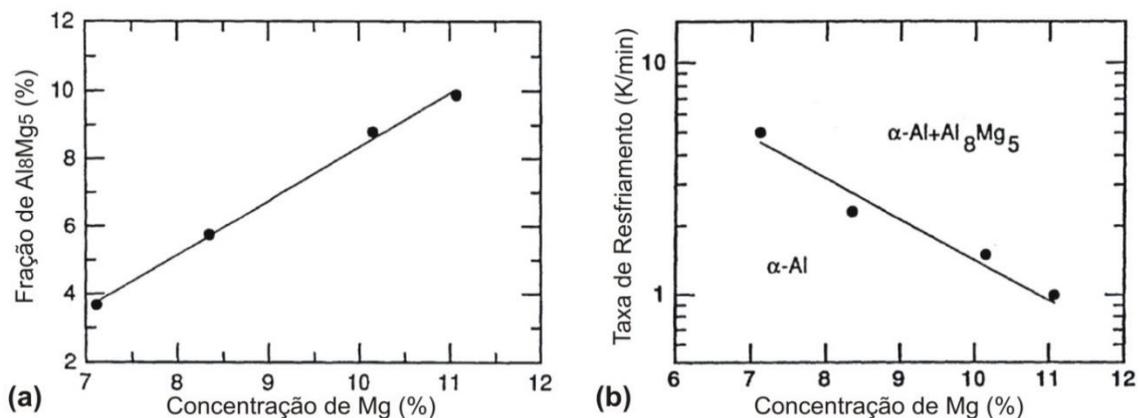


Figura 9 - a) Fração da fase Al_8Mg_5 em função do %Mg da liga; b) influência da taxa de resfriamento e do teor de Mg na formação do eutético α -Al + Al_8Mg_5 (adaptado de [55]).

Estudos envolvendo ligas Al-Mg e adições de terceiros e quartos elementos são encontrados em maior número tendo enfoque em tratamentos mecânicos da liga. A Figura 10 mostra o efeito do magnésio em solução sólida no limite de escoamento e alongamento específico para as ligas comerciais mais comuns de alumínio-magnésio [50].

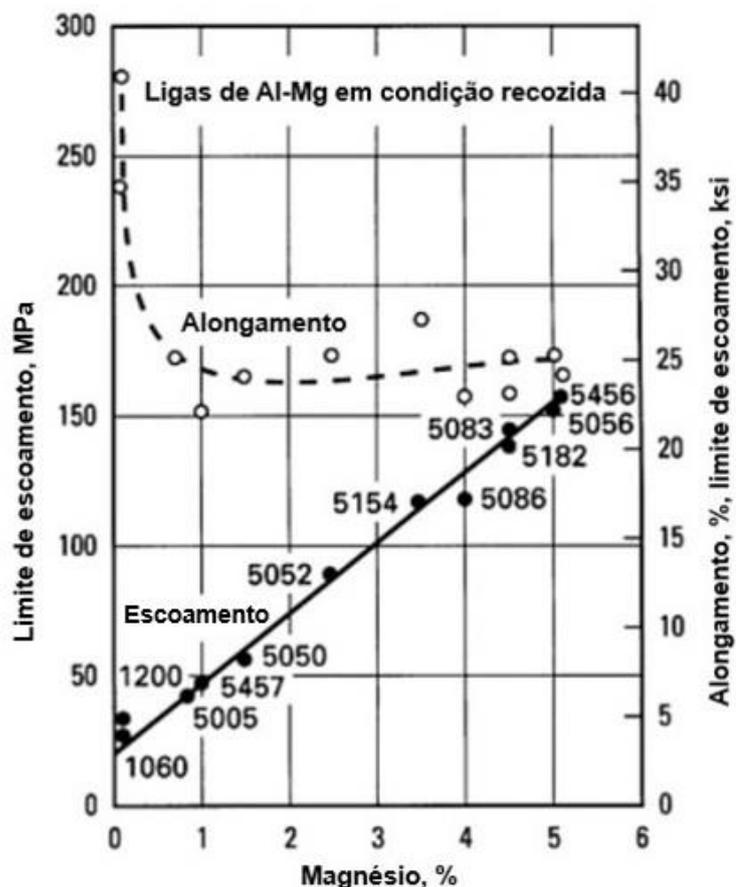


Figura 10 - Efeito do magnésio no limite de escoamento e alongamento de ligas de alumínio da série 5xxx (adaptado de [50]).

Trabalhos realizados recentemente citam que uma das principais causas no aumento da resistência mecânica de ligas da série 5xxx (Al-Mg) é a formação de solução sólida [1]. Ligas em que a quantidade de magnésio permanece em solução sólida ou está parcialmente precipitada como partículas em torno da matriz são geralmente mais resistentes à corrosão do que o alumínio puro comercial, resistentes à ação corrosiva provocada pela água do mar e algumas soluções alcalinas [56].

Ligas Al-Mg são ligas que não endurecem por tratamento térmico, ou seja, não sofrem envelhecimento e possuem baixa estabilidade térmica [57]. Em princípio, elas poderiam ser submetidas ao tratamento térmico de têmpera e ao envelhecimento, mas o aumento de resistência obtido pela precipitação das fases intermetálicas é mínimo, em decorrência da pequena quantidade de

precipitados. Entretanto, o Mg aumenta a resistência à corrosão do alumínio, diminuindo ligeiramente sua maleabilidade, o que resulta em propriedades complexas que tornam as ligas forjadas da série 5xxx, as mais difundidas das ligas de alumínio.

Segundo Mondolfo [10] as ligas comerciais à base de Al-Mg na condição como fundida não ultrapassam 0,8%Fe em peso em sua composição. Esse limite baseia-se no controle e limitação da formação de partículas intermetálicas deletérias ricas em Fe. No entanto, maiores teores de Fe podem ser incorporados em operações de corte e usinagem, aumentando o nível de impureza de ferro nessas ligas. Estudar ligas com teores superiores de ferro e compreender seus efeitos e eventuais benefícios torna-se, portanto, uma tarefa essencial no intuito de avaliar possibilidades mais viáveis economicamente de reciclagem desses materiais, envolvendo controle crítico do limite de ferro presente.

Magnésio é o principal elemento controlador das propriedades mecânicas de ligas comerciais fundidas Al-Mg. A Tabela 3.1 abaixo mostra os efeitos do Mg nestas propriedades.

Tabela 3.1 - Propriedades mecânicas de ligas comerciais Al-Mg (adaptado de [10])

<i>Liga</i>	<i>Condição</i>	<i>Dureza Vickers (MN/m²)</i>	<i>σ_u (MN/m²)</i>	<i>σ_e (MN/m²)</i>	<i>δ (%)</i>
2-3% Mg, 0-2% Zn	Areia	500-600	150-200	50-100	3-7
	Coquilha	500-700	170-200	70-150	3-8
	Recozido	400-550	150-250	80-150	25-35
	Trabalho a Frio	650-900	250-350	200-300	6-15
5-7% Mg	Areia	500-600	150-200	70-150	4-10
	Coquilha	600-800	200-300	100-200	5-12
	Recozido	600-800	250-350	120-250	20-30
	Trabalho a Frio	800-1000	400-500	250-350	10-15

Nas ligas ricas em Al do sistema binário Al-Mg a fase α -Al sempre estará em equilíbrio com a fase Al_8Mg_5 . O teor de Mg exercerá uma forte influência sobre a solidificação dessas ligas, e por consequência as proporções de fases resultantes e o processamento posterior serão afetados [57]. As fases constituintes da microestrutura de ligas da série 5xxx podem ser de variadas à complexas, em outras palavras, os constituintes finais dependerão da composição específica de cada liga, por exemplo, com a adição ou teores residuais de Mn, Si, Zn, Cr e Cu, podem ser formados os intermetálicos: $\text{Al}_{10}(\text{Mg},\text{Mn})_3$, $\text{Al}_8\text{Mg}_3\text{Mn}_3$, Mg_2Si , $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$, $\text{Al}_{18}\text{Cr}_2\text{Mg}_3$, Al_2CuMg e Al_6CuMg_4 [57]. Se considerarmos apenas um sistema Al-Mg com residuais de Fe, nenhuma fase intermetálica é formada entre os três elementos; entretanto, o Fe é um elemento que sempre estará presente em ligas comerciais de alumínio [12], e sua presença associada a dos demais elementos anteriores, pode levar a formação de intermetálicos do tipo: $\text{Al}_{15}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}$, $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$ e $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$.

Liu e Kang [55] promoveram a solidificação da liga Al-7%Mg em condições de resfriamento de $1^\circ\text{C}/\text{s}$. As fases presentes são mostradas na Figura 11 abaixo e envolvem a presença de α -Al, Al_8Mg_5 , assim como menores proporções das fases Al_6Fe e Mg_2Si , conforme indicado.

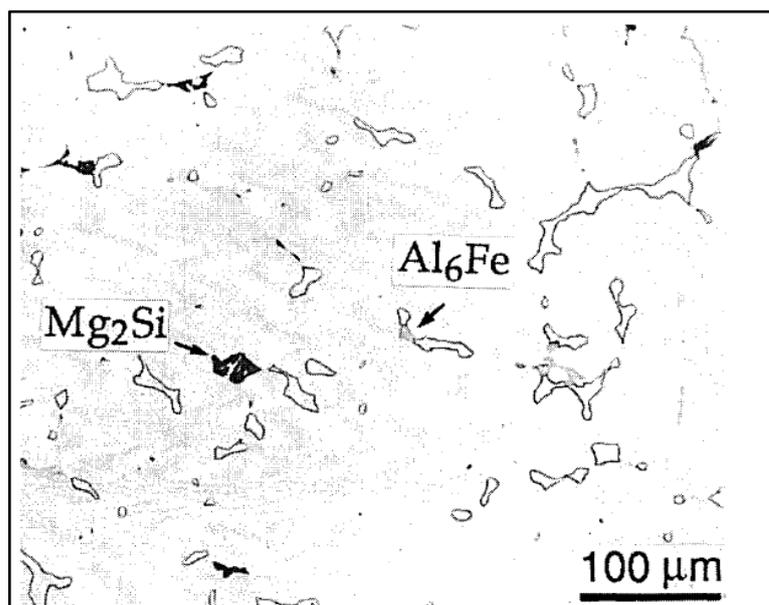


Figura 11 - Microestrutura bruta de fusão obtida para a liga Al-7%Mg-0,1%Fe-0,1%Si considerando taxa de resfriamento de $1,0\text{K}/\text{s}$ [55].

Kumar et al. [58], analisaram o comportamento da liga AA5754 (~3%Mg) durante a solidificação em coquilha com elevados teores de impureza (Fe, Si, Mn e Cu) a fim de caracterizar seu potencial para reciclagem. Os autores relatam que a adição de baixos teores desses elementos foi suficiente para mudar drasticamente o caminho de solidificação dessa liga. As fases previstas no caminho de solidificação calculado através do software ThermoCalc foram comprovadas após a caracterização microestrutural da liga através de análises com MEV/EDS. Foram constatadas as fases Al_2CuMg , Mg_2Si , que são fases intermetálicas ricas em Fe, além de intermetálicos complexos como: $\text{Al}_3(\text{Fe, Mn, Cu})_3\text{Si}$.

A literatura apresenta alguns exemplos de ligas ternárias Al-Mg-Fe e suas composições comerciais, aspectos microestruturais e suas propriedades finais, porém estudos sistemáticos de solidificação a partir das composições binárias Al-Mg- (Fe) são escassos.

Lu e coautores [59], por exemplo, examinaram a fabricação da liga 5052 (Al-Fe-Mg-Si-Cr) por meio da técnica de reofundição, realizada através de agitação por ultrassom e comparando as microestruturas e propriedades mecânicas obtidas com aquelas típicas de outras rotas de fabricação, sendo elas fundição por gravidade e fundição sob pressão. As propriedades mecânicas obtidas nas amostras processadas por reofundição foram superiores devido basicamente à formação de uma estrutura de glóbulos $\alpha\text{-Al}$.

Kim e coautores [60] estudaram a liga Al-7%Mg-1%Fe processada por laminação a quente e compararam os resultados obtidos com a liga binária Al-7%Mg. Foram determinados o coeficiente de encruamento (n) e a resistência à fluência. Embora uma microestrutura bastante refinada tenha sido obtida (grãos entre 10 e 15 μm), as partículas Al_3Fe não foram dispersas uniformemente. A liga ternária Al-Mg-Fe apresentou comportamento superplástico com alongamentos específicos de até 450% para temperaturas entre 465-480°C.

3.3 Ligas Al-Fe: Características E Propriedades

O ferro é uma das impurezas mais comuns encontradas no alumínio. Este possui uma alta solubilidade no alumínio líquido e, portanto, facilmente dissolvido

em todas as fases de fundição durante a produção. A solubilidade do ferro no estado sólido é muito pequena ($\sim 0,05\%$ em peso) e, assim, a maior parte do ferro presente no alumínio sobre esta quantidade aparece como uma segunda fase intermetálica em combinação com o alumínio e, muitas vezes outros elementos [50].

Devido ao seu limite de solubilidade, este elemento é utilizado em ligas de Al para condutores elétricos, o que proporciona um leve aumento na resistência e melhores características de fluência a temperaturas moderadamente elevadas [50]. A Figura 12 mostra a variação das propriedades mecânicas em função da presença associada Fe+Si no alumínio.

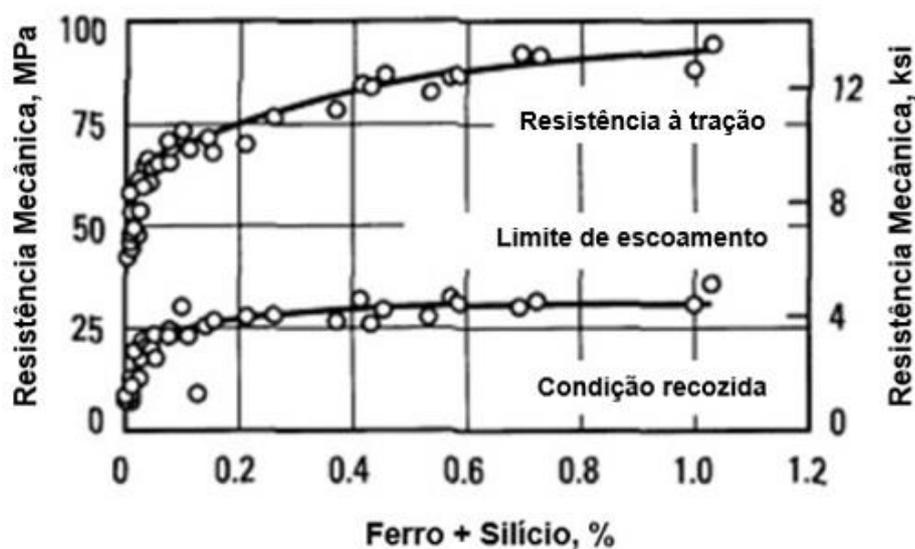


Figura 12 - Efeito da reduzida presença de impurezas de ferro+silício no limite de resistência à tração e no limite de escoamento do alumínio (adaptado de [50]).

O ferro está sempre presente nas ligas de alumínio comerciais ou mais puras, devido à contaminação pelo uso de ferramentas de aço durante a sua fabricação e também pela sua presença em sucata ou materiais utilizados na fusão [61].

Em algumas ligas, o ferro é adicionado intencionalmente. Por exemplo, em ligas de Al-Ni para aumentar a resistência à corrosão na presença do vapor d'água em temperaturas elevadas e em materiais condutores a fim de aumentar a resistência mecânica sem redução substancial na condutividade [10,62].

No sistema binário Al-Fe, para composições abaixo de ~37%Fe (em peso), além da solução sólida α -Al, a fase θ ou Al_3Fe ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$), existem como fases de equilíbrio únicas. A fase θ pode aparecer como um composto primário cristalizado ou como uma fase de formação do eutético dependendo do teor de ferro e das condições de resfriamento. Durante a solidificação transitória (fora do equilíbrio), a formação da fase em equilíbrio θ é suprimida pela formação de compostos no estado fora do equilíbrio como Al_6Fe , Al_mFe , Al_xFe , Al_9Fe_2 e algumas fases ainda não devidamente estabelecidas. O tipo das fases metaestáveis formadas é controlado primeiramente pela composição da liga e da taxa de resfriamento local [12,63].

Estas ligas são tipicamente processadas pela fundição em molde metálico (*DC-direct chill*), que é realizada em condições de solidificação transitória. Por este motivo, a taxa de resfriamento varia significativamente ao longo do fundido, causando a formação de fases intermetálicas metaestáveis (Al_mFe , Al_6Fe , etc.) além das fases estáveis Al_3Fe [64]. De acordo com Olaru e coautores, 2007; a distribuição final de tensões ao longo da microestrutura é afetada pela orientação de crescimento destas fases [65].

A morfologia da microestrutura e o tamanho dos intermetálicos em ligas Al-Fe estão intimamente ligados às propriedades finais. Por exemplo, a deformação de ligas de Al-Fe depende principalmente do tamanho e distribuição dos intermetálicos, sendo que partículas grosseiras de Al_3Fe tendem a trincar e produzir entalhes que reduzem a deformação e a resistência à fadiga [66].

Allen e coautores, 1998 [67]; estudaram as ligas Al-0,5-1,5%Fe e observaram a coexistência de Al_3Fe e Al_6Fe sobre a velocidade de solidificação na ordem de 0,2-0,6mm/s, que se mostraram independentes do teor de Fe. Os autores observaram também que quando a velocidade excede 0,6mm/s, somente partículas intermetálicas de Al_6Fe podem ser detectadas. Parece razoável acreditar que tais fases, como uma parte da mistura eutética, podem influenciar diferentemente as propriedades mecânicas das ligas binárias de Al-Fe.

Campbell reportou que o tamanho e distribuição destas fases podem afetar as propriedades mecânicas, especialmente considerando sistemas que

possuem partículas frágeis e em forma de placas na matriz dúctil. Intermetálicos de Al-Fe em forma de placas grosseiras na mistura eutética, podem degradar as propriedades mecânicas resultantes [68]. Keong e coautores encontraram que ligas com partículas de Al_6Fe incorporadas na matriz rica em alumínio apresentam maior resistência mecânica que as ligas bases com Al_3Fe , apesar de um nível menor de ductilidade [69].

As ligas hipoeutéticas Al-Fe com variação de adição de Fe entre 0,5 e 1,5%Fe apresentam microestrutura totalmente celular segundo resultados apresentados por Goulart et. al. [66]. O espaçamento intercelular (λ_c) aumenta com a diminuição das variáveis térmicas de solidificação como velocidade de deslocamento de isoterma liquidus (V_L) e taxa de resfriamento (\dot{T}_L). A faixa de variação obtida para λ_c foi entre 5 e 20 μ m durante solidificação unidirecional transitória. Alguns exemplos de microestrutura destas ligas podem ser vistos na Figura 13 a seguir, com destaque para a região eutética e morfologia dos intermetálicos. Outras evidências experimentais importantes foram obtidas recentemente em trabalhos realizados por [12,70] concernentes à natureza, distribuição e morfologia dos intermetálicos Al-Fe presentes nestas ligas, suas variações em função do teor de soluto e da taxa de resfriamento, e contribuições como partículas de reforço do crescimento celular durante submissão dos lingotes a ensaios de dureza e tração. A presença de diferentes intermetálicos (Al_3Fe , $Al_{13}Fe_4$ e Al_6Fe) se mostrou inexpressiva no que tange à variação da microdureza Vickers. Isto indica claramente que o controle desta propriedade mecânica é dependente do espaçamento intercelular.

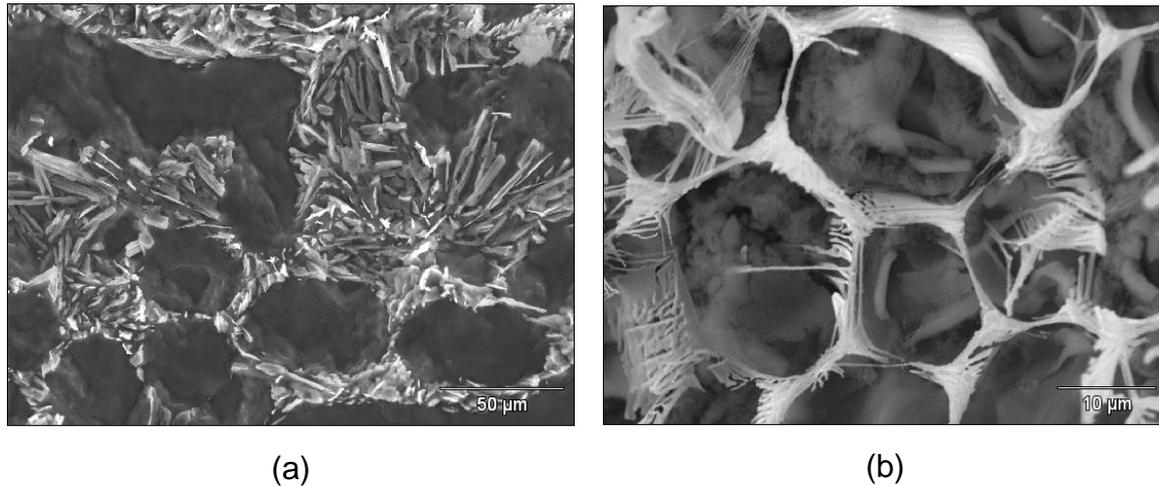


Figura 13 - Microestruturas MEV de amostras parcialmente dissolvidas das ligas hipoeutéticas Al-1,5%Fe obtidas para condições (a) estacionária - placas Al_3Fe e (b) transitória de solidificação - fibras Al_6Fe [66].

