UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Análise do Efeito do Superaquecimento na Solidificação Unidirecional da Liga AA5052

Autor: **Tonnyfran Xavier de Araujo Sousa** Orientador: Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos

10/2006

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Análise do Efeito do Superaquecimento na Solidificação Unidirecional da Liga AA5052

Autor: Tonnyfran Xavier de Araujo Sousa Orientador: Rezende Gomes dos Santos

Curso: Engenharia Mecânica Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Dissertação de mestrado acadêmico apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2006 S.P. – Brasil

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

_

So85a	Sousa, Tonnyfran Xavier de Araujo Análise do efeito do superaquecimento na solidificação unidirecional da liga AA5052 / Tonnyfran Xavier de Araujo SousaCampinas, SP: [s.n.], 2006.
	Orientador: Rezende Gomes dos Santos Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.
	1. Solidificação. 2. Ligas de alumínio. 3. Altas temperaturas. I. Santos, Rezende Gomes dos. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Analysis of the overheating effect in the unidirectional solidification of the AA5052 Palavras – chave em Inglês: Unidirectional solidification, Aluminum alloys, overheating

> Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica Banca examinadora: Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia e Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo Data da defesa: 23/02/2006

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Análise do Efeito do Superaquecimento na Solidificação Unidirecional da Liga AA5052

Autor: Tonnyfran Xavier de Araujo Sousa Orientador: Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos, Presidente. Instituição: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP

Prof. Dra. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia. Instituição: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP

Prof. Dra. Mírian de Lourdes Noronha Motta Melo. Instituição: Universidade São Francisco

Campinas, 23 de fevereiro de 2006

Dedicatória:

Dedico este trabalho a Deus, aos meus pais, minha família, minha irmã, àqueles que considero meus irmãos e meus amigos.

Agradecimentos

Este trabalho não teria chegado a sua conclusão sem a ajuda e incentivo de diversas pessoas às quais aqui presto minha homenagem:

Aos meus pais pelo amor incondicional, árduo incentivo e educação constante em todos os momentos da minha vida.

A minha irmã, Thetiane Xavier de Araujo Sousa, por tudo que representa em minha vida.

As famílias Araujo e Sousa, representados carinhosamente aqui por Maria Eunice de Araújo, Laydy Araújo de Melo, Hilton Araújo de Melo e Genilda Oliveira de Araujo, além de serem meus parentes, são pessoas que devoto grande carinho, respeito, orgulho e me confortam com sua companhia fraterna.

Aos meus amigos de longa data, camaradas que juntos construímos uma amizade, que compartilharam comigo momentos de grandes realizações em minha vida e que sempre me propuseram momentos de alegrias, são eles: Maria Amália Trindade de Castro, Giovanni Bruno Gomes Lima, Paulo Cardoso de Lima Júnior, Ana Aparecida Rodrigues de Farias de Lima, José Henrique Fragoso, Nazareno Brito Freitas, Alexandre de Almeida Borges, Maria Lúcia de Almeida, Fernando Fernandes Almeida, Bruno Rolim Cavalcante, Fábio Nogueira da Silva, e Djalma Pereira Barbosa.

Aos amigos que conheci e que trabalhamos juntos na Pós-graduação da Unicamp sob a orientação do Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos, que sempre foram muito prestativos, pacientes, solidários e que sempre sou muito grato de ter tido a sorte de conhecê-los: Jean Robert Pereira Rodrigues, Marco Antônio Eid e Ricardo Batista Andrade.

Aos amigos que conheci aqui em Campinas e que também fui agraciado por suas amizades: Leopoldo Mattos e sua família, Maria de Castro Monteiro Loffredo, Giorgia Aleixo Taiacol, Carla Badellino, Bárbara de Oliveira, Andrea Liao, Sophia Ferres, Alex Maia do Nascimento, André Gustavo de Souza Galdino, Daniel Delbin, Maria Aparecida Pinto, Maria Aparecida Larosa, Iracema Rodrigues e José Roberto Pereira Rodrigues.

Ao meu orientador, pela paciência, compreensão, cooperação, amizade, confiança e pelos caminhos que mostrou a serem seguidos.

Ao Prof. Dr. Kamal Abdel Radi Ismail, pela oportunidade, pelas orientações, pela preocupação, pela dedicação, pelos conselhos, por sua sabedoria, por sua luta e exemplo de vida e vitória.

A todos os professores e colegas do Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica da Unicamp, que ajudaram de forma direta e indiretamente na conclusão deste trabalho.

Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron.

À FAPEMA, Fundação de Amparo à Pesquisa e ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico do Maranhão, por todo suporte financeiro nestes dois anos de Mestrado, que garantiram o bom andamento e conclusão deste trabalho, representados nesta pelas pessoas dos Prof. Dr. Sofiane Labidi e pelo Prof. Dr. Edson do Nascimento.

À Universidade Estadual do Maranhão e aos professores do curso de Engenharia Mecânica em especial aos do Departamento de Engenharia Mecânica e Produção.

Ao Maranhão e a São Luís, a "Atenas Brasileira", fundada pelos franceses, invadida e dominada pelos holandeses e finalmente colonizada por portugueses, hoje patrimônio da humanidade, terra que me acolheu há 15 anos, e que a tenho como minha, de coração.