Gremaud e outros [71,72] reportaram resultados de microestruturas Al-Fe na solidificação rápida obtida por experimentos de fusão a laser. Conforme estes autores, a imposição de condições de solidificação rápida (altas taxas de resfriamento) resultou na substituição do eutético estável Al- Al_3Fe pelo eutético metaestável Al- Al_6Fe . Estruturas celulares-dendríticas, estruturas alinhadas e soluções sólidas completamente saturadas foram observadas. A matriz dendrítica obtida foi considerada muito refinada uma vez que valores de espaçamento dendrítico primário muito reduzidos foram encontrados.

Em estudos recentes, Goulart [12] investigou em um sistema de solidificação resfriado a água de uma liga hipoeutética de Al-Fe e encontrou que células mais finas estão associadas com um aumento da resistência mecânica causada pela distribuição mais homogênea de compostos intermetálicos de Al_6Fe em torno de regiões intercelulares. Em 2010, mais experimentos realizados por Goulart [73] com ligas hipoeutéticas de Al-Fe, mostraram que com o aumento do teor de Fe, uma maior densidade de fibras eutéticas foram observadas, que melhoram a resistência a tração, mas reduzem a ductilidade.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia experimental para o desenvolvimento deste estudo consistiu das seguintes etapas:

1. Obtenção das ligas do sistema ternário Al-Mg-Fe;
2. Obtenção dos lingotes solidificados unidirecionalmente;
3. Obtenção dos perfis térmicos durante a solidificação direcional em regime transitório de extração de calor;
4. Determinação do tempo de passagem das isothermas *liquidus* por posições específicas do lingote;
5. Determinação das variáveis térmicas experimentais de solidificação para cada liga, quais sejam taxa de resfriamento e velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*;
6. Caracterização macroestrutural;
7. Caracterização microestrutural por microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-x (DRX); e medição dos espaçamentos interdendríticos (λ_1, λ_2);
8. Ensaio de tração para determinação das relações entre limite de resistência à tração (σ_u), limite de escoamento (σ_e), alongamento específico (δ) e espaçamentos interdendríticos (λ_1, λ_2);
9. Determinação das inter-relações experimentais do tipo microestrutura-parâmetros térmicos de solidificação e do tipo microestrutura-propriedades mecânicas.

O fluxo do procedimento experimental é apresentado na Figura 14.



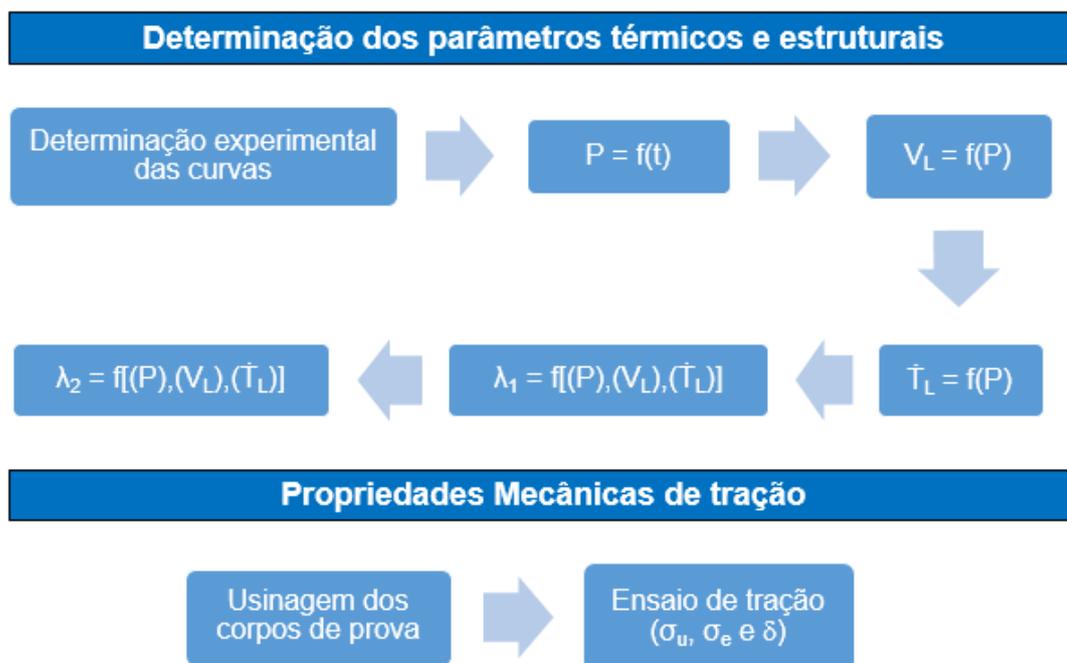


Figura 14 - Fluxograma do procedimento experimental para desenvolvimento do trabalho com ligas Al-Mg-Fe.

4.1 Equipamentos E Materiais Utilizados

Para os cortes dos metais puros, uma serra de fita fabricação Franho, modelo FM-50 com refrigeração foi utilizada. Na preparação das ligas, uma balança eletrônica de precisão, modelo AB-204 METTLER fabricada pela TOLEDO, com carga máxima 210 g e carga mínima 0,10 g, foi necessária para o exato balanço de massas (estequiometria).

As ligas Al-Mg-Fe foram preparadas fundindo as quantidades dos elementos alumínio, magnésio e ferro de alta pureza em um cadinho de carbetto de silício fabricado pela Carbosil modelo AS 6, inserido dentro do forno de indução fabricação Inductotherm VIP modelo power-trak 50-30 R. Os resultados das análises químicas do alumínio, magnésio e ferro são apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Composição química dos metais utilizados para a preparação das ligas obtida pelo equipamento SPECTROLAB F por espectrometria por emissão óptica

Metal	Composição química (% em peso)								
	Al	Si	Mn	Fe	Cu	Mg	Ti	Zn	Ni
Al	99,83	0,06	-	0,1	0	0	0	0,01	-
Fe	-	0,01	-	99,97	0,01	-	-	-	0,01
Mg	6,981	0,138	0,139	0,001	0,115	91,877	-	0,631	-

A liga foi vazada no molde do dispositivo de solidificação direcional e a solidificação natural foi observada. Após a total solidificação do metal, o aquecimento no dispositivo de solidificação foi realizado até uma temperatura maior que a *T_{liquidus}*, e assim, as resistências elétricas foram desligadas para que a solidificação direcional pudesse ser iniciada, e ao mesmo tempo, o controle do fluxo de água foi aberto. Durante a solidificação, as temperaturas foram registradas a partir da interface metal/molde, com o auxílio de termopares tipo K, com bainha em aço inox 304 de 1 m de comprimento e diâmetro de 1,6 mm, estrategicamente posicionados ao longo da lingoteira. Estes termopares são identificados por letras segundo a I.S.A. (Instrument Society of America) e adotados como padrão americano na ANSI C96-1963.

Para o registro dos perfis térmicos o sistema de aquisição de dados marca ALMEMO, modelo 2890-8 apresenta uma configuração que permite a aquisição de dados térmicos em até nove canais de entrada e dois canais de saída, e possui resolução de leitura de um ponto por segundo. As medições são realizadas em tempo real pelo software do fabricante e as transforma em dados digitais.

4.2 Dispositivo De Solidificação Vertical Ascendente

Para permitir que uma condição de fluxo de calor transiente seja alcançada, um sistema de solidificação direcional foi utilizado neste experimento como detalhado na Figura 15. O calor é direcionalmente extraído somente

através da chapa de aço baixo carbono refrigerado à água, promovendo a solidificação direcional vertical ascendente [70].

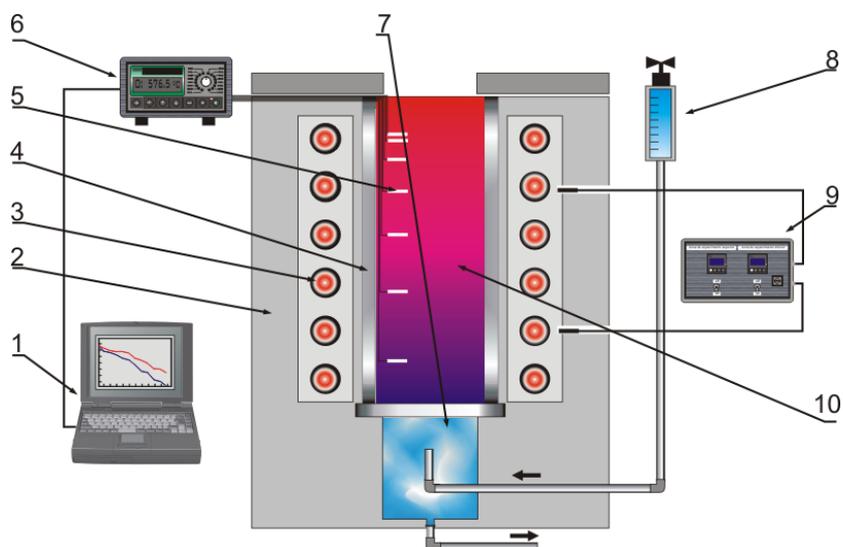


Figura 15 - Esquema do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente: 1. Aquisição via computador; 2. Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida; 5. Termopares tipo K; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Câmara de refrigeração; 8. Rotâmetro; 9. Controle de potência do forno, 10. Metal líquido.

O dispositivo de solidificação vertical ascendente utilizado neste experimento (Figura 16) foi projetado com o intuito de permitir a solidificação unidirecional de metais no sentido ascendente, o que possibilita atingir uma ampla faixa de taxas de resfriamento e espaçamentos microestruturais em um mesmo lingote e torna possível a obtenção das relações funcionais que descrevem a correlação entre espaçamentos dendríticos e variáveis térmicas de solidificação. O forno utilizado no dispositivo de solidificação é constituído de resistências elétricas, montadas em uma peça refratária cilíndrica, com potência controlada, permitindo a obtenção de diferentes níveis de superaquecimento para o metal líquido. Para assegurar o isolamento térmico uma camada de cimento refratário separa a peça refratária que suporta as resistências elétricas do contato com o meio ambiente, dificultando a nucleação de cristais principalmente nas paredes internas da lingoteira durante o processo de solidificação.

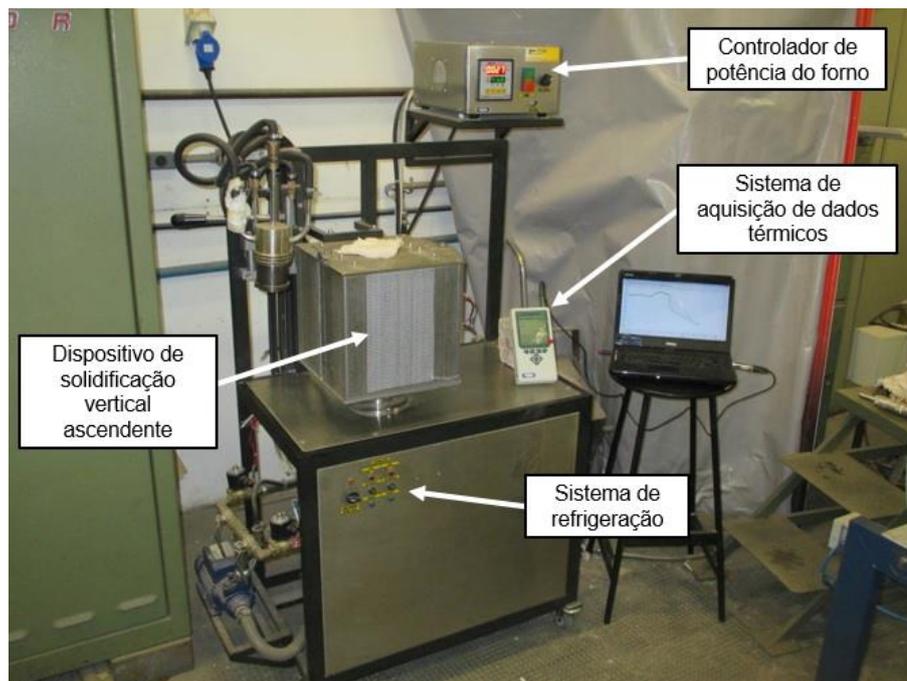


Figura 16 - Sistema experimental usado no experimento de solidificação unidirecional vertical ascendente.

Um molde bipartido de aço inoxidável AISI 310 (lingoteira) com diâmetro interno de 60 mm, altura de 157 mm e espessura de parede de 5 mm foi utilizado. Para minimizar a perda radial de calor, vedar a lingoteira e facilitar a desmoldagem, a superfície lateral interna do molde foi coberta com uma pintura cerâmica isolante constituída de cimento silico-aluminoso. Uma chapa molde fina (3 mm) de aço carbono 1020 foi utilizada para o fechamento da parte inferior do molde. A lingoteira possui 8 furos de 1,5mm de diâmetro em suas laterais para a passagem de termopares que monitoram a evolução das temperaturas do metal. A Figura 17 mostra a lingoteira devidamente coberta pela pintura cerâmica e a chapa molde utilizada nos experimentos de solidificação direcional.



Figura 17 - Lingoteira de aço inoxidável AISI 310 com chapa molde de aço carbono 1020.

4.3 Determinação Das Variáveis Térmicas De Solidificação

As variáveis térmicas de solidificação foram determinadas através dos dados gerados pelas curvas de resfriamento, a partir das temperaturas medidas pelos termopares registrados durante o processo de solidificação, de acordo com os seguintes procedimentos:

4.3.1 Tempos De Passagem Da Isoterma *Liquidus* (t_L)

Os resultados de posição e tempo (P , t), alcançados a partir do procedimento experimental, permitem que sejam traçados gráficos experimentais da posição da isoterma *liquidus* com o tempo. As funções $P = f(t)$ são obtidas a partir da intersecção da reta de cada temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento de cada posição dos termopares (P), ou seja, a partir da T_L da liga analisada uma reta paralela ao eixo dos tempos é traçada, conforme mostrado na figura 18. Pelas intersecções dessa reta com os perfis térmicos obtêm-se os tempos correspondentes. Esses tempos são definidos como sendo

os tempos de passagem da isoterma *liquidus* em cada posição monitorada pelo termopar.

4.3.2 Velocidade De Deslocamento Da Isoterma *Liquidus* (V_L)

As velocidades experimentais de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), para todas as ligas, são determinadas através da derivada da função $P = f(t_L)$,

isto é, $V_L = \frac{dP}{dt}$, onde:

V_L é a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*;

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

t_L é o tempo de passagem da isoterma *liquidus*.

4.3.3 Taxas De Resfriamento (\dot{T}_L)

As taxas de resfriamento (\dot{T}_L), para cada posição dos termopares, foram obtidas experimentalmente a partir da intersecção da reta de cada temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares, e pelo resultado da derivada de equação alcançada através da leitura direta do quociente das temperaturas imediatamente antes e depois da T_L e dos tempos correspondentes, isto é, $\dot{T}_L = \frac{dT}{dt}$.

4.3.4 Gradiente De Temperatura (G_L)

Os gradientes térmicos (G_L), para as ligas a serem analisadas, foram obtidos a partir do quociente da taxa de resfriamento (\dot{T}_L) e as velocidades experimentais da isoterma *liquidus* (V_L), isto é, $G_L = \frac{\dot{T}_L}{V_L}$, onde:

G_L é o gradiente térmico;

\dot{T}_L é a taxa de resfriamento;

V_L é a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*.

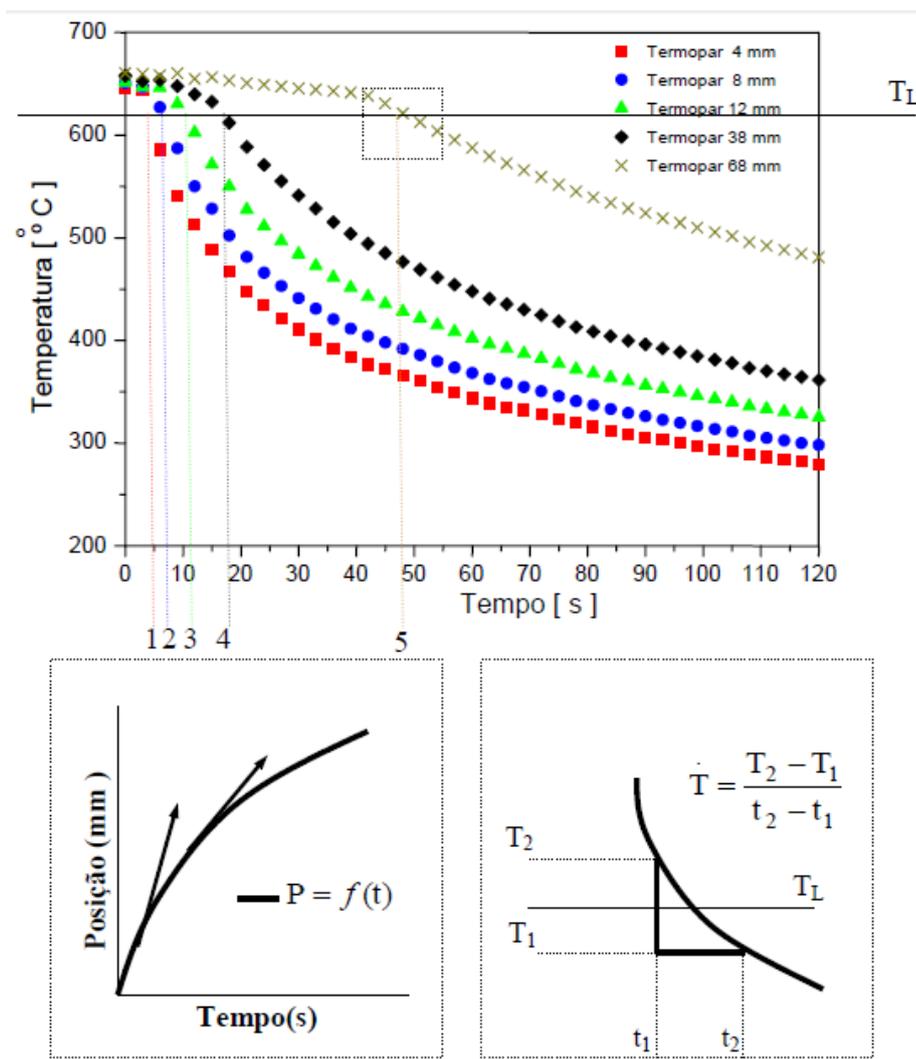


Figura 18 - Procedimento experimental para determinação das variáveis térmicas de solidificação [74].

Para obter de forma prática as temperaturas *liquidus* e *solidus* de cada liga ternária foi realizado o vazamento de uma pequena quantidade de metal em um cadinho de Carbetto de Silício, este inserido no forno de indução (desligado). Uma manta térmica foi colocada ao redor do cadinho para favorecer uma extração de calor mais lenta, sendo possível evidenciar as transformações físicas (líquido / sólido) durante a solidificação.

Neste trabalho, foram computados os caminhos de solidificação das ligas Al-Mg-Fe, os quais foram calculados com o auxílio do software de termodinâmica computacional Thermo-Calc.

4.4 Procedimento Experimentais Para Caracterização Das Estruturas de Solidificação

4.4.1 Análise Macrográfica

O aparecimento de grãos cristalinos ocorre com a solidificação de um líquido, onde estes nucleiam e crescem a partir de condições termodinamicamente favoráveis, desenvolvendo uma macroestrutura para o sólido recém-solidificado. A macroestrutura de um metal solidificado, logo, será então caracterizada pelos seus grãos cristalinos, dependendo de suas formas, tamanhos e distribuições, o que poderá ser determinado pelo processo de solidificação do líquido, podendo gerar grãos coquilhados, equiaxiais ou colunares [13]. Diversos parâmetros podem influenciar na prevalência de um tipo sobre o outro ou até mesmo no convívio destes. Alguns parâmetros são: temperatura de vazamento, tipo de molde, taxa de resfriamento, composição da liga, fração da fase eutética, presença de refinadores de grão, etc.

Foi realizada a análise macrográfica para verificação da existência e a observação da extensão da região colunar induzida pelas condições de solidificação, conforme procedimento descrito abaixo:

- ✓ O lingote cilíndrico por liga foi seccionado ao longo do seu eixo vertical, conforme figura 19, sendo a superfície lixada com lixas de granulação 100, 220, 320 e 400 *mesh*. O ataque químico foi realizado com o reagente Poulton, que é composto de uma solução de 5 mL H₂O, 30 mL HNO₃, 60 mL HCl e 5 mL HF, para revelar a macroestrutura por aproximadamente 5-10s.

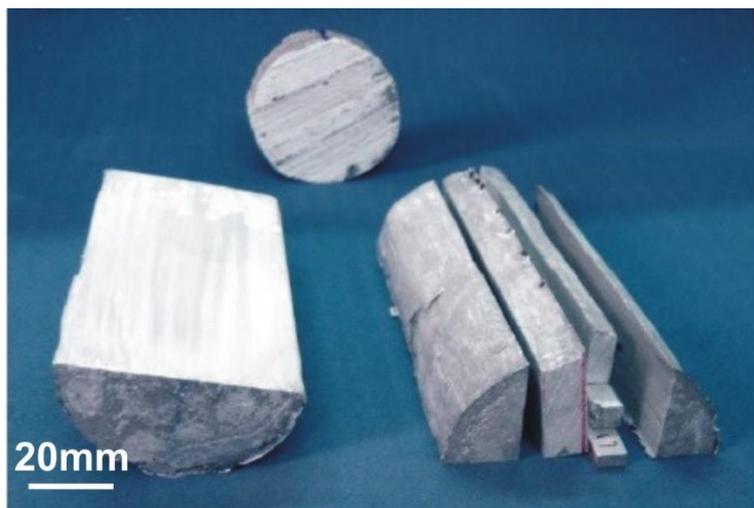


Figura 19 - Lingote seccionado para macro e micrografia das ligas Al-Mg-Fe.

4.4.2 Análise Micrográfica - Determinação Dos Espaçamentos Dendríticos

A interface entre o líquido e o sólido, durante a solidificação, influencia a microestrutura presente em uma liga. Esta interface depende da relação G -gradiente térmico/ v -velocidade de solidificação, composição química e taxa de resfriamento. Com a alteração de parâmetros térmicos do sistema metal/molde, a frente de solidificação pode passar da forma planar para formas celular e dendríticas. Nesta interface, o soluto ou o solvente é segregado, o que acaba provocando uma distribuição não uniforme do líquido na interface, originando a instabilidade desta e fazendo com que haja acúmulo de solvente ou soluto na interface sólido-líquido, favorecendo a nucleação, o que gera maior instabilidade, sendo tal fenômeno conhecido como super-resfriamento constitucional.

As amostras para metalografia foram mapeadas, devidamente identificadas conforme as posições dentro do lingote a partir da interface metal/molde, sendo em seguida retalhadas (Figuras 19 e 20), embutidas a frio, lixadas com lixas de granulação de 100 a 1200 mesh, e polidas manualmente com auxílio de politriz rotativa e de suspensão metalográfica de alumina (granulometria de $0,3 \mu\text{m}$). As posições monitoradas para as ligas Al-7,0%Mg-1,5%Fe e Al-1,2%Mg-1,5%Fe foram 5mm, 10mm, 15mm, 20mm, 30mm, 40mm, 50mm, 60mm, 70mm e 90mm em relação à base do lingote. Para o acabamento, foi realizado um polimento ultra-fino com politriz de vibração. Por fim, a

microestrutura foi revelada com a utilização de uma solução aquosa de NaOH, utilizando uma proporção de aproximadamente 1g de NaOH para 1g de H₂O.

As medidas dos espaçamentos dendríticos primários (EDP ou λ_1) e secundários (EDS ou λ_2), e a obtenção de micrografias representativas foram feitas utilizando-se microscopia óptica com sistema de inspeção e aquisição de imagens. O registro das microestruturas foi realizado com auxílio do microscópio óptico Olympus BX41M-LED, com câmera Infinity 1 e do sistema de processamento de imagens Infinity V6.3.0 acoplado ao microscópio. Para a etapa de medição dos espaçamentos microestruturais o software ImageJ versão 1.46r foi utilizado.

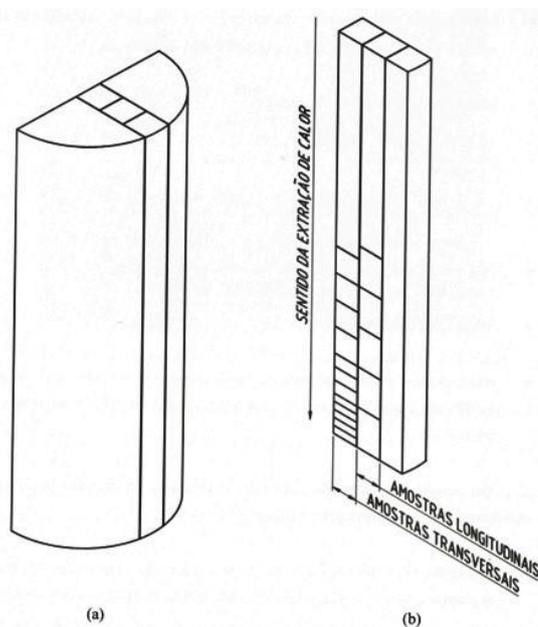


Figura 20 - Representação esquemática da retirada das amostras (a) metade do lingote: a partir do filete central serão removidas as amostras para análise microestrutural; (b) retalhamento das amostras para embutimento [75].

O “método do triângulo” foi utilizado para quantificar os valores dos espaçamentos primários (λ_1), segundo o qual o triângulo é formado unindo-se três centros de dendritas vizinhas, sendo que cada lado do triângulo formado corresponde a λ_1 . Para a medição de λ_2 foi realizado o método do intercepto sobre as amostras longitudinais dos lingotes, segundo o qual a média da distância entre os ramos secundários adjacentes de uma dendrita primária corresponde a λ_2 , isto é, $\lambda_2 = N/(n-1)$, onde “N” representa o comprimento medido

em uma dendrita primária e “n” refere-se ao número de ramos secundários adjacentes no comprimento medido em uma dendrita primária [36].

Levando em consideração cada espaçamento dendrítico, no total foram executadas em média 40 medidas para cada posição selecionada, sendo ao final, obtida uma média dos valores e um intervalo de dispersão. A Figura 21 mostra as representações dos métodos que foram usados nas medições.

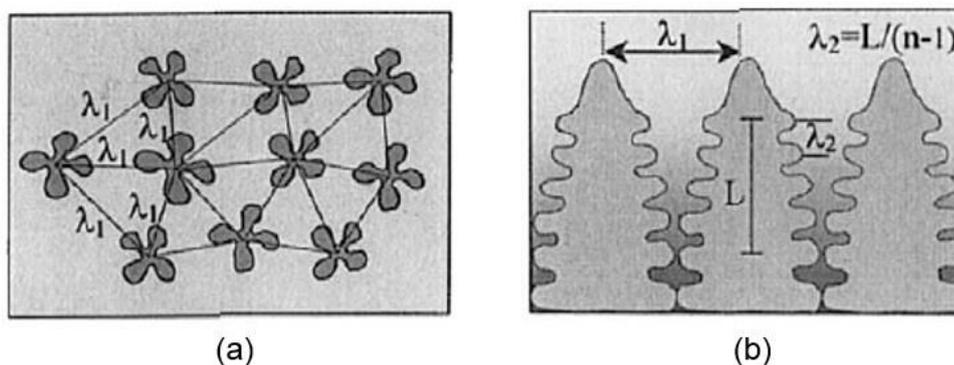


Figura 21 - Esquema representativo do método utilizado para quantificar os espaçamentos dendríticos (a) método de medição de λ_1 ; (b) método de medição λ_2 [36].

4.5 Ensaios De Tração

As amostras para confecção dos corpos de prova para o ensaio de tração foram retiradas dos lingotes obtidos do experimento no plano perpendicular ao avanço da frente de solidificação, ou seja, na direção transversal ao fluxo de calor. O plano perpendicular ao fluxo é o único sobre o qual se pode obter uma certa uniformidade dos espaçamentos dendríticos, tornando possível a correlação entre os espaçamentos dendríticos (λ_1 e λ_2) e as propriedades de resistência à tração (σ_u , σ_e e δ). Além disso, um dos principais objetivos para a escolha do sentido perpendicular de retirada das amostras para usinagem foi estudar a influência dos espaçamentos secundários (λ_2) e das partículas intermetálicas nas propriedades mecânicas. Os ensaios de tração foram executados segundo preserva a norma ASTM E8 / E8M-11 [76]. A Figura 22

mostra esquematicamente o modo como foram retirados os três (3) corpos de prova por posição.

As posições de retirada de corpos-de-prova foram 0-12mm, 14-26mm, 28-40mm, 42-54mm, 56-68mm, 70-82mm e 84-96mm. Uma perda de aproximadamente 2 mm para cada corte na obtenção dos blocos para a confecção dos corpos-de-prova de tração é prevista. Por este motivo, uma margem de 2mm entre cada posição estabelecida no lingote foi considerada. O equipamento utilizado para os ensaios de tração foi uma máquina universal de ensaios mecânicos Instron modelo 5500R, com uma velocidade de deslocamento de 1mm/min.

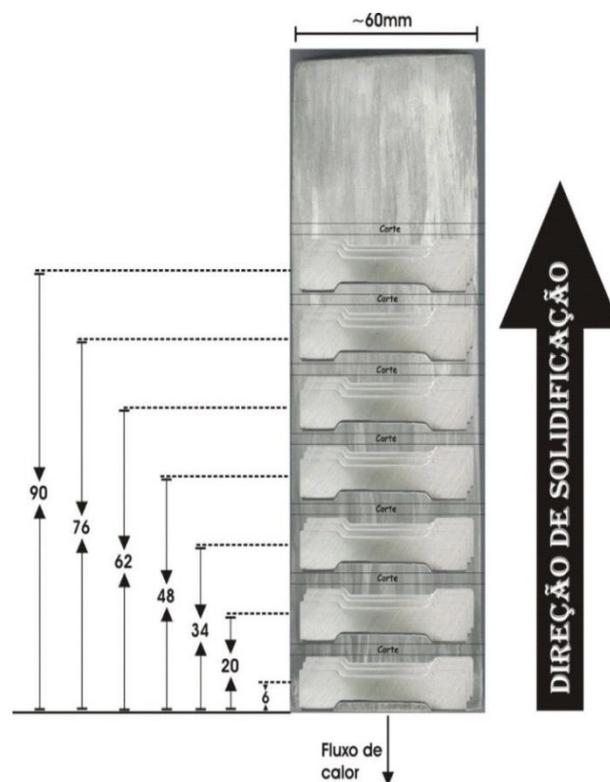


Figura 22 - Esquematização para retirada dos corpos de prova para ensaio de tração das ligas Al-Mg-Fe (dimensões em mm).

As dimensões dos corpos-de-prova utilizados neste trabalho são apresentadas na Figura 23.

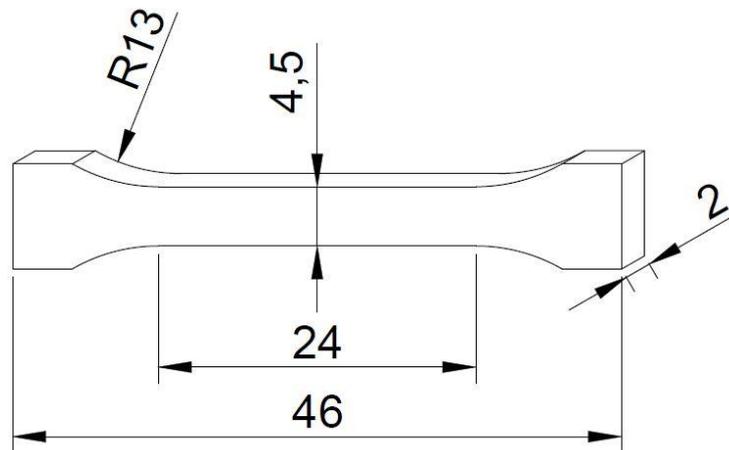


Figura 23 - Desenho esquemático dos corpos de prova para ensaio de tração conforme norma ASTM E8 / E8M-11 (dimensões em mm) [76].

4.6 Caracterização Microestrutural

4.6.1 Difração De Raios-X

Espectros de difração de raios-X (DRX) foram determinados para diferentes posições ao longo dos lingotes. Assim, as fases presentes e as intensidades dos picos foram relacionadas com a evolução da taxa de resfriamento ao longo do comprimento dos lingotes, levando em conta ainda os possíveis efeitos da variação do teor de Mg. A preparação das amostras envolveu o aplainamento e acabamento de suas superfícies. O difratômetro de Raios-X (Figura 24) usado é da marca Siemens, modelo D5000 com radiação Cu-K α e com comprimento de onda (λ) de 0,15406 nm e intervalo de varredura de 20-90°. Este equipamento está localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE)-UFSCar/DEMa.



Figura 24 - Difratorômetro de Raios-X marca Siemens modelo D5000.

4.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para a investigação da microestrutura de materiais, o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é um dos equipamentos mais versáteis que existem. Sob o bombardeio de elétrons, uma variedade de sinais são gerados que podem ser utilizados para a caracterização do material. Utilizando os elétrons secundários, o MEV amplia sua faixa de resolução para alguns nanômetros, fazendo uma ponte entre a microscopia óptica e a microscopia eletrônica de transmissão (MET). Em adição da maior resolução lateral, o MEV possui uma maior profundidade de campo comparado ao microscópio óptico, devido ao pequeno tamanho de abertura da lente final e a pequena distância de trabalho. Este equipamento oferece muitas possibilidades para a formação da imagem que são usualmente fáceis de interpretação e irão revelar imagens claras de superfícies polidas e atacadas, bem como superfícies rugosas e partículas. A microsonda EDS (energy dispersive spectroscopy) anexada ao MEV apresenta análise qualitativa e quantitativa da composição química com uma típica resolução lateral de um micrometro e uma resolução de profundidade típica de alguns décimos de micrometro. Devido ao seu relativo fácil manuseio, o MEV é utilizado para uma grande variedade de aplicações na pesquisa de

materiais, desenvolvimentos de materiais, análises de falha e controle de qualidade [77].

O MEV foi utilizado para obtenção de imagens mais detalhadas das microestruturas brutas de solidificação das ligas Al-Mg-Fe, objetivando uma avaliação geral das fases presentes levando em consideração cada posição ao longo dos lingotes solidificados unidirecionalmente. Os microscópios eletrônicos de varredura que foram utilizados são: Philips modelo XL-30 FEG (Figura 25a) e FEI modelo INSPECT S50 (Figura 25b), ambos do LCE - UFSCar/DEMa. As análises químicas locais e os mapeamentos químicos foram realizados por meio da técnica de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) acoplada aos microscópios eletrônicos.



(a)



(b)

Figura 25 - Microscópios Eletrônicos de Varredura: (a) Philips modelo XL-30 FEG e (b) FEI modelo INSPECT S50.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Aspectos Da Macroestrutura E Microestrutura

A Figura 26 mostra as macroestruturas das ligas Al-1,2%Mg-1,5%Fe e Al-7,0%Mg-1,5%Fe solidificadas direcionalmente em regime transitório de fluxo de calor obtidas em corte longitudinal e após ataque químico. Em ambas macrografias, uma predominância de grãos colunares alinhados é observada. Alguns destes grãos colunares foram selecionados de maneira a permitir que uma série de micrografias fossem reveladas ao longo do comprimento de cada liga Al-Mg-1,5%Fe fundida. Conseqüentemente, microestruturas transversais e longitudinais das ligas Al-1,2%Mg-1,5%Fe e Al-7,0%Mg-1,5%Fe representam imagens de grande amplitude ao longo dos grãos colunares como pode ser visto nas Figuras 27 e 28.

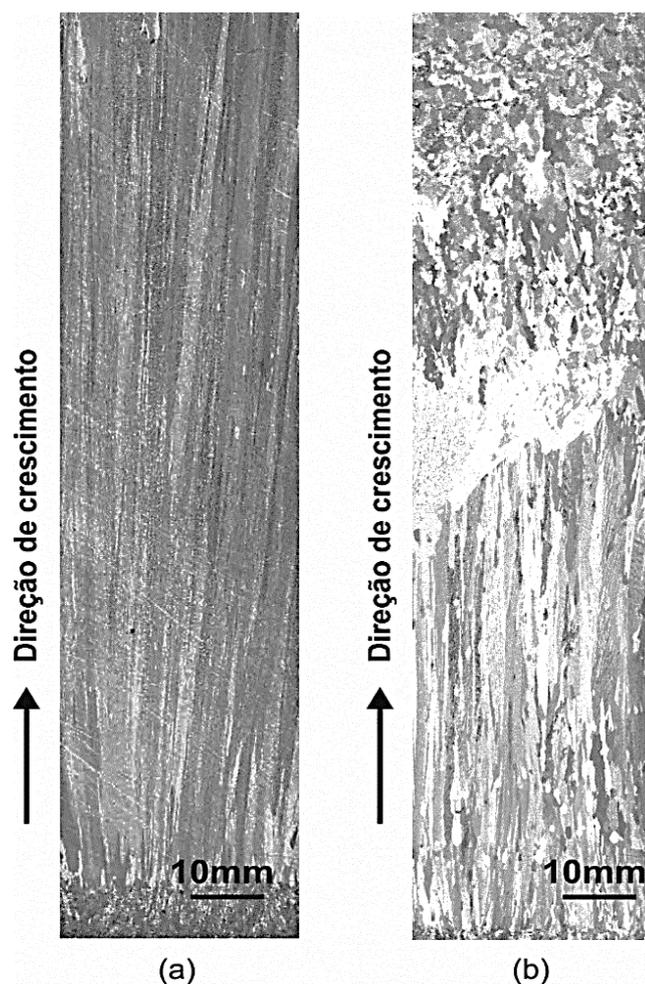


Figura 26 - Macroestruturas longitudinais obtidas a partir das ligas solidificadas direcionalmente: (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe.

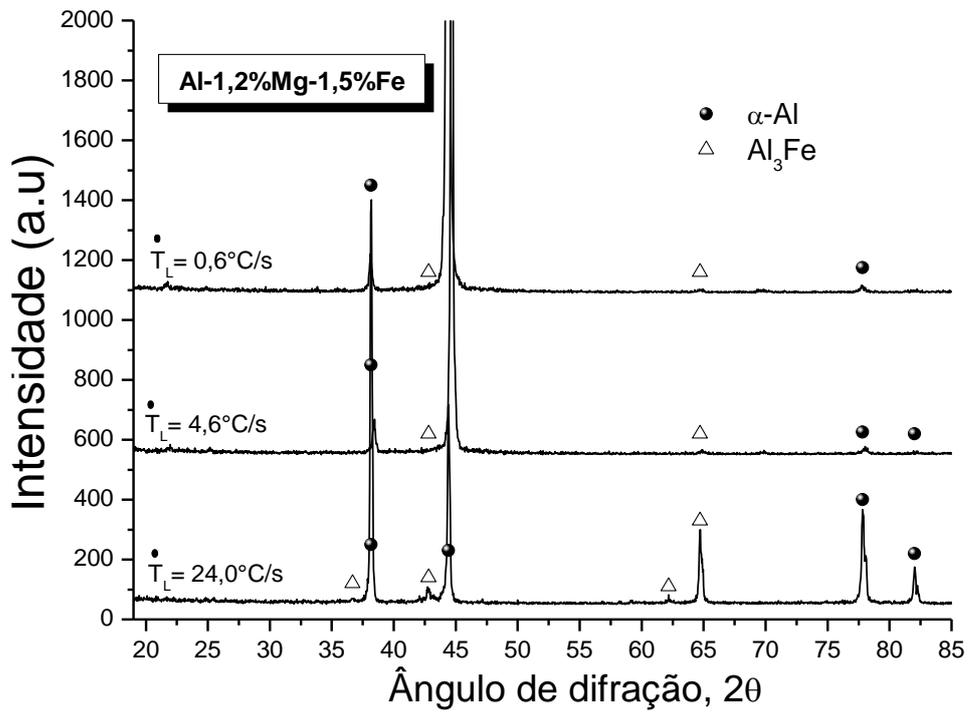
A matriz α -Al da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe possui uma microestrutura dendrítica ao longo de todo comprimento do lingote solidificado direcionalmente com uma pequena proporção de partículas intermetálicas grosseiras desenvolvidas em seções muito próximas à interface metal/molde da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe (ver figuras 27a e 27b). Podem ser observadas ramificações dendríticas de α -Al mais desenvolvidas nas microestruturas da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe (Figura 28), justificadas devido ao teor de Mg mais elevado. O crescimento celular é característico das ligas de Al-Fe hipoeutéticas como previamente reportado na literatura [12,78]. No entanto, a adição de menores quantidades de Mg, como é o caso da liga ternária Al-1,2%Mg-1,5%Fe, é o suficiente para desestabilizar o crescimento celular, promovendo assim o crescimento de dendritas α -Al.