"O objetivo da educação é inventar e reinventar a civilização sem barbárie" Florestan Fernandes

Resumo

SOUSA, Tonnyfran Xavier de Araujo, "Análise do efeito do superaquecimento na solidificação unidirecional da liga AA5052", Campinas, SP: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2006. 89 p. Dissertação (Mestrado).

O objetivo do trabalho é o desenvolvimento de uma análise comparativa do processo de solidificação de uma liga de alumínio a partir de diferentes graus de superaquecimento. São determinados experimentalmente os principais parâmetros do processo de solidificação afetados pelo grau de superaquecimento e sua influência na formação da microestrutura. Foi escolhida a liga AA5052, contendo cerca de 3% de magnésio pelo seu interesse comercial. A liga foi vazada com três diferentes graus de superaquecimento, em um dispositivo que permite a solidificação unidirecional e o monitoramento, através de um sistema de aquisição de dados, das variações de temperatura em diferentes posições da peça. A partir dos resultados de temperatura são determinados outros parâmetros do processo. Os espaçamentos interdendríticos são determinados a partir das micrografias. Através da análise experimental é determinada a influência do grau de superaquecimento nos seguintes parâmetros relativos ao processo de solidificação: coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde, velocidade de avanço da frente de solidificação, gradiente de temperatura em frente à isoterma liquidus, taxa de resfriamento, tempo local de solidificação e espaçamentos interdendríticos primário e secundário. Também é analisada a transição entre a estrutura colunar e equiaxial.

Palavras-chave: Solidificação Unidirecional; Ligas de alumínio; Superaquecimento.

Abstract

SOUSA, Tonnyfran Xavier de Araujo, "Analysis of the overheating effect in the unidirectional solidification of the AA5052 alloy", Campinas, SP: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2006. 89 p. Dissertação (Mestrado).

The objective of this work is the development of a comparative analysis of solidification process of the aluminum 5052 alloy with different overheating ranges. The main parameters of the solidification process, experimentally determined, are affected by the overheating range and its influence on the microstructure arrangement. It was selected the 5052 alloy, containing about 3% of magnesium, used for commercial purposes. The alloy was poured with three different overheating ranges in a device which allows the unidirectional solidification and its monitoring through an acquisition data system thru the temperature variation from different positions on the sample. From the temperature results, the process parameters are determined. The dendritic spacing is determined using the micrographs. Through experimental analysis is established the influence of the overheating range at the following parameters related to solidification process: heat transfer coefficient at the metal/mold interface, solidification rate, thermal gradient at the liquidus isotherm, cooling rate, local solidification time and secondary arm spacing. The change between the structure columnar and equiaxed is also studied.

Keywords: Unidirectional solidification, Aluminum alloys, Overheating.

Índice

Lista	Lista de Figuras	
Lista	de Tabelas	vi
Nome	nclatura	vii
Capít	ulo 1: Introdução	
1.1	Conceitos gerais	01
1.2	Principais características e aplicações gerais do alumínio	02
1.3	Solidificação unidirecional	05
1.4	Objetivos	06
Capít	ulo 2: Revisão bibliográfica	
2.1	Formação estrutural	07
2.2	Estruturas de Lingotes	12
2.3	Temperatura de solidificação	15
2.3.1	Variação da entropia na solidificação	16
2.4	Super-resfriamento	17
2.5	Nucleação homogênea	19
2.6	Nucleação heterogênea	20
2.7	Solidificação de ligas	21
2.8	Solidificação unidirecional de metais	25
2.9	Coeficiente de transferência de calor no metal/molde	30
2.9.1	Determinação do h _i através do confronto teórico-experimental de perfis térmicos	32
Capít	ulo 3: Materiais e Métodos	
3.1	Considerações gerais	33

3.2	Liga utilizada	33
3.3	Aparato experimental	35
3.4	Vazamento	44
3.5	Análise metalográfica	45
Capítu	lo 4: Resultados e discussões	
4.1	Macrografias	48
4.2	Curvas de resfriamento	53
4.3	Parâmetros de solidificação	56
4.3.1	Variação da posição da isoterma liquidus em função do tempo	56
4.3.2	Variação da velocidade da isoterma liquidus em função da posição	57
4.3.3	Gradiente térmico no líquido em frente à isoterma liquidus	61
4.3.4	Variação da taxa de resfriamento em função da posição	64
4.4	Microestrutura	67
4.5	Correlação entre espaçamentos dendríticos e parâmetros de solidificação	69
4.6	Determinação do coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde (hi)	74
Capítu	lo 5: Conclusões e sugestões para próximos trabalhos	
5.1	Conclusões	76
5.2	Sugestões para próximos trabalhos	77
Referê	ncias bibliográficas	78
Anexos		85