Compostos intermetálicos (IMCs) grosseiros podem ser também identificados nas microestruturas associadas com menores velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) em torno de 0,6 mm/s (Figuras 27e-f e 28e-f). Tais condições de resfriamento lento estão associadas com as posições mais distantes da interface metal/molde das ligas Al-Mg-Fe, que favorecem o desencadeamento de mecanismos de engrossamento durante o crescimento das fases a partir da fusão. Ambas as escalas de comprimento da microestrutura dendrítica e o tamanho dos IMCs dentro das regiões interdendríticas são afetados pela diminuição da velocidade da isoterma *liquidus* (V_L), como pode ser observado comparando os aspectos microestruturais nas figuras 27 e 28. Por exemplo, o espaçamento dendrítico secundário (λ_2), variou de 23,4 μm para 46,9 μm considerando três diferentes valores de V_L experimentalmente determinados ao longo do comprimento do lingote da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe, e o λ_2 variou de 10,8 μm para 63,1 μm para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe fundida.

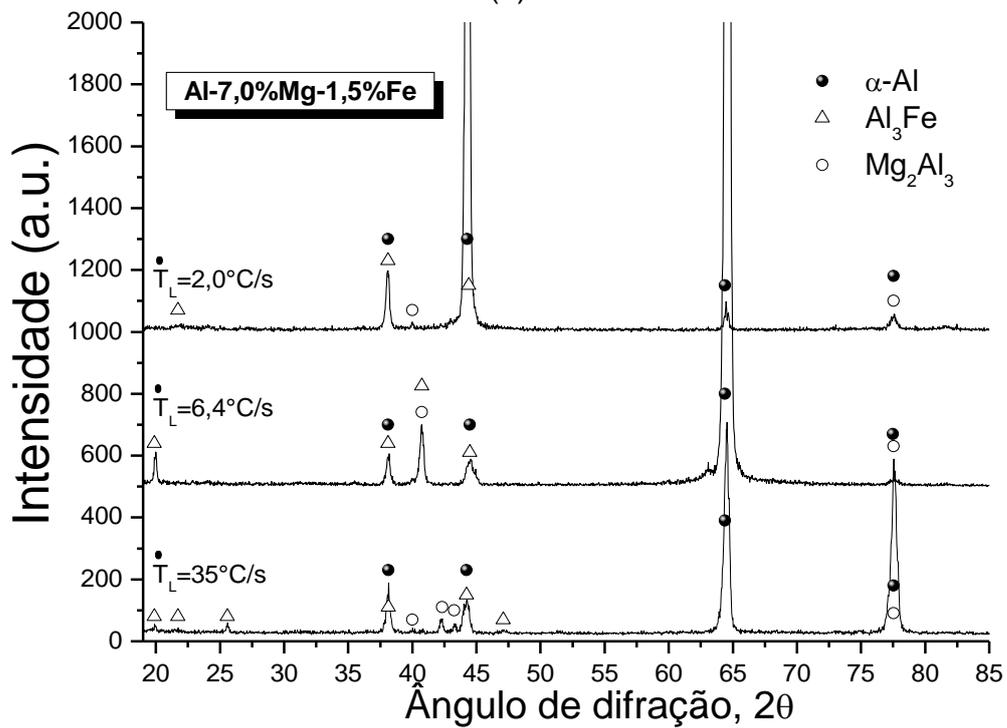
As fases formadas nas ligas ternárias Al-Mg-Fe foram preliminarmente identificadas pelos padrões de difração de raios-X (DRX), como pode ser visto na figura 29. O espectro de DRX correspondente a diferentes taxas de resfriamento ao longo do comprimento dos lingotes revelaram a ocorrência de três diferentes fases, que são α -Al, Al_3Fe e Mg_2Al_3 . Sob equilíbrio ou condições de resfriamento lento, se a quantidade de Mg na liga Al-Mg-Fe for menor que 14,1% a 723K (450°C), existe a possibilidade de uma única fase se formar [10]. No entanto, considerando os presentes resultados, tanto a adição de Fe quanto a solidificação em condições fora de equilíbrio propiciaram a formação de fases ricas em Fe e Mg.

A taxa de resfriamento deve ser examinada em combinação com a composição nominal e a segregação, de modo que a tendência para formar segundas fases possa ser estabelecida. Mondolfo [10] afirmou que sob condições fora do equilíbrio ou condições de resfriamento moderado para rápido, o composto Mg_2Al_3 tende a surgir, mesmo para quantidades de 2-3% de Mg e para baixas concentrações de Fe. De fato, para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe estes compostos foram formados em conjunto com as fases ricas em Al e o IMC Al_3Fe . Pelo contrário, para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe somente o IMC AlFe foi detectado em combinação com a fase α -Al, como pode ser observado na Figura 29a. Parece que, neste caso, a maioria da quantidade de Mg da liga ternária foi consumida em solução sólida na fase α -Al. Resultados de DRX da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe confirmaram que fases secundárias baseadas no Al_3Fe foram massivamente formadas nos contornos dendríticos de α -Al.

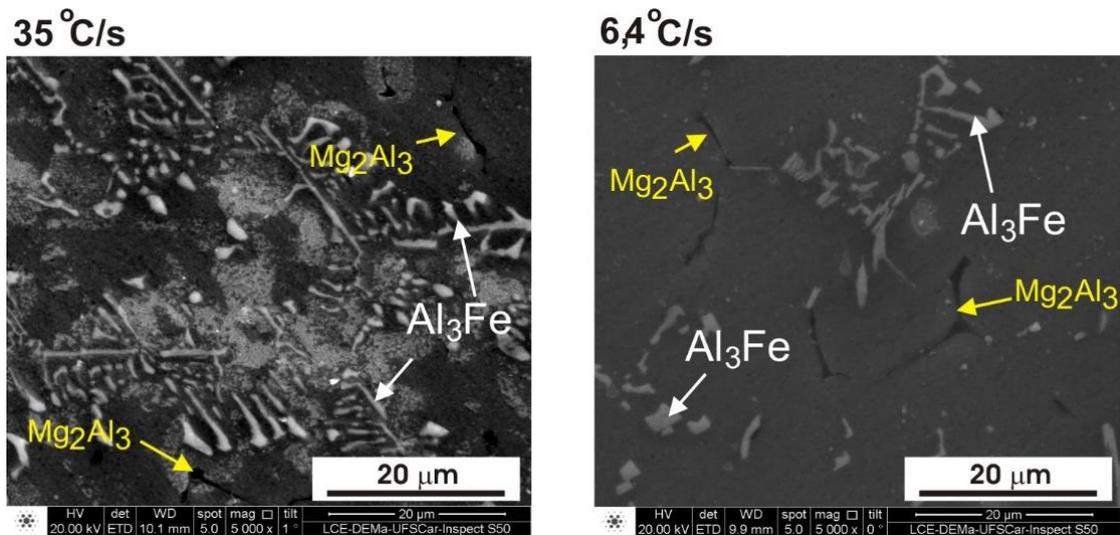
Mesmo que uma série de picos 2θ coincidentes possam ser observados nos difratogramas da Figura 29b, reflexões suficientes nos picos de difração em relação aos IMCs Al_3Fe e Mg_2Al_3 podem ser observadas. A presença de tais fases é confirmada através de análises da microestrutura no MEV. Estas imagens com indicações para cada fase foram inseridas na Figura 29b considerando duas diferentes taxas de resfriamento na solidificação, isto é, 6,4 °C/s e 35 °C/s.



(a)



(b)



(c)

Figura 29 - Difractogramas de raios-X referentes a diferentes taxas de resfriamento na solidificação ao longo do comprimento das: ligas fundidas sob condições transientes de solidificação (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe, (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe e (c) Microestruturas obtidas através do MEV da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe foram inseridas para complementar a identificação das fases.

Durante a solidificação destas ligas de Al-Mg-1,5%Fe, o líquido imediatamente à frente da interface de solidificação é enriquecido pelo excesso de elementos de soluto. À medida que a temperatura diminui, fases secundárias são formadas a partir do líquido enriquecido em soluto como resultado de diferentes reações variantes e invariantes como pode ser visto pelos cálculos realizados com o software Thermo-Calc (Figura 30). Para a liga ternária Al-7,0%Mg-1,5%Fe, a precipitação do IMC Mg_2Al_3 é prevista para ocorrer quando uma fração sólida de cerca de 0,9 é obtida.

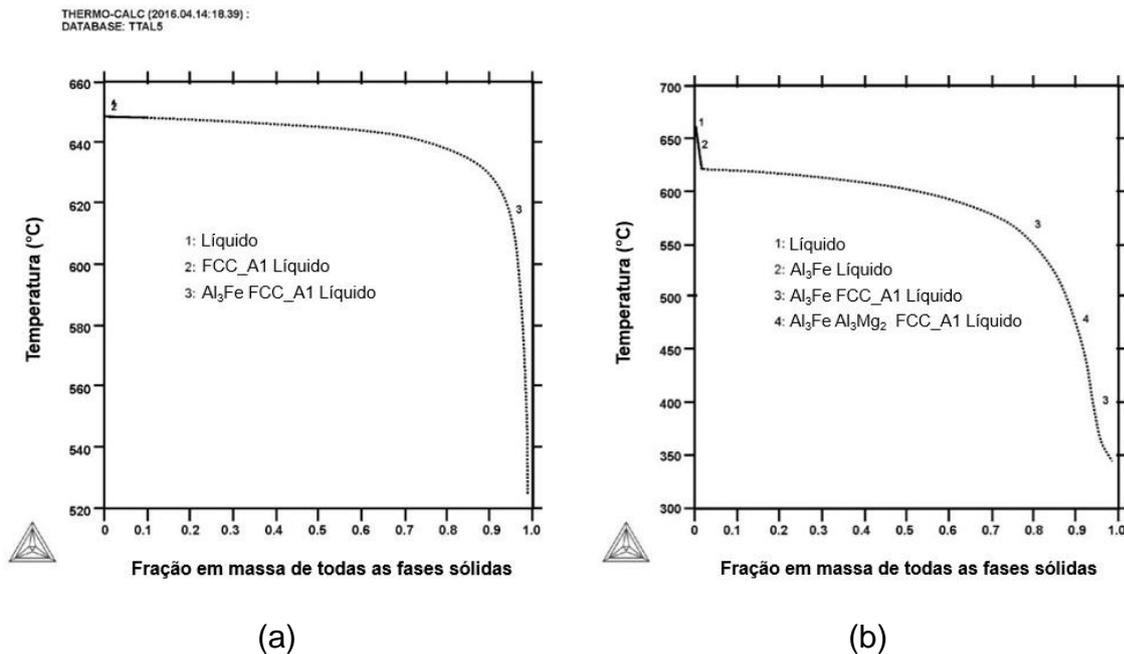


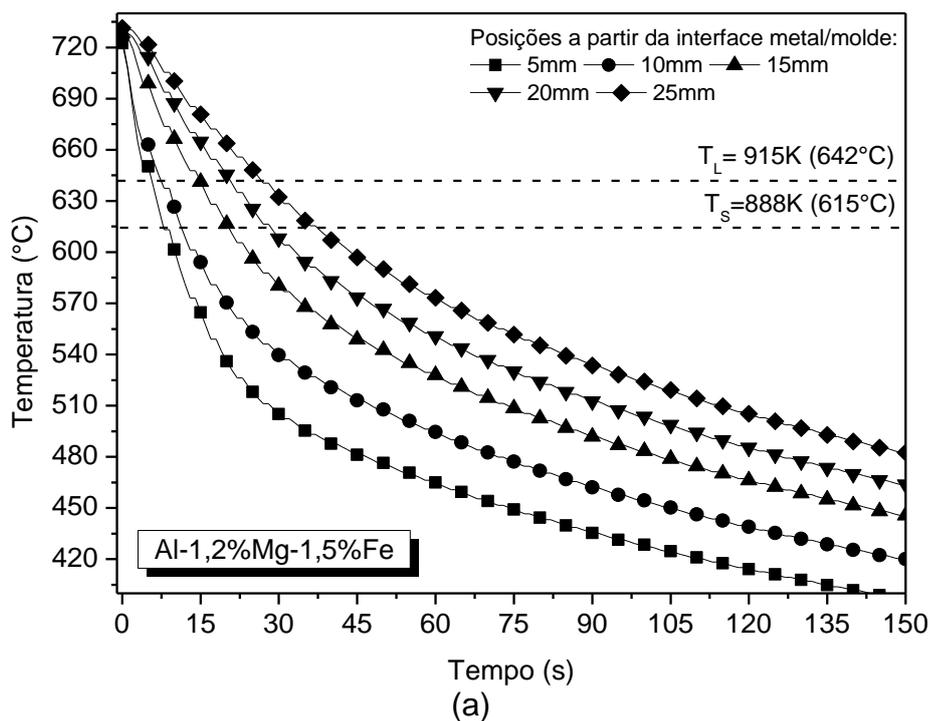
Figura 30 - Temperatura em função da fração sólida mostrando a precipitação de fases durante a solidificação calculada pelo software Thermo-Calc: ligas (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe.

5.2 Evolução Das Variáveis Térmicas De Solidificação E Efeitos No Crescimento Dendrítico

A Figura 31 apresenta as curvas de resfriamento correspondentes às respostas térmicas dos termopares inseridos ao longo do comprimento dos lingotes fundidos das ligas Al-Mg-1,5%Fe. As leituras térmicas foram utilizadas para fornecer curvas de posição a partir da interface metal/molde e o tempo correspondente à passagem da frente *liquidus* para cada termopar. A derivada destas funções em relação ao tempo nos fornece valores da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), como mostrado na Figura 33a. A taxa de resfriamento (\dot{T}_L) foi determinada ao longo do comprimento dos fundidos, considerando os dados térmicos gravados imediatamente após a passagem da frente *liquidus* por cada termopar. Os valores experimentais de \dot{T}_L resultantes são mostrados na Figura 33b. Como indicado nas curvas experimentais de resfriamento da Figura 31, as temperaturas *liquidus* (\dot{T}_L) de 915K (642°C) e 886K (613°C) para as ligas Al-1,2%Mg-1,5%Fe e Al-7,0%Mg-1,5%Fe,

respectivamente, foram utilizados para determinar os parâmetros térmicos de solidificação: V_L e \bar{T}_L , como pode ser observado na Figura 33.

As evoluções experimentais dos parâmetros térmicos de solidificação para as duas ligas ternárias examinadas foram inseridas juntamente em cada gráfico, deste modo, permitindo uma comparação direta entre estas a ser realizada. Todos os perfis experimentais foram ajustados por funções de potência, como mostrado na Figura 33. Os valores experimentais de V_L e \bar{T}_L para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe são maiores se comparados com aqueles encontrados para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe, significando que o aumento na quantidade de Mg da liga ternária está associado com o aumento na eficiência da extração de calor durante a solidificação. Isto pode ser causado por um contato térmico mais eficiente na interface metal/molde e/ou modificação apropriada nas propriedades termofísicas da liga [79].



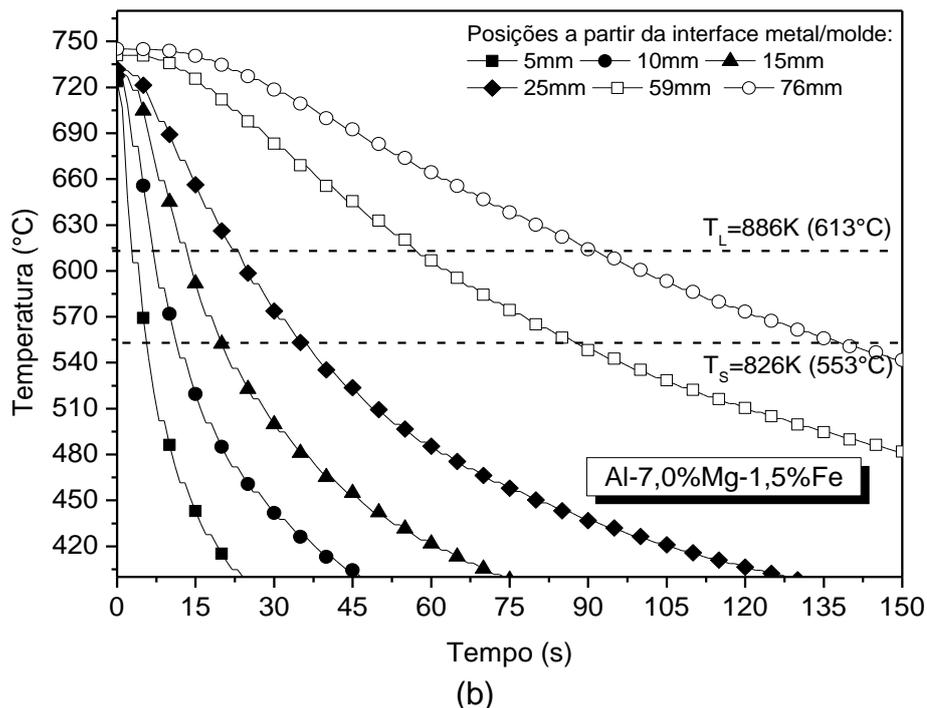
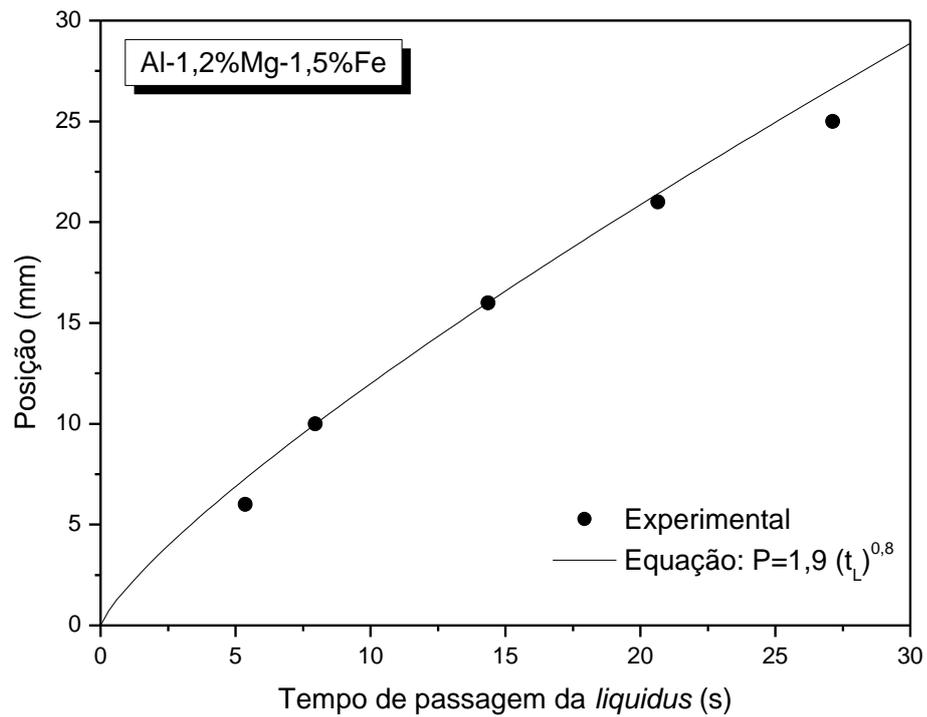
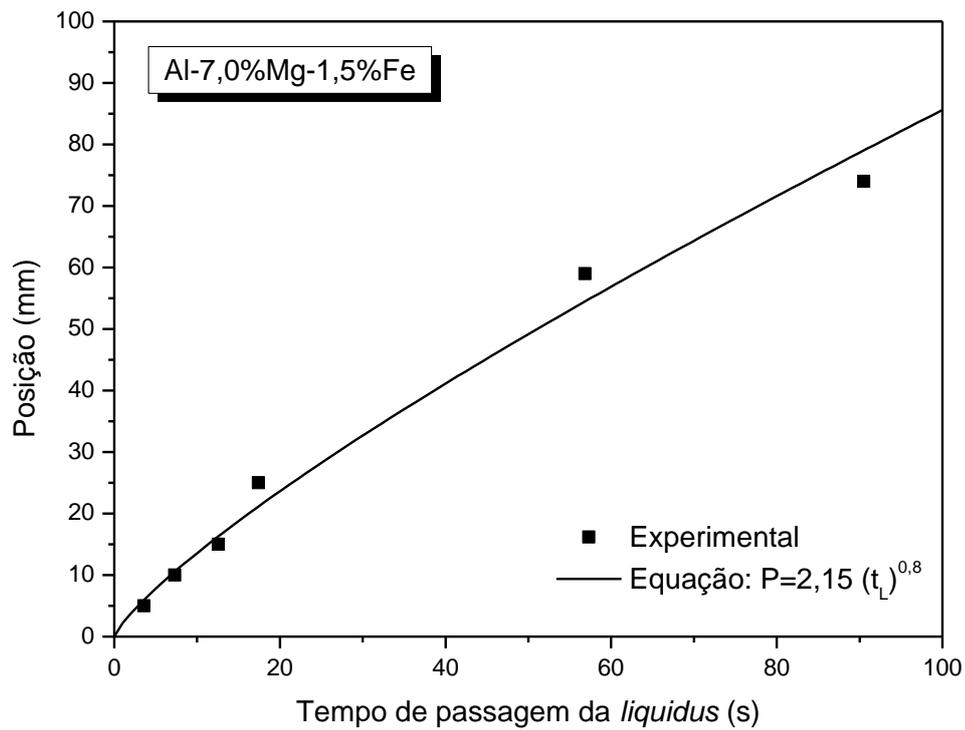


Figura 31 - Evoluções experimentais da temperatura contra o tempo registrados durante a solidificação direcional das ligas (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe, considerando diferentes posições ao longo do comprimento dos lingotes.

A partir dos registros das curvas de resfriamento apresentadas na Figura 31, é possível determinar perfis que correlacionam o tempo da passagem da ponta da dendrita, com as posições específicas em que se encontram os termopares. Os tempos experimentais foram obtidos a partir das interseções das retas de cada temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento, para cada posição dos termopares. A Figura 32 apresenta os resultados experimentais do deslocamento da isoterma *liquidus* para cada uma das ligas.



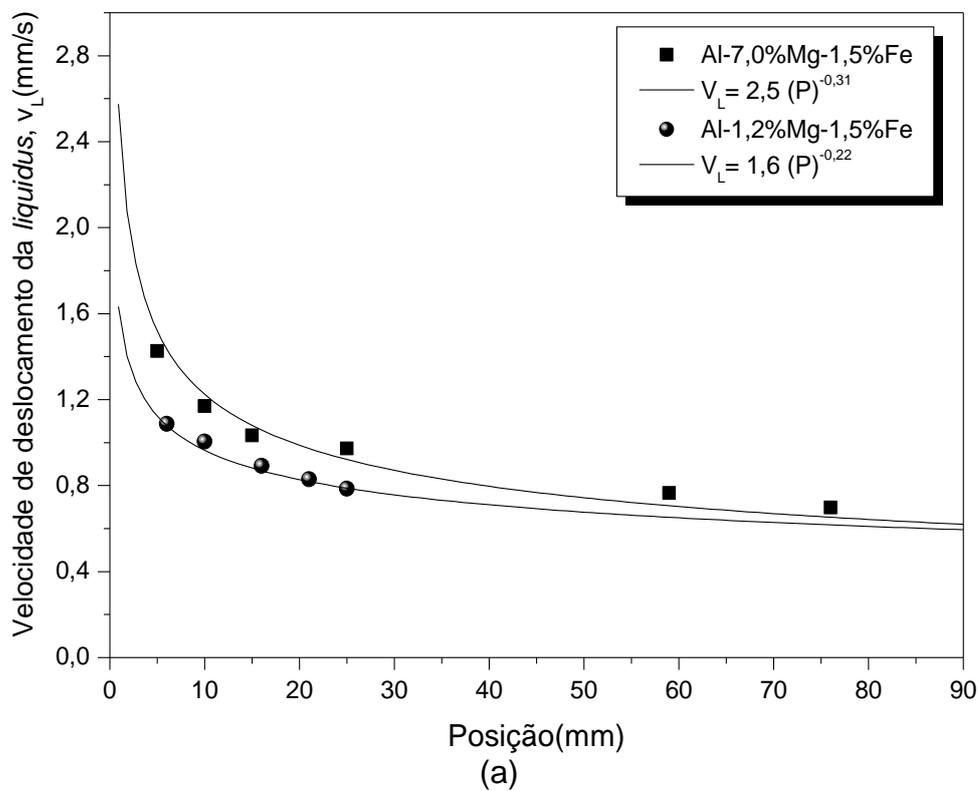
(a)



(b)

Figura 32 - Posição da isoterma *liquidus* a partir da interface metal/molde para as ligas (a) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (b) Al-7,0%Mg-1,5%Fe.

À medida que a solidificação avança ao longo do comprimento do lingote, os perfis experimentais relativos aos parâmetros térmicos de resfriamento, mostrados na Figura 33, revelam uma diminuição em ambos os parâmetros, V_L e \dot{T}_L . A escala de comprimento característica das microestruturas em diferentes seções das ligas Al-Mg-Fe solidificadas direcionalmente será representada pela média dos espaçamentos dendríticos e seus desvios padrão. Espera-se que estes espaçamentos sejam inversamente afetados pela diminuição da V_L e \dot{T}_L como será visto posteriormente.



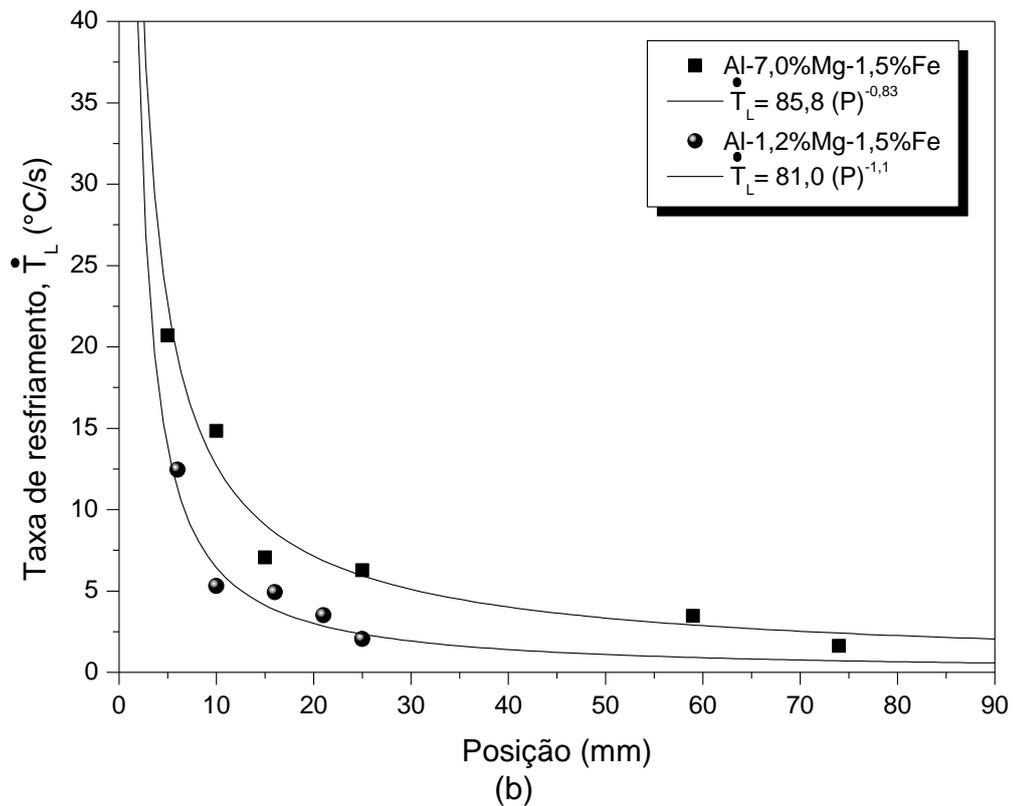


Figura 33 - Resultados experimentais da (a) velocidade de deslocamento da isoterma liquidus (V_L) e (b) taxa de resfriamento (\dot{T}_L) em função da posição a partir da base refrigerada de ambas as ligas ternárias de Al-Mg-Fe.

As Figuras 34a e 34b apresentam uma comparação entre as leis experimentais de crescimento dendrítico obtidas a partir da solidificação vertical direcional ascendente das ligas avaliadas, em que os pontos são resultados experimentais dos espaçamentos dendríticos primário λ_1 e secundário λ_2 , e as linhas referem-se a ajustes na função de potência para estes pontos experimentais. Como pode ser visto na Figura 34a, considerando λ_1 vs. \dot{T}_L , para uma mesma taxa de resfriamento, o valor de λ_1 referente à liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe é menor do que para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe. Equações experimentais para o crescimento dendrítico primário dadas por $\lambda_1 = A (\dot{T}_L)^{-0,55}$ (A: constante) são capazes de representar ambas evoluções mostradas na Figura 34a. O expoente -0,55 já foi também adotado para representar a evolução do λ_1 como função da taxa de resfriamento para outras ligas multicomponentes de alumínio, tais como Al-Cu-Si e Al-Fe-Ni [80,81].

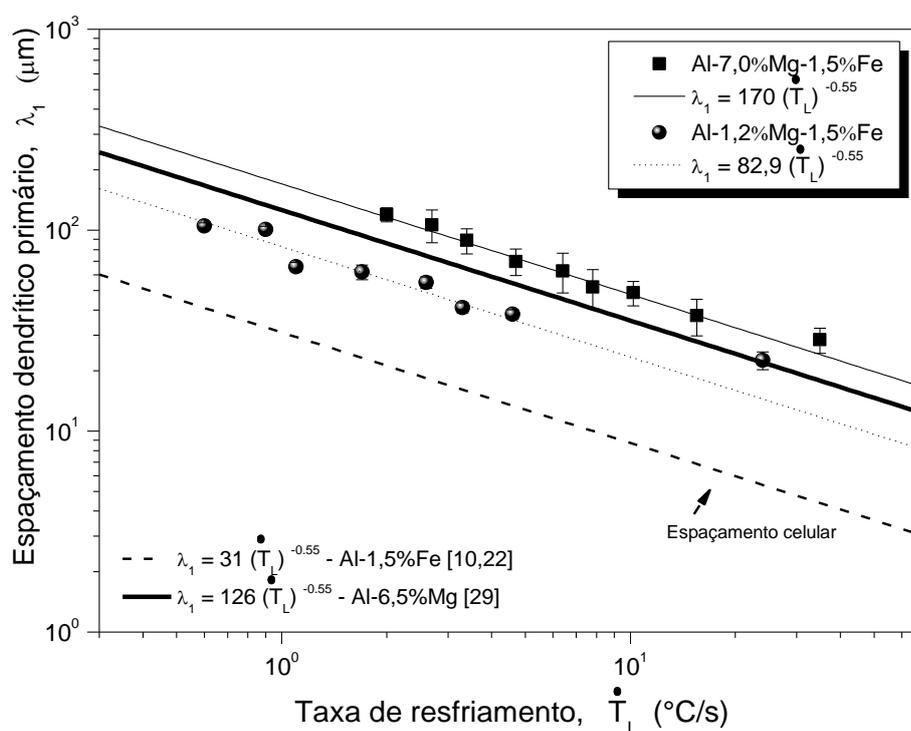
Outras relações experimentais foram inseridas no gráfico da Figura 34a com o propósito de comparação entre evoluções microestruturais das ligas ternárias do presente estudo e aquelas relatadas para as ligas binárias Al-Mg [82] e Al-Fe [12,78], baseadas na variação local da taxa de resfriamento. No caso da liga Al-1,5%Fe uma comparação direta é mais difícil de ser feita, uma vez que, um crescimento celular é relatado para ocorrer durante a solidificação transiente de tal liga, enquanto que a adição de Mg induz ao crescimento dendrítico. Por isso, para uma mesma taxa de resfriamento, o espaçamento celular da liga Al-1,5%Fe é três vezes menor quando comparado com o λ_1 da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe. As instabilidades laterais e os braços secundários típicos do crescimento dendrítico parecem induzir o espessamento das ramificações primárias da fase α -Al, aumentando assim o espaçamento entre estes. Por outro lado, comparando o crescimento de braços dendríticos primários da liga Al-6,5%Mg com a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe para uma mesma taxa de resfriamento, o espaçamento dendrítico primário é maior em torno de 40% para a liga contendo Fe.

O expoente -1,1 é apropriado na equação da função de potência relacionando λ_2 com a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), como mostrado na Figura 34b. Neste caso, uma única função de potência adaptada é proposta para que os pontos experimentais de ambas as ligas possam ser aproximados. A abordagem teórica proposta por Rappaz e Boettinger [47] para o crescimento dos braços dendríticos secundários de ligas multicomponentes, baseia-se na equação $\lambda_2 = 5.5 (M_{tSL})^{1/3}$, onde:

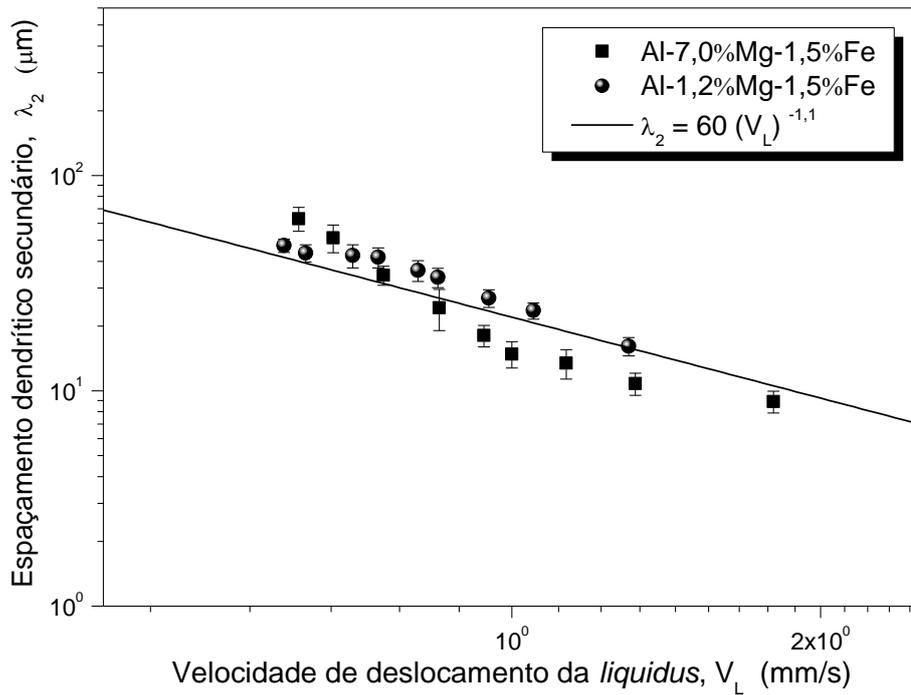
$$M = \frac{-\Gamma}{\sum_{j=1}^n m_j (1-k_j)(c_{ff} - c_{0j})/D_j} \ln \left(\frac{\sum_{j=1}^n m_j (1-k_j)c_{ff}/D_j}{\sum_{j=1}^n m_j (1-k_j)c_{0j}/D_j} \right) \quad (\text{Eq. 5.8})$$

Onde: t_{SL} é o tempo local de solidificação, Γ é o coeficiente de Gibbs-Thomson, m é a inclinação da linha *liquidus*, k é o coeficiente de redistribuição de soluto, D é a difusividade de soluto no líquido, c_f é a composição final do líquido, c_0 é a composição nominal, isto é, sempre assumir a do eutético, e os subscritos j são os valores que devem ser acrescentados na equação para cada componente

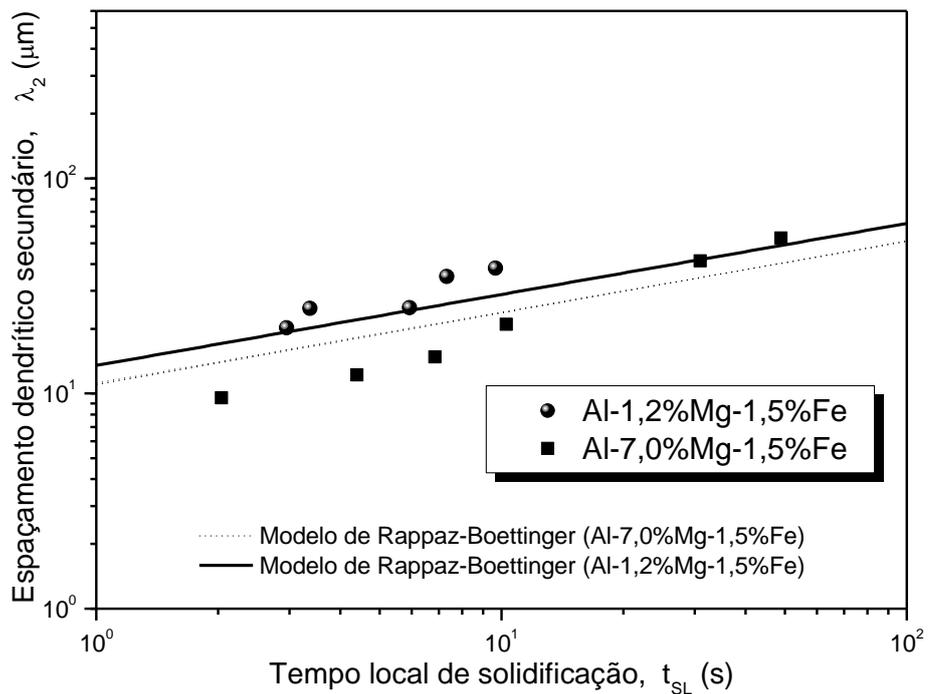
que compõe a liga. Os perfis teóricos gerados por este modelo foram comparados com os resultados do presente experimento das ligas ternárias Al-Mg-Fe, como representado na Figura 34c. Na literatura, tal abordagem proposta pelos referidos autores é a única expressão disponível que satisfaz o crescimento dendrítico em ligas multicomponentes. As propriedades termofísicas resumidas na Tabela 5.3 foram utilizadas nos cálculos, de modo que os resultados experimentais de λ_2 da solidificação fora de equilíbrio das ligas de Al-Mg-1,5Fe podem ser comparados com os resultados teóricos. De modo geral, as previsões fornecidas pelo modelo são capazes de representar os resultados experimentais encontrados. Apesar de uma boa concordância entre o experimento (pontos) e a teoria (linha grossa) associados com a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe, a linha pontilhada calculada para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe está localizada ligeiramente acima da média do perfil experimental de λ_2 para altos valores de t_{SL} e consideravelmente abaixo se forem considerados tempos de solidificação locais inferiores. As inclinações da linha teórica e da tendência experimental da liga Al-7,0%Mg-1,2%Fe são bastante diferentes. No entanto, em geral, esta abordagem teórica pode ser considerada representativa da evolução experimental de λ_2 .



(a)



(b)



(c)

Figura 34 - Inter-relações experimentais da (a) evolução do λ_1 em função de \dot{T}_L , (b) da variação do λ_2 em função de V_L para as ligas Al-Mg-Fe avaliadas; e (c) comparação entre as previsões teóricas calculadas por Rappaz-Boettinger e os valores experimentais de λ_2 .

Tabela 5.3 - Propriedades termofísicas das ligas ternárias Al-Mg-Fe [12,78,82]

Propriedades	Símbolo/Unidade	Valores
Difusividade do soluto	D [m ² .s ⁻¹]	6,1 x 10 ⁻⁹ (Mg) 1,0 x 10 ⁻⁹ (Fe)
Coefficiente de Gibbs-Thomson	Γ [m.°C]	1,3 x 10 ⁻⁷ (Al-Mg-Fe)
Temperatura <i>Liquidus</i>	T _L [K (°C)]	886 (613) (Al-7,0Mg-1,5Fe) 915 (642) (Al-1,2Mg-1,5Fe)
Temperatura <i>Solidus</i>	T _s [K (°C)]	806 (533) (Al-7,0Mg-1,5Fe) 888 (615) (Al-1,2Mg-1,5Fe)
Inclinação da <i>Liquidus</i>	m _L [°C/% em peso]	5,75 (Mg) 2,94 (Fe)
Coefficiente de redistribuição	k ₀ [-]	0,33 (Mg) 0,029 (Fe)

As Figuras 35 e 36 apresentam os mapeamentos elementares do MEV-EDS que foram obtidos para as ligas Al-1,2%Mg-1,5%Fe e Al-7,0%Mg-1,5%Fe, considerando a análise de três elementos envolvidos na composição das ligas, que são Ferro (azul), Magnésio (vermelho) e Alumínio (verde). Estes mapas de composição permitem confirmar a presença do composto AlFe para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe e ambos compostos AlFe e MgAl incorporados na matriz dendrítica rica em Al da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe. Estas configurações de microestrutura permanecem válidas ao longo de todo o comprimento dos lingotes, considerando as diferentes amostras examinadas. Para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe, o Mg permanece em solução sólida com a fase dendrítica α-Al. Apesar de ser consumido em solução sólida para formar a fase rica em Al na liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe, o Mg também está contido como parte de algumas partículas intermetálicas.