Lista de Figuras

2.1	Região de fase única do diagrama de equilíbrio indicando as linhas de	
	transformação solidus e liquidus.	09
2.2	Distribuição de soluto em frente à interface sólido/líquido.	10
2.3	Esquema do encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal.	11
2.4	Possíveis macroestruturas de lingotes: (a) grãos colunares, (b) pequenos grãos	
	equiaxiais e grãos colunares, (c) pequenos grãos equiaxiais coquilhados finos,	
	grãos colunares e grãos equiaxiais no centro, (d) grãos equiaxiais.	13
2.5	Curvas de resfriamento para: (a) um metal puro que apresenta super-resfriamento;	
	(b) um metal puro que apresenta super-resfriamento, mas onde a temperatura não se	
	eleva para a temperatura de equilíbrio de solidificação; (c) um metal puro que não	
	apresenta super-resfriamento; (d) um sólido amorfo.	18
2.6	Energia livre/diagrama de temperatura para um metal puro.	20
2.7	Condições para formação de interface celular e dendrítica.	22
2.8	Transição de estrutura plana para celular.	23
2.9	Transição de estrutura celular para dendrítica	23
2.10	Espaçamentos dendríticos primário e secundário.	24
2.11	Micrografia de uma liga com estrutura dendrítica	24
3.1	Forno de resistência elétrica utilizado para refundir a liga AA5052.	36
3.2	Detalhe do forno mostrando a resistência elétrica.	37
3.3	Croqui detalhado do dispositivo para solidificação unidirecional.	38
3.4	Dispositivo de solidificação unidirecional.	39

3.5	Casca cerâmica	40
3.6	Esquema do aparato experimental utilizado.	41
3.7	Cadinho de carbeto de silício.	42
3.8	Sistema de aquisição de dados: (a) PC e placas de aquisição; (b) tela da aquisição.	43
3.9	Esquema de corte do lingote para macrografia.	45
3.10	Esquema de medição do espaçamento interdendrítico secundário para os diferentes	
	graus de superaquecimento da liga AA5052.	47
4.1	Duas macroestruturas típicas de lingotes de liga de alumínio - 0,13% titânio	
	solidificados unidirecionalmente a partir do fundo: (a) transição da zona colunar	
	para a equiaxial no lingote, (b) cristais inteiramente colunares	50
4.2	Macrografia da liga AA5052 vazadas nas temperaturas de (a) 720°C, (b) 750°C e	
	(c) 780°C.	51
4.3	Evolução de crescimento do comprimento da zona colunar para cada grau de	
	superaquecimento: 720°C, 750°C e 780°C da liga AA5052.	52
4.4	Comparação do comprimento das zonas colunares em função da porcentagem de	
	seus graus de superaquecimento para as ligas Pb2,5%Sb, Al4,5%Si e AA5052.	53
4.5	Curva de resfriamento para a liga AA5052, vazada na temperatura de 720°C.	54
4.6	Curva de resfriamento para a liga AA5052, vazada na temperatura de 750°C.	55
4.7	Curva de resfriamento para a liga AA5052, vazada na temperatura de 780°C.	55
4.8	Curvas de variações das posições das isotermas liquidus em função do tempo para	
	três diferentes graus de superaquecimentos da liga AA5052.	57
4.9	Curvas de variações das posições das isotermas solidus em função do tempo para	
	três diferentes graus de superaquecimentos da liga AA5052.	58
4.10	Comportamento da velocidade de avanço da isoterma liquidus em função da	
	posição para diferentes graus de superaquecimento da liga AA5052.	60
4.11	Comportamento da velocidade da isoterma solidus em função da posição para	
	diferentes graus de superaquecimento da liga AA5052.	61
4.12	Curva de variação da velocidade de avanço da isoterma liquidus em função da	
	posição para a liga Al4,5%Si com 10% de superaquecimento.	62

4.13	Curva de variação da velocidade de avanço da isoterma liquidus em função da	
	posição para a liga Pb2,5%Sb com 10% de superaquecimento	63
4.14	Curvas de variação dos gradientes térmicos a frente da isoterma liquidus em função	
	da posição para os três graus de superaquecimento da liga AA5052.	64
4.15	Curvas da variação da taxa de resfriamento em frente à isoterma liquidus para três	
	diferentes graus de superaquecimento da liga AA5052.	65
4.16	Curva da variação da taxa de resfriamento para a liga Al4,5%Si.	66
4.17	Curva da variação da taxa de resfriamento para a liga Pb2,5%Sb.	67
4.18	Micrografia da seção longitudinal a 20 mm da interface metal/molde na região da	
	zona colunar para a temperatura de superaquecimento de 750°C.	68
4.19	Micrografía da seção longitudinal a 20 mm da interface metal/molde na região da	
	zona colunar para a temperatura de superaquecimento de 780°C.	68
4.20	Variação do tamanho do espaçamento dendríticos secundário em função da posição	
	para cada grau de superaquecimento da liga AA5052.	70
4.21	Espaçamento dendrítico secundário para a liga Al4,5%Si.	71
4.22	Espaçamento dendrítico secundário para a liga Pb2,5%Sb.	72
4.23	Curvas de variação do tempo local de solidificação em função da posição para os	
	diferentes graus de superaquecimento para a liga AA 5052.	73
4.24	Coeficiente de transferência de calor para os três graus de superaquecimento da liga	
	AA5052.	75