Como esperado, o contraste Al (em verde) é maior nas dendritas ricas em Al com uma diminuição na intensidade quando considerada as outras regiões microestruturais. O Fe está principalmente concentrado nos IMCs de AlFe. Para a liga Al-1,2Mg-1,5%Fe, as diferentes morfologias adotadas pelo composto AlFe estão mais pronunciadas pela observação das microestruturas, e são relacionadas à posição examinada a partir da base refrigerada da liga fundida solidificada direcionalmente. A morfologia varia de partículas tipo “fibras” em posições mais próximas da base refrigerada do lingote (região de maior extração de calor, 3 mm), para IMCs tipo “placas” em posições mais distantes da base

refrigerada, isto é, 48 mm. As morfologias desta fase estão fora do escopo do presente estudo e merecem uma melhor investigação em trabalhos posteriores.

Outra importante característica a ser observada através da análise da composição local na microestrutura, é a distribuição do Mg dentro da fase primária α -Al especialmente para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe. Isto configura que a densidade de regiões empobrecidas de Mg na parte central da fase primária α -Al pode aumentar para microestruturas associadas com posições mais distantes da base refrigerada, ou em outras palavras, à medida que a taxa de resfriamento diminui.

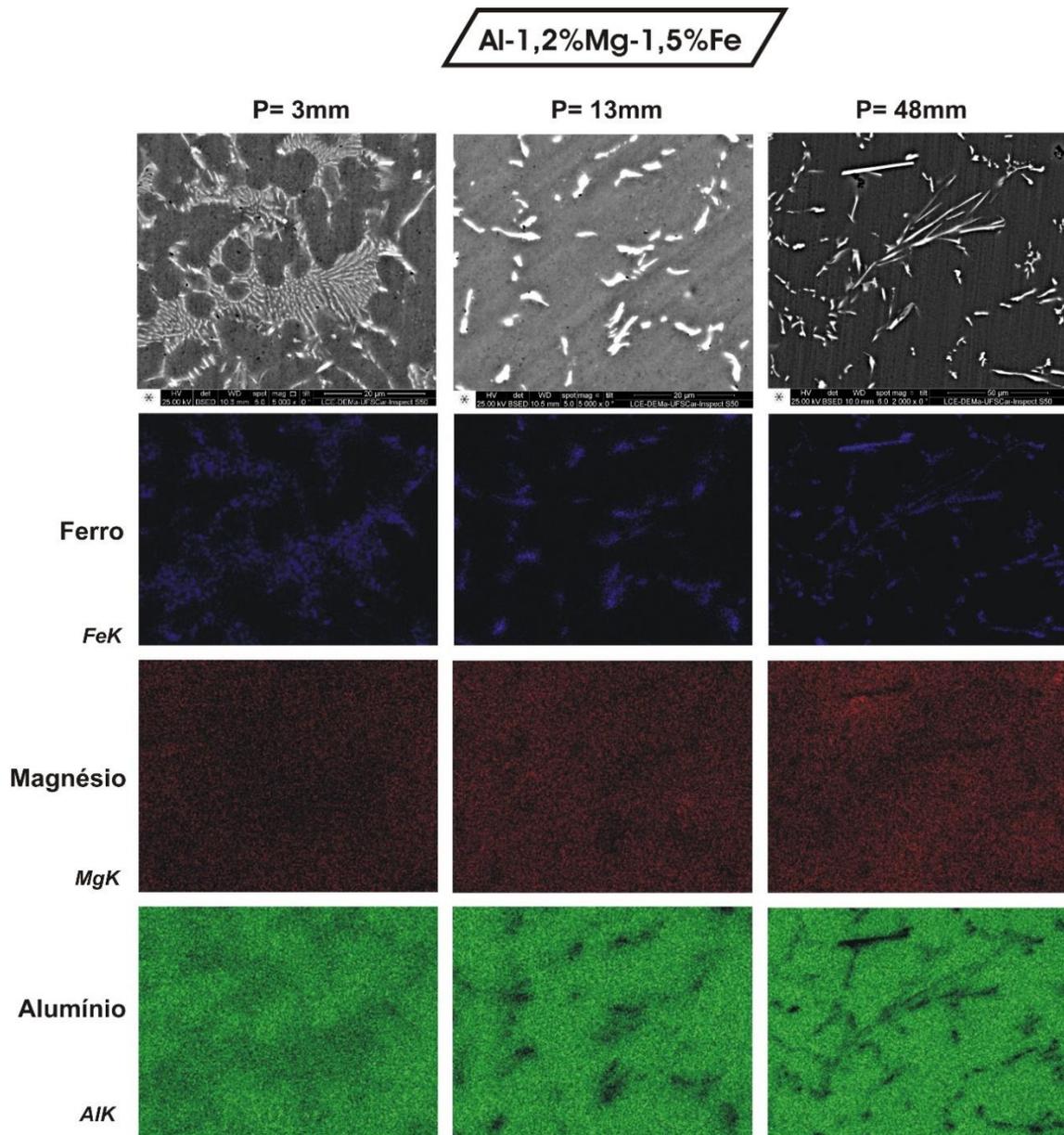


Figura 35 - Mapas elementares MEV/EDS detalhando as fases formadas durante a solidificação direcional em regime transitório de fluxo de calor da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe. P é a posição a partir da interface metal/molde do lingote.

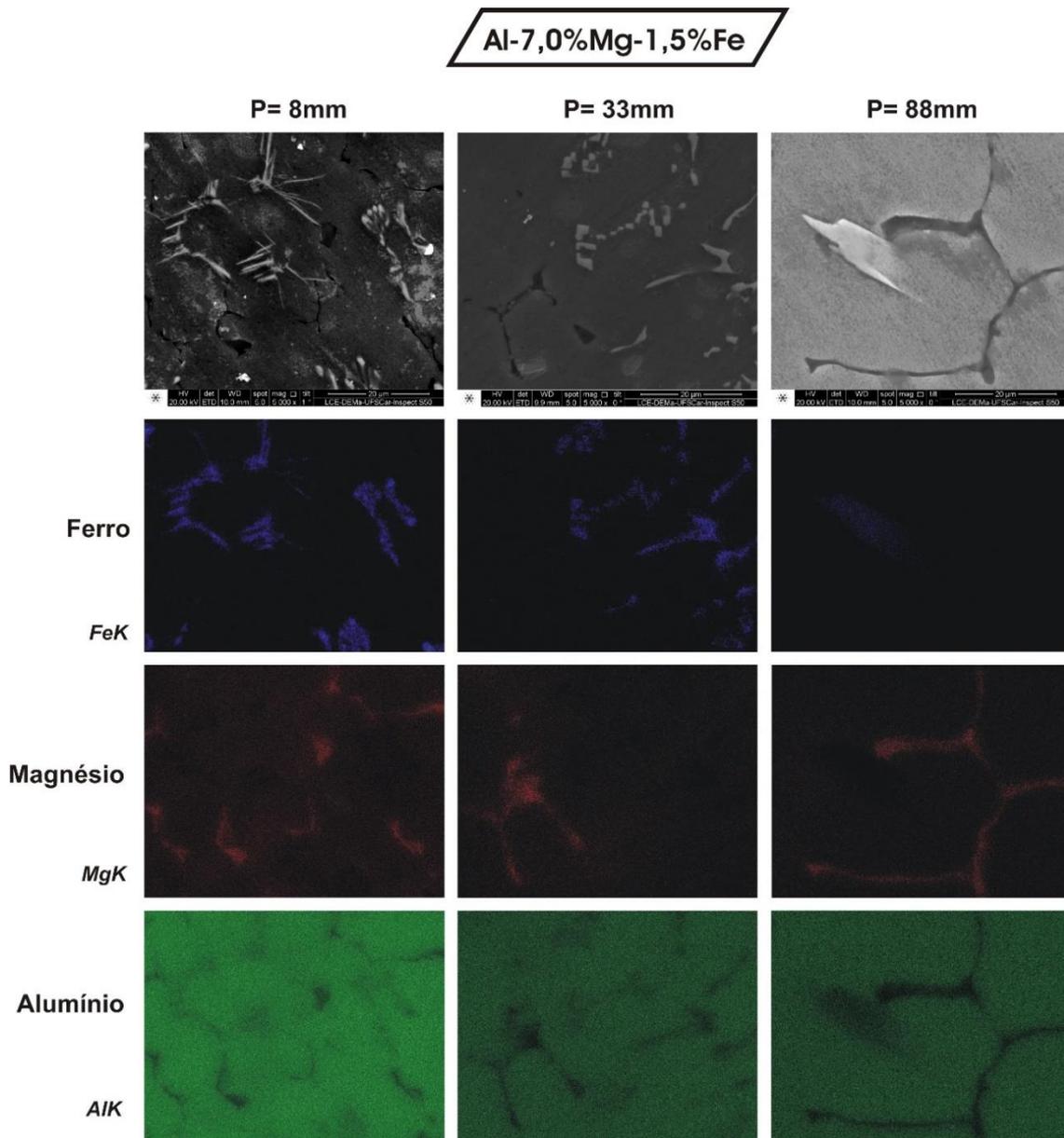
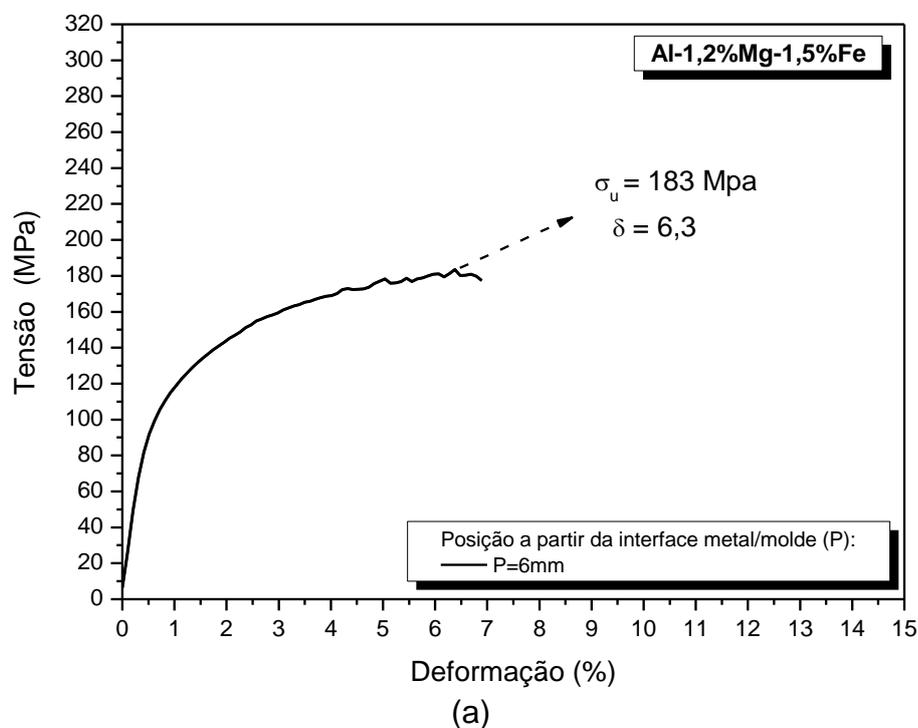


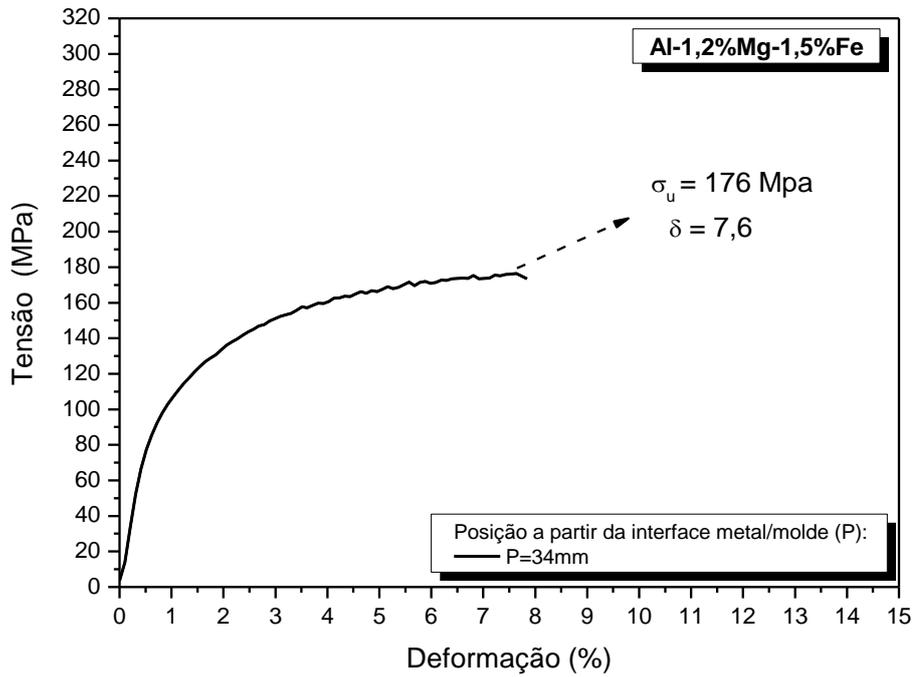
Figura 36 - Mapas elementares MEV/EDS detalhando as fases formadas durante a solidificação direcional em regime transitório de fluxo de calor da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe. P é a posição a partir da interface metal/molde do lingote.

5.3 Propriedades Mecânicas vs. Microestrutura

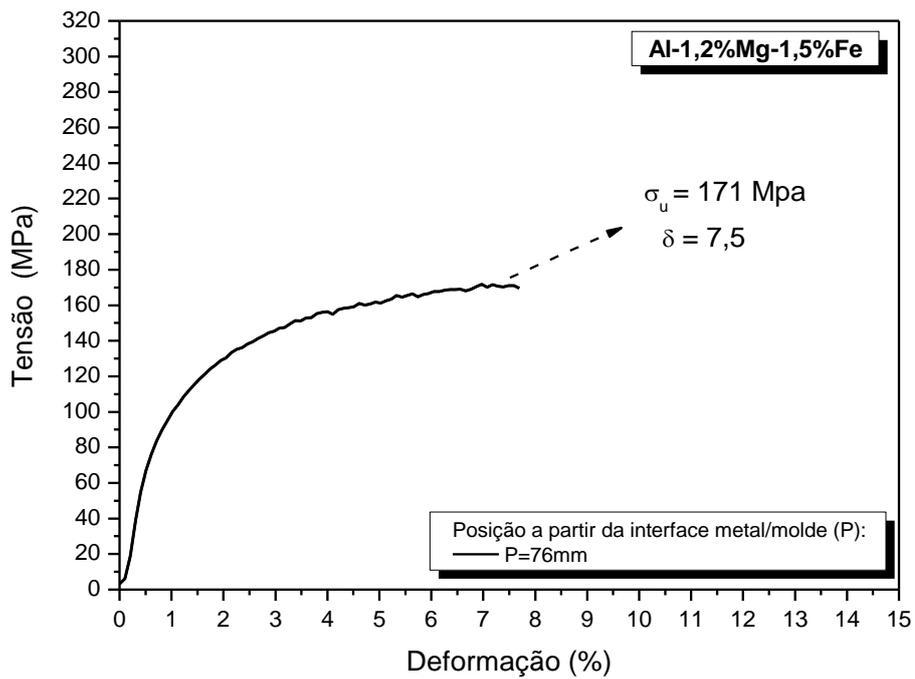
Correlações experimentais entre espaçamentos dendríticos e propriedades mecânicas; e entre parâmetros térmicos de solidificação e propriedades mecânicas foram obtidas. Curvas típicas de tensão-deformação estão plotadas considerando os ensaios de tração realizados com amostras extraídas das posições P=6mm (Figuras 37a/d), P=34mm (Figuras 37b/e) e

P=76mm (Figuras 37c/f) a partir da interface metal/molde dos lingotes solidificados direcionalmente. Vale ressaltar que tais posições referem-se a taxas de resfriamento muito distintas para as ligas solidificadas sob condições transientes, como pode ser visto na Figura 33b. Os limites de resistência à tração (σ_u) associados à liga fundida Al-7,0%Mg-1,5%Fe são maiores do que aqueles determinados para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe. As formas das curvas de tensão-deformação variam significativamente em cada uma das posições examinadas ao longo do comprimento do lingote fundido da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe (ver figuras 37d/e/f). Ao contrário, para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe, um comportamento bastante estável pôde ser observado.

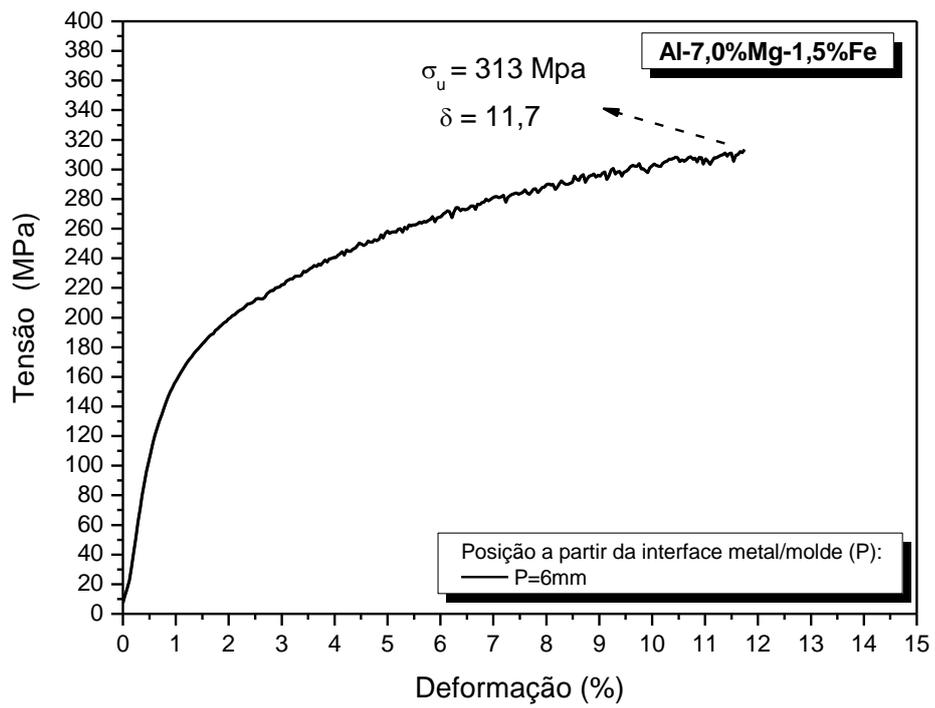




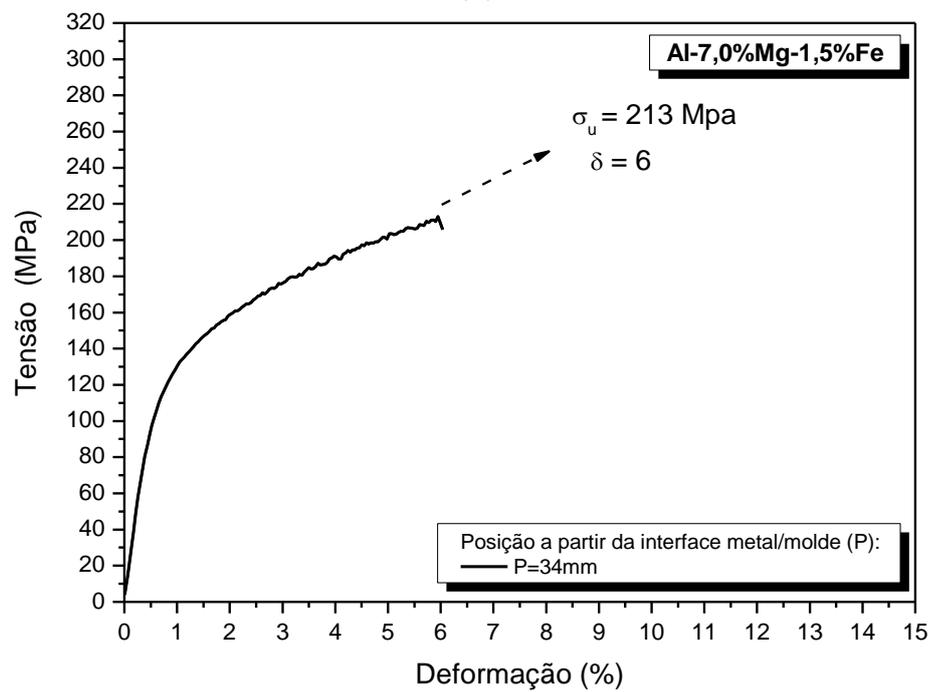
(b)



(c)



(d)



(e)

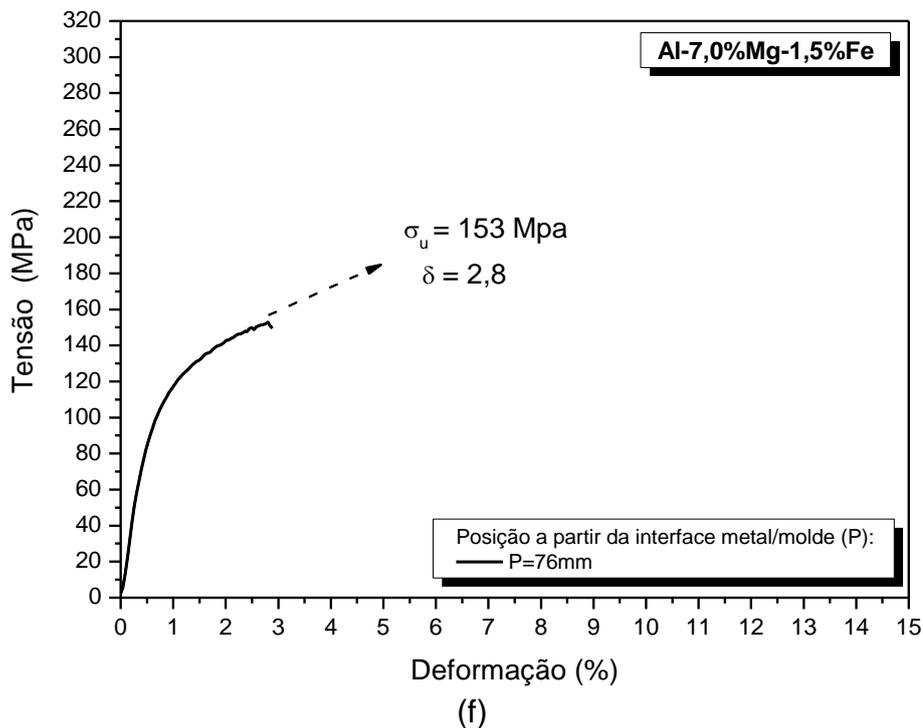
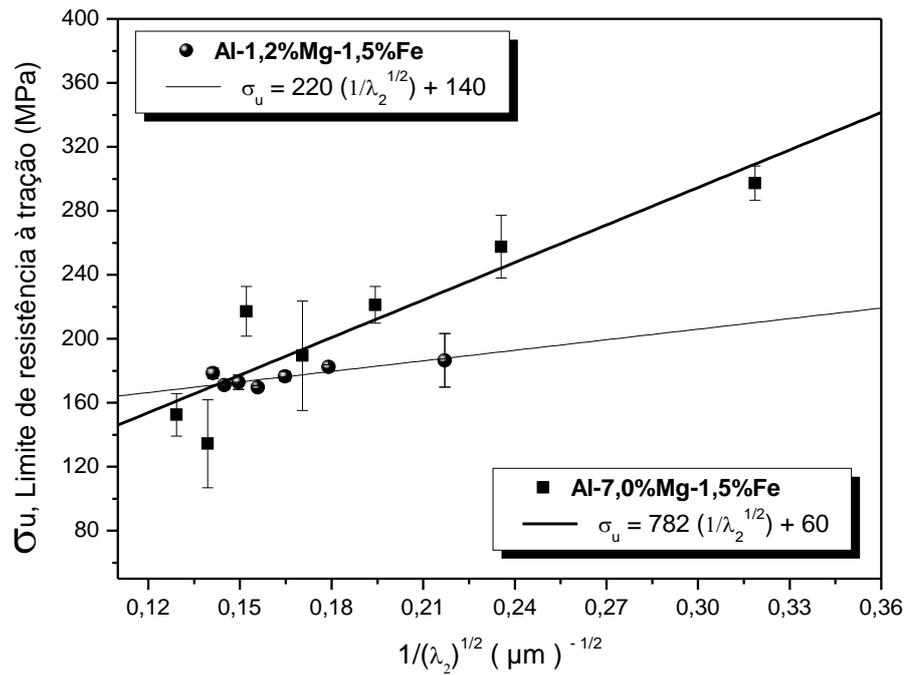


Figura 37 - Gráficos típicos de tensão-deformação de engenharia obtidos para diferentes posições ao longo do comprimento dos lingotes fundidos das ligas (a,b,c) Al-1,2%Mg-1,5%Fe e (d,e,f) Al-7,0%Mg-1,5%Fe.

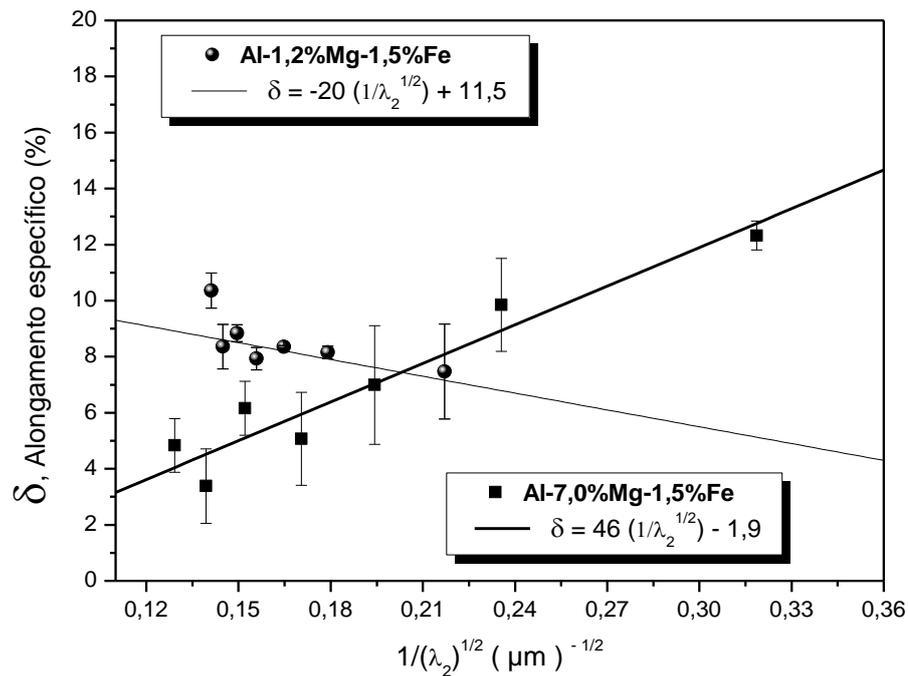
A Figura 38 descreve as correlações experimentais encontradas para o limite de resistência à tração (σ_u) e alongamento específico (δ) em função do parâmetro microestrutural $\lambda_2^{-1/2}$. Os valores de σ_u e δ foram correlacionados com a evolução do espaçamento dendrítico secundário ao longo do comprimento do lingote, isto é, valores mais altos de $\lambda_2^{-1/2}$ estão associados a regiões mais próximas da base refrigerada do lingote fundido solidificado direcionalmente. Nota-se que o λ_2 tem pouca influência nos valores de δ e σ_u para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe. Isto parece estar associado à presença de Mg em solução sólida com α -Al. Este elemento está bem distribuído do núcleo para a periferia da estrutura dendrítica, não importando qual posição é considerada. Este mecanismo de endurecimento parece impedir que ocorram variações expressivas das propriedades mecânicas ao longo do lingote solidificado. Apesar dessas baixas variações observadas para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe, σ_u aumenta significativamente com a diminuição do λ_2 para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe. Uma tendência inversa é observada quando comparando a evolução de δ em função

do $\lambda_2^{-1/2}$ para ambas as ligas Al-Mg-Fe (ver figura 38b). Enquanto o δ diminuiu ligeiramente (7,5-10%) com a diminuição do λ_2 (ou seja, o aumento de $\lambda_2^{-1/2}$) para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe, este aumenta significativamente (3,5-12,5%) para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe.

Valores mais altos de σ_u e δ sendo 300 MPa e 12,5%, respectivamente, estão associados à presença de IMCs AlFe e MgAl atuando como fases de reforço nas posições próximas à base refrigerada do lingote. O espaçamento dendrítico mais refinado promove uma melhor distribuição destas fases ao longo das regiões interdendríticas. Uma combinação do mecanismo de endurecimento mencionado e o Mg mais densamente distribuído com a matriz dendrítica rica em Al induz um bloqueio mais eficiente do movimento das discordâncias através da fase rica em Al durante o carregamento, o que se configura para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe. As fórmulas experimentais do tipo Hall-Petch mostram-se capazes de expressar a evolução dos pontos experimentais (Figura 38). No caso da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe, um aumento muito significativo no σ_u , de 135 MPa para 300 MPa (em torno de 2,2 vezes maior), é notado, sendo associado aos maiores e menores valores de λ_2 , respectivamente. De acordo com Mondolfo [10] um dos fatores que controlam as propriedades mecânicas de ligas comerciais de Al-Mg é o teor de Mg que esta liga possui. Para ligas com Mg variando de 5,0 para 7,0% e considerando fundidos produzidos em moldes de areia e moldes permanentes, os valores médios típicos de σ_u e δ são 175 MPa/7% e 250 MPa/8,5%, respectivamente. Isto significa que condições de resfriamento rápido e um λ_2 muito refinado obtido no presente trabalho com uma das amostras da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe pode proporcionar melhores propriedades que as que caracterizam as ligas comerciais Al-Mg.



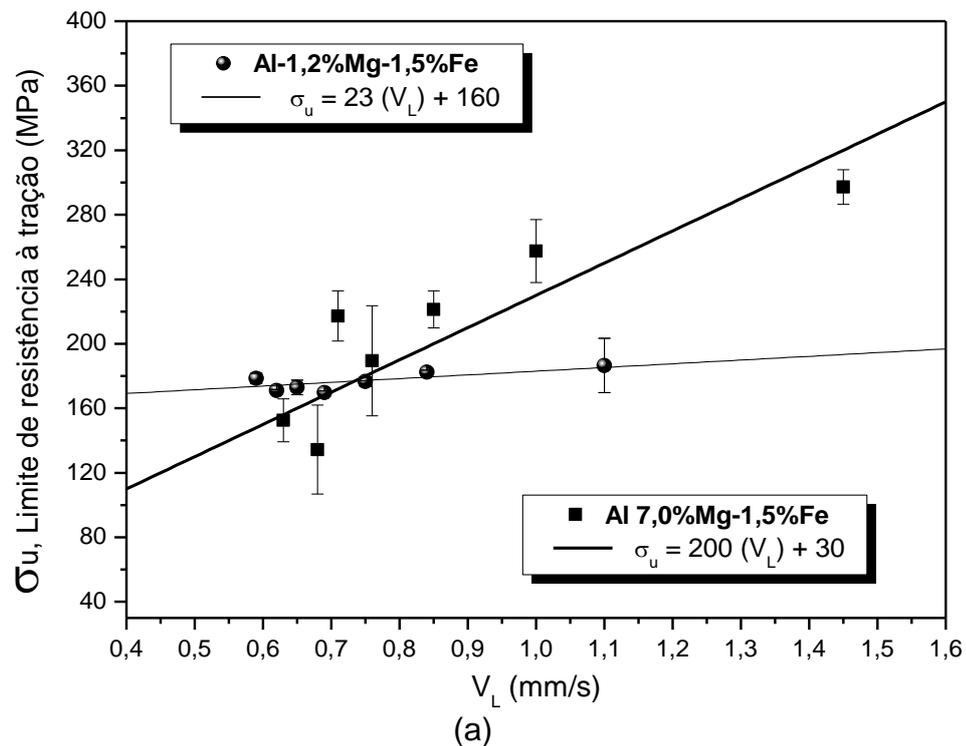
(a)

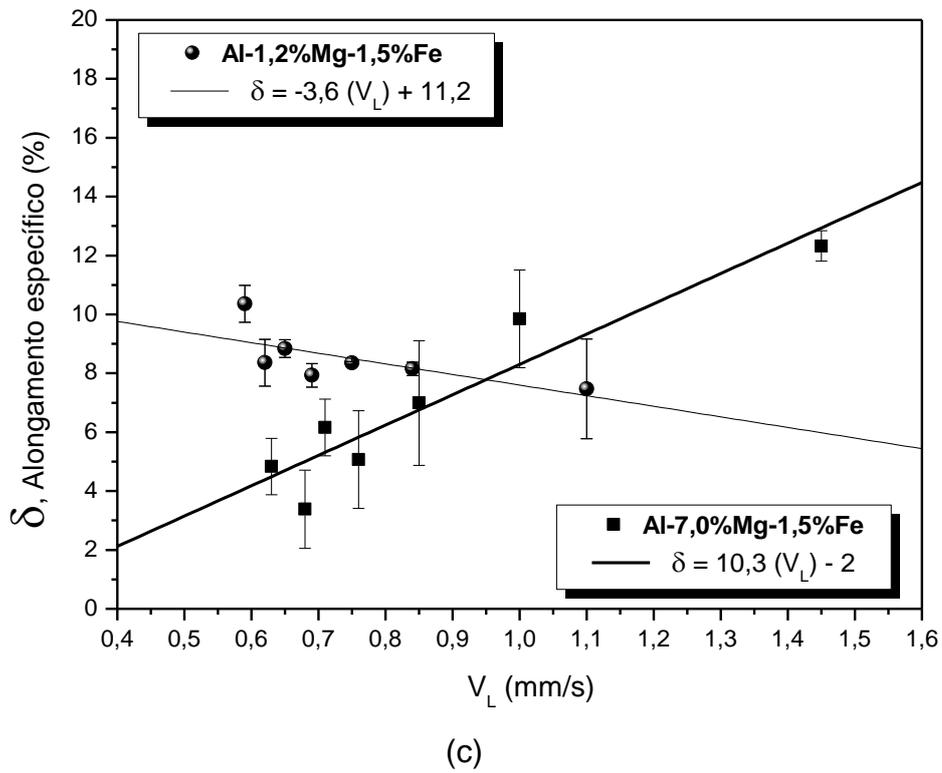
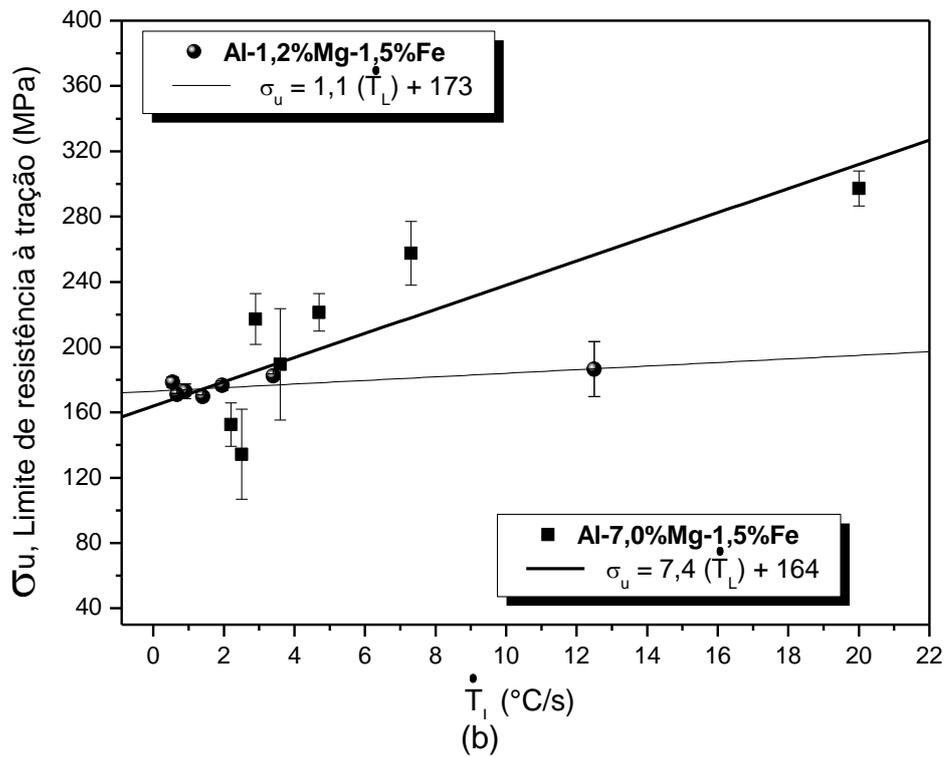


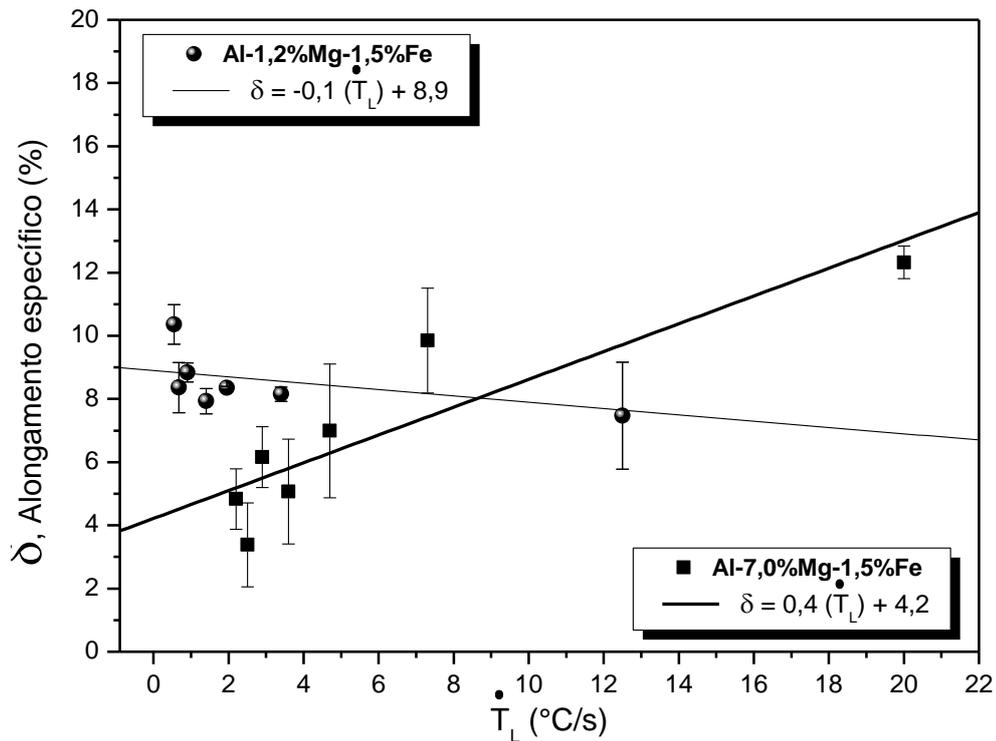
(b)

Figura 38 - Valores determinados experimentalmente do (a) limite de resistência à tração- σ_u , e (b) do alongamento específico- δ versus λ_2 para as ligas ternárias Al-Mg-1,5%Fe.

O aumento da taxa de resfriamento é determinante para atingir menores valores do λ_2 ou maior saturação do soluto. Na Figura 39, o limite de resistência à tração e o alongamento específico são plotados em função de V_L e \dot{T}_L , respectivamente, onde tendências similares àquelas mostradas na Figura 38 podem ser observadas. Vale a pena notar que, apesar da significativa variação na taxa de resfriamento, a resistência à tração da liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe não varia significativamente, isto é, σ_u varia de 178 MPa para 187 MPa.







(d)

Figura 39 - (a,b) Limite de resistência à tração e (c,d) alongamento específico em função da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*, V_L , e da taxa de resfriamento, \dot{T}_L , para ambas as ligas Al-Mg-1,5%Fe examinadas.

Com base nos resultados obtidos, pode ser relatado que o teor de Mg [10] e a proporção/constituição das partículas intermetálicas primárias e secundárias [82] são contribuintes para o aumento das propriedades mecânicas das ligas à base de Al-Mg. Neste presente trabalho, os resultados das figuras 34-39 resumem informações significantes para as ligas Al-Mg-1,5%Fe, permitindo assim o planejamento de taxas de resfriamento adequadas durante a fundição com a perspectiva de alcançar λ_2 e a saturação do Mg pretendidos, e conseqüentemente, propriedades de aplicação adequadas para componentes de Al-Mg fundidos.