Lista de Tabelas

2.1	Variação de entropia durante solidificação para vários metais.	17
2.2	Super-resfriamento máximo obtido pela técnica de gota pequena.	19
3.1	.1 Composição química da liga AA5052 obtido pelo equipamento RIX 3100 da	
	RIGAKU através do princípio dos parâmetros fundamentais.	34
3.2	Composição química da liga AA5052 (limites padrão).	34
3.3	Propriedades termofísicas da liga AA5052.	35

Nomenclatura

Letras Latinas

а	Difusividade térmica	$[mm^2/s]$
d	Densidade	[g/cm ³]
c	Calor específico	[J/kg K]
C_0	Concentração de soluto na liga	
C_S	Concentração de soluto no líquido	
C_1	Concentração de soluto no sólido	
G	Gradiente de temperatura	[K/mm]
G _{EL}	Energia livre	[kJ/mol]
$G_{\rm L}$	Energia livre de Gibbs do líquido	[kJ/mol]
Gı	Gradiente de temperatura em frente à isoterma liquidus	[K/mm]
Gs	Energia livre de Gibbs do sólido	[kJ/mol]
G _T	Gradiente de temperatura	[K/m]
\mathbf{h}_{i}	Coeficiente de transferência de calor	$[W/mm^2 K]$
k	Condutividade térmica	[W/m K]
L	Calor latente	[kJ/kg ⁻¹]
Е	Energia interna	[J]
Р	Pressão	$[N/m^2]$
V	Volume	[mm ³]
S	Entropia	[J/K]
Т	Temperatura absoluta	[K]

T	Taxa de resfriamento	[K/s]	
T_{fA}	Temperatura de fusão	[K]	
T_1	Temperatura liquidus	[K]	
T_{S}	Temperatura solidus	[K]	
V	Velocidade	[mm/s]	
Letras Gregas			
λ_1	Espaçamento dendrítico primário	μm	
λ_2	Espaçamento dendrítico secundário	μm	

Capítulo 1

1. Introdução

1.1 Conceitos gerais

O alumínio é um metal reativo, mas capaz de formar uma película de óxido de alumínio que o protege da corrosão em muitos meios agressivos. Apresenta boa resistência à corrosão atmosférica e a muitos meios aquosos. Algumas propriedades gerais interessantes do metal são sua baixa densidade ($d = 2,71g/cm^3$) e boa condutividade térmica e elétrica [Coutinho, 1992].

O alumínio e suas ligas começaram a ser produzidos industrialmente recentemente comparados a outros metais. Era considerado uma raridade e sua produção mundial em 1882 estava limitada a 2 t. Vinte e dois anos depois, sua produção mundial saltou para nada menos que 7.000 t, onde em seguida, em 1943 alcançou a marca de 2 milhões de toneladas e na virada do milênio ultrapassou o número recorde de 22 milhões de toneladas com progressivo crescimento mundial e expansão da produção deste metal [ABAL, 2004].

O minério que dá origem ao alumínio é a bauxita, bastante presente na face da Terra, correspondendo aproximadamente cerca de 8% da crosta terrestre. O processo mais utilizado para se obter o óxido de alumínio da bauxita é o processo Bayer, que corresponde ao método de extração e partição hidrometalúrgico. Este processo baseia-se na extração do hidróxido de alumínio da bauxita através de uma solução de soda submetida a temperaturas elevadas, onde em

seguida ocorre uma separação dos resíduos sólidos, depois do resfriamento da suspensão, retirase o hidróxido de alumínio da solução supersaturada obtida através de cristalização e retorno da solução de soda, posteriormente a separação do hidróxido cristalizado. E por último o através de transformação térmica o hidróxido torna-se óxido denominado alumina (Al₂O₃) [ABAL, 2004].

Para a transformação desse óxido em metal, é feita a redução através do processo Hall-Heroult por eletrólise em uma faixa de temperatura de 950°C a 980°C. O processo inicia-se através da dissolução da alumina em criolita fundida e conseguinte decomposição química do óxido de alumínio através do ânodo do sistema para a então obtenção final do alumínio líquido a temperatura elevada. A relação de obtenção de alumínio é a seguinte: 4 kg de bauxita produzem 2 kg de alumina que originam 1 kg de alumínio. Durante este estágio do processo, para o resfriamento deste material é de grande importância o acréscimo de sucatas que tenham sido muito bem selecionadas, ajustando a temperatura de vazamento, assim como a adição de elementos de liga, de forma a se obter a composição química desejada, tanto na aquisição de material produzido na forma de placas para laminação, como tarugos para extrusão, barras para trefílação ou lingotes para fundição de peças ou para qualquer outro objetivo [ABAL, 2004].

É possível então distinguir entre ligas fundidas, onde os produtos finais são obtidos através de vazamento e solidificação do metal líquido em um molde com a forma da peça desejada, e ligas trabalháveis, as quais são produzidas pela transformação mecânica de um produto semiacabado (tarugo, placa, barra ou vergalhão).

1.2 Principais características e aplicações gerais do alumínio

Por possuir uma vasta variedade de combinações de propriedades, o alumínio é considerado um dos mais versáteis materiais usados na engenharia e em construções. A gama que compreende suas características é bastante vasta e destacável. Apresenta baixo peso específico, embora algumas de suas ligas possuam resistências superiores à do aço estrutural. Tem alta resistência à corrosão sob a maioria das condições de trabalho e formação de sais incolores na superfície, sem manchar ou descolorir produtos com os quais está em contato, tais como: tecidos na indústria têxtil e soluções na indústria química. Não produz reação tóxica.