6 CONCLUSÕES

As seguintes conclusões podem ser extraídas baseadas nos resultados das investigações teóricas e experimentais conduzidas ao longo deste trabalho, tendo como referência os demais estudos do assunto contidos na literatura:

- A matriz α -Al demonstrou ter uma microestrutura dendrítica ao longo de todo comprimento dos lingotes solidificados direcionalmente das ligas examinadas. Para a liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe, os IMCs Mg_2Al_3 e Al_3Fe foram formados com a fase rica em Al. Ao contrário, somente o IMC AlFe foi detectado combinado com a fase α -Al para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe.
- Equações experimentais para o crescimento dendrítico primário dado por $\lambda_1 = A (\dot{T}_L)^{-0.55}$, onde A é uma constante, foram experimentalmente obtidas para ambas as ligas examinadas, entretanto, com um multiplicador A = 170 e 82,9 para as ligas Al-7,0%Mg-1,5%Fe e Al-1,2%Mg-1,5%Fe, respectivamente. Para a evolução do espaçamento dendrítico secundário com V_L uma única lei de crescimento experimental demonstrou-se capaz de representar ambas as ligas examinadas: $\lambda_2 = 22 (V_L)^{-1.1}$.
- A abordagem teórica proposta por Rappaz e Boettinger [47] para o crescimento do espaçamento dendrítico secundário (λ_2) para as ligas multicomponentes, demonstrou-se razoavelmente representativa da evolução experimental de λ_2 . Entretanto, a inclinação da linha teórica e a tendência experimental da liga Al-7,0%Mg-1,5%Fe se mostraram um pouco diferentes.
- Equações experimentais relacionando o limite de resistência à tração e alongamento específico, com λ_2 , \dot{T}_L e V_L foram propostos. Estas demonstraram que λ_2 afeta ligeiramente ambas propriedades δ e σ_u para a liga Al-1,2%Mg-1,5%Fe. Ao contrário, estas propriedades de tração aumentam significativamente com a diminuição do λ_2 para a liga Al-7,0%Mg-

1,5%Fe. Estas equações experimentais são ferramentas úteis para o projeto de propriedades de tração adequadas para componentes de Al-Mg-Fe fundidos baseado no planejamento de taxas de resfriamento apropriadas durante o processo de fundição.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos, são sugeridas as seguintes linhas de pesquisa para a realização de trabalhos futuros:

1. Realizar ensaios de corrosão para caracterizar as ligas multicomponentes Al-Mg-Fe quanto a sua utilização em condições severas de trabalho (ambiente marinho), assim como correlacionar a influência dos parâmetros microestruturais com a resistência à corrosão;
2. Realizar experimento de solidificação direcional em regime transitório de fluxo de calor para uma liga binária Al-7%Mg com o objetivo de correlacionar as variáveis térmicas de solidificação (V_L e \dot{T}_L), parâmetros estruturais (λ_1 , λ_2 , λ_3 , λ_c) e propriedades mecânicas (σ_u , σ_e , δ) com as obtidas das ligas multicomponentes analisadas.
3. Avaliar a evolução microestrutural e propriedades mecânicas decorrentes de ligas ternárias Al-Mg-Fe, preservando as concentrações de Mg em 1,2% e 7,0%Mg, porém reduzindo a adição de Fe para concentrações menores, por exemplo 1,0% em peso.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] BAZARNIK, P., LEWANDOWSKA, M., ANDRZEJCZUK, M., KURZYDŁOWSKI, K.J. The strength and thermal stability of Al-5Mg alloys nano-engineered using methods of metal forming. **Materials Science & Engineering A**, v. 556, p. 134-139, 2012.
- [2] ALIL, A., POPOVIC, M., RADETIC, T., ZRILIC, M., ROMHANJI, E. Influence of annealing temperature on the baking response and corrosion properties of an Al-4.6wt% Mg alloy with 0.54wt% Cu. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 625, p. 76-84, 2015.
- [3] DAVIS, J.R., 1999. **Corrosion of aluminum and aluminum alloys**. Materials Park (OH): ASM International.
- [4] KAMBEROVIC, Z.; ROMHANJI, E.; FILIPOVIC, M.; KORAC, M. The Recycling of High Magnesium Aluminium Alloys - Estimation of the Most Reliable Procedure, Metallurgy. **Journal of Metallurgy**, v. 15, p.189-200, 2009.
- [5] MILLER, W.S.; ZHUANG, L.; BOTTEMA, J.; WITTEBROOD, A.; DE SMET, P.; VIEREGGE, A. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. **Materials Science and Engineering A**, v. 280, n. 1, p. 37-49, 2000.
- [6] ROMHANJI, E.; POPOVIC, M.; GLISIC, D.; DODOK, R.; JOVANOVIC, D. Effect of annealing temperature on the formability of Al-Mg4.5-Cu0.5 alloy sheets. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 177, p. 386-389, 2006.
- [7] LEE, P.D.; ATWOOD, R.C.; DASHWOOD, R.J.; NAGAUMI, H. Modeling of Porosity Formation in Direct Chill Cast Aluminum-Magnesium Alloys. **Materials Science and engineering A**, v. 328, p. 213-222, 2002.
- [8] CHEN, S.W., HUANG, C.C. Solidification Curves of Al-Cu, Al-Mg and Al-Cu-Mg Alloys. **Acta Materialia**, v. 44, p. 1955-1965, 1996.
- [9] BRITO, C.C. Parâmetros Térmicos e Microestruturais na Solidificação Transitória de Ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e Correlação com Resistências Mecânica e à Corrosão. Tese de Doutorado. **UNICAMP-FEM-DEMA**, Campinas-SP, 2016.
- [10] MONDOLFO, L.F. **Aluminium alloys: structure and properties**, Butterworths, London, 1979.

- [11] KIM, N., HA, S., YOON, Y., YEOM, G., LIM, H., KIM, S. Effect of Mg Contents on Fluidity of Al-xMg Alloys. **Light Metals**, v. 156, p. 453-456, 2013.
- [12] GOULART, P.R., SPINELLI, J.E., CHEUNG, N., MANGELICK-NÖEL, N., GARCIA, A. Al-Fe hypoeutectic alloys directionally solidified under steady-state and unsteady-state conditions. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 504, p. 205-210, 2010.
- [13] GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. 2ª ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2007.
- [14] HUNT, J. D.; LU, S. Z. Numerical modeling of cellular array growth: spacing and structure predictions, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27A, p. 611-623, 1996.
- [15] BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J.S. Prediction of dendrite arm spacings in unsteady and steady-state heat flow of unidirectionally binary alloys, **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 28B, p. 651-663, 1997.
- [16] QUARESMA, J.M.V.; SANTOS, C.A.; GARCIA, A. Correlation Between Unsteady-State Solidification Conditions, Dendrite Spacings and Mechanical Properties of Al-Cu Alloys, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.31A, p. 3167-3178. 2000.
- [17] GOULART, P.R.; SPINELLI, J.E.; OSORIO, W.R.; GARCIA, A. Mechanical properties as a function of microstructure and solidification thermal variables of Al-Si castings. **Materials Science & Engineering A**, v. 421, p. 245-253. 2006.
- [18] SPINELLI, J.E.; GARCIA, A. Development of solidification microstructure and tensile mechanical properties of Sn-0.7Cu and Sn-0.7Cu-2.0Ag solders. **Journal Materials Science: Materials in Electronics**, v. 30, p. 401-407, 2014.
- [19] RODRIGUES, J.R.P. Efeito da composição nos parâmetros térmicos e estruturais de ligas Al-Mg solidificadas unidirecionalmente, Tese de Doutorado, **UNICAMP-FEM-DEMA**, p. 161, Campinas-SP. 2007.
- [20] KURZ, W.; FISHER D.J. **Fundamentals of Solidification**, 4th edition. Trans. Tech. Publications Ltd, 1981/1984/1986/1989/1992/2005, 304 p.
- [21] VAN HOOSE, J.R., GRUGEL, R.N., TEWARI, S.N., BRUSH, L.N., ERDMANN, R.G., POIRIER, D.R. Observation of Misoriented Tertiary Dendrite

- Arms During Controlled Directional Solidification in Aluminum-7 Wt pct Silicon Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 43, p. 4724-4731, 2012.
- [22] OKAMOTO, T.; KISHITAKE, K. Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys. **Journal of Crystal Growth**, v. 29, p. 137-146, 1975.
- [23] HUNT, J.D. Keynote Address: Cellular and primary dendrite spacings. In: Metals Society, 1979. **Proceeding of International Conference on Solidification and Casting of Metals**, London, Metals Society, p. 3-9, 1979.
- [24] TRIVEDI, R. Interdendritic spacings: Parte II. A comparison of theory and experiment. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 15A, n° 6, p. 977-982, 1984.
- [25] HORWATH, J.A.; MONDOLFO, L.F. Dendrite growth. **Acta Metallurgica**, v. 10, p. 1037-1042, 1962.
- [26] MCCARTNEY, D.G.; HUNT, J.D. Measurements of cells and primary dendrite arm spacing in directionally solidified aluminium alloys, **Acta Metallurgica**, v. 29, p. 1851-1863, 1981.
- [27] DING G. et al. On primary dendritic spacing during unidirectional solidification, **Acta Materialia**, v. 44, n° 9, p. 3705-3709, 1996.
- [28] RIOS, C.T.; CARAM, R. Primary dendrite spacing as a function of directional solidification parameters in an Al-Si-Cu, **Journal of Crystal Growth**, v. 174, p. 65-69, 1997.
- [29] LAPIN, J. et al. Directional solidification of Ni-Al-Cr-Fe alloy, **Scripta Materialia**, v. 37, n°1, p. 85-91, 1997.
- [30] CHEN, M.; KATTAMIS, T.Z. Dendrite coarsening during directional solidification of Al-Cu-Mn alloys, **Materials Science and Engineering A**, v. 247, p. 239-247, 1998.
- [31] LI, JINFU; YANG, G.; ZHOU, Y. Mode of dendrite growth in undercooled alloys melts. **Materials Research Bulletin**, v. 33, p. 141-148, 1998.
- [32] LI, Q.; BECKERMANN, C. Evolution of sidebranch structure in free dendritic growth. **Acta Materialia**, v.47, p. 2345-2356, 1999.

- [33] FENG, J. et al. Primary cellular/dendrite spacing selection of Al-Zn alloy during unidirectional solidification, **Journal of Crystal Growth**, v. 197, p. 393-395, 1999.
- [34] ÇARDILI, E.; GÜNDÜZ, M. The directional solidification of Pb-Sn alloys, **Journal of Materials Science**, v. 35, p. 3837-3848, 2000.
- [35] DREVET, B. et al. Solidification of aluminium-lithium alloys near the cell/dendrite transition/influence of solutal convection. **Journal of Crystal Growth**, v. 218, p. 419-433, 2000.
- [36] GÜNDÜZ, M.; ÇARDILI E. Directional solidification of aluminium-copper alloys, **Materials Science and Engineering A**, v. 327, n°2, p. 167-185, 2002.
- [37] ROCHA, O.F.L.; SIQUEIRA, C.A.; GARCIA, A. Heat flow parameters dendrite spacings during unsteady state solidification of Sn-Pb and Al-Cu alloys, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.34A, p. 995-1006, 2003B.
- [38] BURDEN, M.H.; HUNT J.D. Cellular and dendritic growth. **Journal of Crystal Growth**, v. 22, p. 99-108, 1974.
- [39] SPINELLI, J.E. et al. Influence of melt convection on dendritic spacings of downward unsteady-state directionally solidified Al-Cu alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 383, p. 271-282, 2004.
- [40] TIEDJE, N.; HANSEN, P.N.; PEDERSEN, A.S. Modeling of primary and secondary dendrites in a Cu-6 wt pct Sn alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27A, p. 4085-4093, 1996.
- [41]. CANTÉ, M.V. Solidificação Transitória, Microestrutura e Propriedades das Ligas Al-Ni, Tese de Doutorado. **UNICAMP-FEM-DEMA**, Campinas-SP. 2009.
- [42] PERES, M.D.; SIQUEIRA, C.A.; GARCIA, A. Macrostructural and microstructural development in Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 381, p. 168-181, 2004.
- [43] MA, D. et al. Unidirectional solidification of Zn-rich Zn-Cu peritectic alloys II: microstructural length scales. **Acta Materialia**, v. 48, p. 1741-1751, 2000.
- [44] MOUTINHO, D.J.C. Análise da evolução microestrutural e da formação de macrossegregação e microporosidade na solidificação unidirecional transitória

de ligas ternárias Al-Cu-Si, Tese de Doutorado. **UNICAMP-FEM-DEMA**, Campinas-SP. 2012.

[45] FERREIRA, I.L.; MOUTINHO, D.J.; GOMES, L.G.; ROCHA, O.L.; GOULART, P.R.; GARCIA, A. Microstructural development in a ternary Al-Cu-Si alloy during transient solidification. **Materials Science Forum**, v.636-637, p. 643-650. 2010.

[46] BERTELLI, F.; BRITO, C.; FERREIRA, I.L.; REINHART, G.; NGUYEN-THI, H.; MANGELINCK-NOËL, N.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. Cooling thermal parameters, microstructure, segregation and hardness in directionally solidified Al-Sn-(Si; Cu) alloys. **Materials & Design**, v. 72, p. 31-42, 2015.

[47] RAPPAZ, M.; BOETTINGER, W.J. On Dendritic solidification of multicomponent alloys with unequal liquid diffusion coefficients. **Acta Materialia**, v.47, p. 3205-3219, 1999.

[48] EASTON, M.; DAVIDSON, C.; JOHN, D. Effect of alloy composition on the dendrite arm spacing of multicomponent aluminum alloys. **Metals & Materials Society**, v. 41A, p. 1528-1538, 2010.

[49] BOEIRA, A.P. Macrosegregação e formação de poros na solidificação de ligas Al-Cu: Modelagem numérica e desenvolvimento experimental, Tese de Doutorado. **UNICAMP-FEM-DEMA**, Campinas-SP. 2006.

[50] METALS HANDBOOK - **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**, ASM International, v. 2, Metals Park. OH, 1990.

[51] GHASSEMIEH, E. Materials in automotive application, state of the art and prospects, **In: New Trends and Developments in Automotive Industry**, Chiaberge, ISBN 978-953-307-999-8, p. 365–394, 2011.

[52] KABIRIAN, F., KHAN, A.S., PANDEY, A. Negative to positive strain rate sensitivity in 5xxx series aluminum alloys: Experiment and constitutive modeling. **International Journal of Plasticity**, v. 55, p. 232-246, 2014.

[53] BURGER, G.B., GUPTA, A.K., JEFFREY, P.W., LLOYD, D.J. Microstructural control of aluminum sheet used in automotive applications. **Materials Characterization**, v. 35, p. 23-39, 1995.

- [54] RAVI, K.R.; PILLA, R.M.; AMARANATHANA, K.R.; PAI, B.C.; CHAKRABORTY, M. Fluidity of aluminum alloys and composites: A review. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 456, p. 201–210, 2008.
- [55] LIU, Y.L.; KANG, S.B. Solidification and segregation of Al-Mg alloys and influence of alloy composition and cooling rate. **Materials Science and Technology**, v. 13, 331-336, 1997.
- [56] METALS HANDBOOK - **Corrosion: Materials**, ASM International, v. 13, 9th ed., p. 1438, Metals Park. OH, 1987.
- [57] ZOLOTOREVSKY, V.S.; BELOV, N.A.; GLAZOFF, M.V. **Casting aluminum alloys**. Elsevier, 2007.
- [58] KUMAR, S., BABU, N. H., SCAMANS, G. M., ESKIN, D. G., & FAN, Z. Solidification behavior of an AA5754 Al alloy ingot cast with high impurity content. **International Journal of Materials Research**, v. 103, n. 10, p. 1228-1234, 2012.
- [59] LU, S.; WU, S.; ZHU, Z.; AN, P.; MAO, Y. Effect of semi-solid processing on microstructure and mechanical properties of 5052 aluminum alloy. **Trans. Nonferrous Met. Soc. China**, v. 20, 2010.
- [60] KIM, J.K.; SHIN, D.H.; KIM, W.J. High-strain-rate superplastic behavior of ingot-processed Al-Mg-Fe alloy. **Scripta Materialia**, v.38, p. 991-998, 1998.
- [61] WANG, L.; MAKHLOUF, M.; APELIAN, D. Aluminium die casting alloys: alloy composition, microstructure, and properties-performance relationships. **International Materials Reviews**, v. 40, n° 6, p. 221-238, 1995.
- [62] YOUNG, R.M.K.; CLYNE, T.W. An Al-Fe intermetallic phase formed during controlled solidification. **Scripta Metallurgica**, v. 15, p. 1211-1216, 1981.
- [63] GRIGER, Á.; STEFÁNIAY, V. Equilibrium and non-equilibrium intermetallic phases in Al-Fe and Al-Fe-Si alloys. **Journal of Materials Science**, v.31, p. 6645-6652, 1996.
- [64] ALIRAVCI, C. A.; PEKGULERYUZ, M.O. Calculation of Phase Diagrams for the Metastable Al-Fe Phases Forming in Direct-Chill (DC)-Cast Aluminum Alloy Ingots. **Calphad**, v. 22, n° 2, p.147-155, 1998.
- [65] OLARU, P.; GOTTSTEIN, G.; PINEAU, A. Microstructure and strain distribution influence on failure properties in eutectic AlNi, AlFe alloys. **Materials Science Forum**, v. 550, p. 247-251, 2007.

- [66] GOULART, P.R., LAZARINE, V.B., LEAL, C.V., SPINELLI, J.E., CHEUNG, N., GARCIA, A. Investigation of intermetallics in hypoeutectic Al-Fe alloys by dissolution of the Al matrix. **Intermetallics**, v. 17, p. 753-761, 2009.
- [67] ALLEN, C. M.; O'REILLY, K.A.Q.; CANTOR, B.; EVANS, P.V. Intermetallic Phase selection in 1xxx Al alloys. **Progress in Materials Science**, v.43, p. 89-170, 1998.
- [68] CAMPBELL, J. **Castings**. Butterworth-Heinemann, Oxford, Great Britain, 2003.
- [69] KEONG, P.G.; SAMES, J.A.; ADAM, C.M.; SHARP, R.M. Influence of various elements on Al-Al₆Fe eutectic system. International conference on solidification and casting of metals. **London: The Metals Society**, p. 110-114, 1979.
- [70] SILVA, B.L., GARCIA, A., SPINELLI, J.E. The effects of microstructure and intermetallic phases of directionally solidified Al-Fe alloys on microhardness. **Materials Letters**, v. 89, p. 291-295, 2012.
- [71] GREMAUD, M.; CARRARD, M.; KURZ, W. The microstructure of rapidly solidified Al-Fe alloys subjected to laser surface-treatment. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 38, p. 2587-2599, 1990.
- [72] GREMAUD, M.; CARRARD, M.; KURZ, W. Banding phenomena in Al-Fe alloys subjected to laser surface-treatment. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 39, p. 1431-1443, 1991.
- [73] GOULART, P.R.; SPINELLI, J.E.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. The effects of cell spacing and distribution of intermetallic fibers on the mechanical properties of hypoeutectic Al-Fe alloys. **Mater. Chem. Phys**, v. 119, p. 272-278, 2010.
- [74] GOULART, P.R. Caracterização da Microestrutura de Solidificação de Ligas Al-Fe e Correlação com Propriedades Mecânicas, Tese de Doutorado. **UNICAMP-FEM-DEMA**, Campinas-SP. 2010.
- [75] FARIA, J.D. Correlações entre Variáveis Térmicas, Microestrutura e Propriedades Mecânicas das Ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-4%Ag Solidificadas em Regime Transitório, Dissertação de Mestrado. **UNICAMP-FEM-DEMA**, Campinas-SP. 2015.
- [76] **AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM)**. ASTM E8/E8M-11. **West Conshohocken, Pennsylvania**. 2011. 27 p.

- [77] METALS HANDBOOK - **Metallography and Microstructures 2004**, ASM International, v. 9, Metals Park. OH, 2004.
- [78] GOULART, P.R., CRUZ, K.S., SPINELLI, J.E., FERREIRA, I.L., CHEUNG, N., GARCIA, A. Cellular growth during transient directional solidification of hypoeutectic Al-Fe alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 470, p. 589-99, 2009.
- [79] BERTELLI, F., CHEUNG, N., FERREIRA, I.L., GARCIA, A. Evaluation of thermophysical properties of Al-Sn-Si alloys based on computational thermodynamics and validation by numerical and experimental simulation of solidification. **The Journal of Chemical Thermodynamics**, v. 98, p. 09-20, 2016.
- [80] CANTE, M.V., BRITO, C., SPINELLI, J.E., GARCIA, A. Interrelation of cell spacing, intermetallic compounds and hardness on a directionally solidified Al-1.0Fe-1.0Ni alloy. **Materials and Design**, v. 51, p. 342-346, 2013.
- [81] FERREIRA, I.L., LINS, J.F.C., MOUTINHO, D.J., GOMES, L.G., GARCIA, A. Numerical and experimental investigation of microporosity formation in a ternary Al Cu Si alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 503, p. 31-39, 2010.
- [82] BRITO, C., COSTA, T.A., VIDA, T.A., BERTELLI, F., CHEUNG, N., SPINELLI, J.E., GARCIA, A. Characterization of Dendritic Microstructure, Intermetallic Phases, and Hardness of Directionally Solidified Al-Mg and Al-Mg-Si Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46, p. 3342-55, 2015.