Possui boa condutibilidade térmica e elétrica e alta refletividade, tanto para o calor, como para a luz. É facilmente trabalhado em qualquer forma e aceita uma grande variedade de acabamentos superficiais [ABAL, 2004].

Uma das principais características do alumínio é ser um metal leve. Possui peso específico de cerca de 2,7 g/cm³. Comparado aos demais metais, possui uma massa aproximada de 35% da do aço e 30% da do cobre [ABAL, 2004].

A resistência à tração do alumínio puro é relativamente baixa, aproximadamente 90MPa. Neste caso não é considerado uma boa opção na utilização como material estrutural. Essa característica pode ser melhorada através de trabalho a frio. É possível também obter aumento de resistência através de adição de alguns metais como elementos de ligas: ferro, silício, cromo, manganês, magnésio, zinco, etc. Em ligas que são possíveis tratá-las termicamente, o aumento da resistência à tração pode chegar a 700 MPa [ABAL, 2004].

As ligas de alumínio também constituem uma classe de grande importância entre os metais estruturais usados a baixas temperaturas, em temperaturas abaixo de zero, sua resistência aumenta sem perder a ductilidade. As ligas de alumínio foram se tornando cada vez mais importantes à medida que se expandia a engenharia criogênica, com aplicações a temperaturas próximas de -200°C. Estes baixos níveis de temperatura estão associados ao crescente uso de oxigênio na indústria siderúrgica, uso de nitrogênio em fornos de atmosfera controlada, criptônio e xenônio na indústria elétrica e eletrônica, gases liquefeitos para a propulsão de foguetes e transporte de gases naturais liquefeitos. A maioria destes gases é produzida pela destilação de ar líquido, um processo que exige materiais capazes de serem conformados para obtenção de chapas e tubos soldáveis e com boas propriedades de transferência de calor. No caso do gás natural, o método mais econômico de transporte deste combustível é o marítimo, no estado liquefeito. Isto exige materiais com elevada relação resistência mecânica/peso, boa ductilidade e tenacidade a temperaturas próximas de -162°C. Estas condições são bem atendidas pelas ligas alumínio-magnésio [Coutinho, 1992].

Ao ser exposto à atmosfera o alumínio apresenta a formação imediata de uma fina e

invisível camada de óxido, que protege o metal de oxidações posteriores. Isto faz com que o alumínio tenha uma elevada resistência à corrosão por possuir esta característica de autoproteção. Se alguma substância ou condição agressiva permitir a remoção ou destruição desta camada de óxido que protege o material, o metal perderá essa sua característica anticorrosiva e estará totalmente exposto.

Como possui a propriedade de ser um metal atóxico, o alumínio pode ser utilizado em utensílios domésticos, sem qualquer efeito nocivo ao organismo humano, e, atualmente, o alumínio tem sido muito usado em equipamentos nas indústrias alimentícias. É essa propriedade que permite às folhas de alumínio serem utilizadas com segurança em contato direto com produtos alimentícios, como embalagens [ABAL, 2004].

Outra característica sua importante é elevada condutibilidade elétrica sendo por isso muito utilizado como condutor de eletricidade. A condutibilidade elétrica de um condutor na liga 1350 é cerca de 62% IACS (International Annealed Copper Standard). Observa-se que, não obstante a menor condutibilidade do alumínio em comparação com a do cobre (100%IACS), o condutor de alumínio, com a mesma resistividade do cobre, pesa somente a metade [ABAL, 2004].

A alta condutibilidade térmica do alumínio torna-o um dos metais mais importantes na fabricação de utensílios domésticos. Essa característica é um importante meio de transferência de energia térmica, tanto no aquecimento, como no resfriamento. Assim, os trocadores ou dissipadores de calor em alumínio são comuns nas indústrias alimentícia, química, petrolífera, aeronáutica etc. O alumínio é também um excelente refletor de energia radiante devido ao grande alcance dos comprimentos de onda desde os raios ultravioletas, através dos espectros visíveis, até os raios infravermelhos e ondas de calor, tanto quanto ondas eletromagnéticas de rádio e radar. O alumínio tem uma refletividade acima de 80%, a qual permite ampla utilização em luminárias. Coberturas de alumínio refletem uma alta porcentagem do calor do sol, tanto que edificações cobertas com esse material são menos quentes no verão [ABAL, 2004].

O metal não é magnético, sendo freqüentemente utilizado como proteção em equipamentos eletrônicos. Também, não produz faíscas, sendo dessa forma bastante utilizado na estocagem de

substâncias inflamáveis ou explosivos [ABAL, 2004].

Estas são as características que dão ao alumínio uma extrema versatilidade. Na maioria das aplicações, duas ou mais destas características entram em jogo, como por exemplo: baixo peso combinado com resistência mecânica em aeronaves, vagões ferroviários, caminhões e outros equipamentos de transporte. A alta resistência à corrosão e a elevada condutibilidade térmica são importantes em equipamentos para a indústria química e petrolífera, propriedades que combinam com a atoxidade necessária em equipamentos de produção alimentícia [ABAL, 2004].

Muitas aplicações requerem extrema versatilidade que somente o alumínio possui. Diariamente, cada combinação de suas propriedades vem sendo trabalhada de novas formas.

Em particular a liga AA5052 utilizada neste trabalho apresenta grande aplicação nas indústrias mecânica, metalúrgica, aeroespacial, militar e petrolífera, pois tem como principais características: boa resistência à corrosão; alta resistência à fadiga; soldabilidade e moderada resistência estática. É utilizada na produção de combustível aeronáutico, em linhas de transporte de óleo, em tanques de combustível, em variadas aplicações na indústria naval e de transporte, em laminação de metais, eletrodomésticos e postes de iluminação, são alguns dos produtos típicos que fazem uso desse material [Metals handbook, 1961].

1.3 Solidificação unidirecional

Nos últimos anos houve um grande crescimento do número de trabalhos desenvolvidos e publicados internacionalmente utilizando o processo de solidificação unidirecional para a análise da influência dos parâmetros de solidificação na formação de estruturas e na geração de defeitos em ligas ferrosas e não ferrosas. Um dos grandes benefícios da solidificação unidirecional é a possibilidade de se medir com maior facilidade parâmetros importantes do processo de solidificação, tais como: velocidades de avanço das isotermas solidus e liquidus e gradientes de temperatura, tempos locais de solidificação e a partir deste serem feitas relações com parâmetros estruturais, como espaçamentos dendríticos primário e secundário, que podem ser medidos com precisão em uma estrutura unidirecional, e com a formação de defeitos, como as

microporosidades formadas entre os ramos dendríticos.

1.4 Objetivos

Tendo em vista a importância da solidificação unidirecional na análise do processo de solidificação de ligas metálicas e da grande aplicação tecnológica da liga AA5052, os objetivos deste trabalho estão relacionados com a análise experimental da variação dos diferentes parâmetros de solidificação desta liga em função do grau de superaquecimento utilizando para tanto um equipamento que permite a solidificação unidirecional, dando continuidade a trabalhos desenvolvidos anteriormente [Melo, 1996; Melo, M. L. N. M., Rizzo, E. M. S. e Santos, R. G., 2004 e 2005], [Andrade, 2003] e [Domingos, 2004].

Foi estudada a influência do grau de superaquecimento do metal durante o vazamento nos seguintes parâmetros de solidificação:

- Variações de temperatura na liga;
- Coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde;
- Velocidade de avanço da isoterma liquidus e solidus;
- Gradiente térmico em frente à isoterma liquidus;
- Taxas de resfriamento em frente à isoterma liquidus;
- Espaçamento dendrítico secundário.

No Anexo 1 é apresentado um fluxograma indicando as atividades realizadas no trabalho.

Capítulo 2

2. Revisão Bibliográfica.

2.1 Formação estrutural

Fisicamente, a solidificação é definida como um processo de transformação de fase líquida em fase sólida que, de forma controlada, é largamente utilizado em processos industriais. No âmbito da eletrônica podemos verificar o emprego da solidificação como processo de purificação de metais e semicondutores e na obtenção de monocristais de alta perfeição para a fabricação de microcircuitos de computadores, calculadoras, instrumentos de precisão *laser* e equipamentos de telecomunicação. No setor metalúrgico a Solidificação tem sua aplicação voltada principalmente na produção de lingotes para posterior conformação mecânica, na conformação de metais por fundição e na união de componentes metálicos por soldagem a fusão [Flemings, 1974].

É na fundição dos metais que a solidificação encontra seu mais vasto campo de aplicação. O objetivo fundamental da fundição é o de dar forma adequada ao metal, vertendo-o em estado líquido dentro da cavidade de um molde com a forma desejada, o que consiste essencialmente na aplicação pura e simples do princípio clássico de Arquimedes de que "o líquido toma a forma do vaso que o contém"; o próprio molde retira calor do metal líquido provocando sua solidificação e fixando sua forma inicial. Entretanto, apesar da extrema simplicidade desse objetivo, a solidificação do metal no molde não se efetua de modo passivo, como pode parecer à primeira vista [Garcia, 2001]. Grande parte dos produtos metálicos, quer sejam acabados, onde as peças são obtidas já na forma final ou próxima desta; ou semi-acabados, na forma de lingotes, tarugos, blocos, placas, com exceção daqueles que são fabricados por processos de eletrodeposição e da metalurgia do pó, passam pela transformação, em algum estágio de sua fabricação, do estado líquido para o estado sólido. A obtenção da estrutura formada especificamente após o processo de solidificação determinará as propriedades dos produtos finais, não somente no caso de produtos fundidos (utilizados no estado bruto de fusão), mas também quando estes produtos são posteriormente trabalhados para a produção de produtos semi-acabados (barras, chapas e fios) [Andrade, 2003].

A transformação líquido-sólido pela qual passa o metal é de natureza ativa e dinâmica, já que durante a mesma ocorrem diversos eventos que, se não forem devidamente controlados, podem comprometer o desempenho do produto final ou, até mesmo, interromper a seqüência de fabricação. Tais eventos podem dar origem a diversos tipos de heterogeneidades que interferem drasticamente na qualidade metalúrgica do produto final. Além das heterogeneidades físicas, geralmente decorrentes da variação de volume específico do metal (rechupes, trincas, poros de contração e outros tipos de defeitos), podem surgir heterogeneidades químicas (segregação de impurezas ou de elementos de liga em escala microscópica ou macroscópica) e heterogeneidades estruturais (tipo, distribuição, tamanho, orientação dos grãos cristalinos e dendríticos). Apesar de se acreditar que alguns defeitos poderão ser eliminados posteriormente na conformação mecânica, é arriscado ignorar o surgimento destes. Mesmo que o defeito possa ser eliminado macroscopicamente pela conformação mecânica, muitos dos defeitos permanecem nos produtos acabados [Flemings, 1974].

Um dos grandes objetivos da ciência dos materiais está voltado no desenvolvimento de técnicas que controlam o tamanho e a forma de grão, a partir delas, produzir o material fundido com estrutura homogeneamente composta por grãos finos e equiaxiais. A partir deste propósito, surgem então maiores perspectivas sobre o mecanismo de solidificação dos metais.

Uma boa parte dos trabalhos que envolvem o mecanismo de solidificação de metais em moldes tem sido fundamentada principalmente em análises químicas dos fundidos e na estrutura de solidificação. Isso está diretamente ligado à dificuldade de observação direta do fenômeno de solidificação num molde de fundição.

Outra razão que torna a análise dos problemas de solidificação mais complexos é a representação matemática dos fenômenos. Sem o conhecimento do mecanismo de formação dos cristais no molde, dos movimentos do metal fundido no molde e do comportamento dos finos cristais no líquido, a solidificação dos lingotes tem sido matematicamente explicada através de equações desenvolvidas para o caso de solidificação unidirecional de metais com pureza relativamente alta. É necessário lembrar que há um crescimento irregular de ramos dendríticos, e que há uma variação na convecção do metal líquido no molde. E ainda, que há a separação, flutuação ou precipitação de cristais no molde.

Nas ligas metálicas a solidificação se dá em um intervalo de temperaturas, conforme mostra a Figura 2.1, e para uma dada composição ocorre entre as linhas liquidus e solidus. Durante a solidificação haverá rejeição de soluto ou de solvente, dependendo do valor de (k), coeficiente de partição de soluto ser menor ou maior que a unidade respectivamente, e como na prática de fundição, a solidificação ocorre em condições de não equilíbrio, ou seja, a velocidade de avanço da fronteira sólido/líquido não é extremamente lenta, haverá um acúmulo de soluto no líquido (se k<1) gerando gradientes de composição em frente à interface sólido/líquido, como mostrado na Figura 2.2 [Santos, 1998].



Figura 2.1 – Região de fase única do diagrama de equilíbrio indicando as linhas de transformação solidus e liquidus [Santos, 1998].



Figura 2.2 – Distribuição de soluto em frente à interface sólido/líquido [Santos, 1998].

Em geral os principais aspectos microestruturais, que dependem intensamente das condições de solidificação desde o início do processo com o metal líquido até o metal solidificado, influenciam as características mecânicas e a qualidade do produto final, que vão desde o tamanho de grão, espaçamentos dendríticos, espaçamentos lamelares ou fibrosos, das heterogeneidades de composição química, do tamanho, forma e distribuição das inclusões, das porosidades formadas, etc., conforme é mostrado no esquema da cadeia de fenômenos que ocorrem durante o processo de solidificação, atendendo assim a determinadas exigências previamente estabelecidas. Desta maneira é necessário conhecer as informações relativas aos aspectos relacionados durante todo o processo de solidificação, que vão desde a temperatura de vazamento, o tratamento do metal líquido; a forma de preenchimento do molde (através do controle de intensidade das correntes convectivas), material e formato do molde (responsável pela capacidade de absorção de calor) e se o molde deve ser pré-aquecido, refrigerado ou estiver na temperatura ambiente. Esses fatores que terão influência na taxa de resfriamento e, portanto determinarão o grau de refino da estrutura [Garcia, 2001].



Figura 2.3 – Esquema do encadeamento de fenômenos durante a solidificação de um metal [Garcia, 2001].

2.2 Estruturas de Lingotes

Relacionado diretamente com a quantidade e as propriedades dos solutos presentes no metal; das propriedades relacionadas ao tamanho e forma do molde utilizado; da temperatura e da técnica de vazamento, serão vários os tipos de estruturas de solidificação obtidos a partir da solidificação de um metal fundido num molde. A Figura 2.4 ilustra, esquematicamente, as estruturas típicas de lingote, obtidas freqüentemente em um molde simples. Estes diagramas são esboços dos resultados obtidos através do seccionamento do metal depois da solidificação e revelação da estrutura por meio de um ataque químico apropriado [Ohno, 1988].

O tipo de estrutura vista na Figura 2.4 (a) é denominada estrutura colunar, consiste de grãos em forma de coluna, neste caso, teve seu crescimento iniciado na parede do recipiente e avanço para dentro do centro do lingote. Esta estrutura é geralmente observada em lingotes de metais relativamente puros. Uma estrutura similar é também freqüentemente observada quando uma liga é vazada com grande superaquecimento numa coquilha e quando a convecção térmica no metal fundido, num molde, é artificialmente eliminada [Ohno, 1988].

Visto que os cristais colunares crescem perpendicularmente à parede do recipiente, um lingote completamente composto por cristais colunares sempre apresenta planos de fragilidade, localizados no centro e nos cantos do lingote, onde as extremidades dos cristais colunares se encontram, Nesses planos frágeis, encontram-se solutos, gases e impurezas insolúveis segregadas. Um lingote com este tipo de estrutura é geralmente indesejável, por estar sujeito à ruptura, nesses planos, em trabalhos subseqüentes de fabricação.

A zona colunar geralmente se estende até o centro de um fundido de metal puro e, em alguns casos, ela é seguida por uma outra zona de grãos equiaxiais, orientados ao acaso, na região central dos lingotes. Na Figura 2.4 (b) uma grande quantidade de grãos foi nucleada na parede do molde, mas somente um pequeno número cresceu em direção ao centro produzindo grãos do tipo colunar os quais fornecem elevadas propriedades anisotrópicas.

A estrutura na Figura 2.4 (c) é o tipo mais freqüentemente encontrado quando ligas são

fundidas e vazadas dentro de moldes. O lingote consiste em uma camada externa fina de pequenos cristais equiaxiais que envolve a camada intermediária de cristais colunares denominada zona equiaxial coquilhada e seguida existe uma zona central de cristais equiaxiais. Os lingotes que se solidificam com estruturas semelhantes à apresentada nas Figuras 2.4 (c) raramente são homogêneos. Vários tipos de segregação são formadas durante a solidificação, devido ao comportamento dos cristais equiaxiais no molde, assim como: segregação V, segregação V inversa e segregação negativa. As segregações inversas em ligas alumínio-cobre e o estanho exsudado em ligas cobre-estanho, são exemplos bem conhecidos de tais defeitos em lingotes com este tipo de estrutura [Ohno, 1988].



Figura 2.4 – Possíveis macroestruturas de lingotes: (a) grãos colunares, (b) pequenos grãos equiaxiais e grãos colunares, (c) pequenos grãos equiaxiais coquilhados finos, grãos colunares e grãos equiaxiais no centro, (d) grãos equiaxiais [Ohno, 1988].

Ligas ocasionalmente são solidificadas para produzir a estrutura mostrada na Figura 2.4 (d), que é um lingote que possui uma estrutura de grãos completamente equiaxiais. Este tipo de estrutura geralmente é a desejada, porque os grãos equiaxiais são orientados ao acaso e crescem igualmente em todas as direções para produzir um material que é macroscopicamente isotrópico e relativamente homogêneo na composição química e nas propriedades físicas. Os lingotes que possuem estruturas completamente equiaxiais são os mais adequados para os subseqüentes trabalhos de fabricação, tais como a estampagem, o forjamento e a laminação.

Lingotes que são solidificados conforme estruturas mostradas na Figura 2.4 (a) ou (b) são

raramente homogêneas, e muitas das impurezas solúveis e insolúveis são encontradas no centro do lingote por serem segregadas. Segregação desse tipo pode se tornar muito dispendioso em termos de material o qual tem que ser rejeitado se os defeitos aparecem na fabricação subseqüente. Por exemplo, se um lingote de aço inoxidável é laminado em chapas, o centro do lingote eventualmente pode dobrar para cima na superfície da chapa quando uma espessura específica é alcançada. Se, depois de laminado e recozido, a chapa deve ser rejeitada porque possui muitas falhas de superfície, a empresa que a fabricou terá perdido considerável quantidade de tempo e dinheiro. A perda poderia ser evitada pela produção de estrutura equiaxial com granulometria fina no lingote original [Ohno, 1988].

No exemplo de segregação dado, a perda importante foi monetária. Outros exemplos podem ser citados onde segregação tem sido responsável por falhas de serviço que tem causado severa perda de qualidade e até redução da vida útil. Em geral, a segregação deve ser eliminada ou pelo menos ser mantida ao mínimo, desde que o objeto seja somente tão resistente quanto seu elo mais fraco. Se alguma seção do objeto contém muito pouco ou muito mais átomos de soluto as propriedades de toda parte são determinadas pelas regiões de segregação. Exceções aparecem, contudo, como na demanda para dispositivos termoelétricos e semicondutores, onde composições químicas não uniformes são desejadas, e, para produzi-los, é necessário entender como as heterogeneidades são desenvolvidas e como elas podem ser controladas [Ohno, 1988].

Ares [Ares et al, 2005] realizou experimentos na condição de transição colunar para equiaxial em solidificação unidirecional de ligas conhecidas, dentre elas Al-Mg, Al-Cu e Al-Si. Seus experimentos determinaram que a transição de uma zona para outra não ocorre de forma abrupta nas amostras, mas encontra-se presente quando o gradiente na frente líquido das dendritas colunares alcança valores críticos e mínimos, sendo negativo na maioria dos casos. A transição ocorre quando os gradientes de temperatura na fusão à frente das dendritas colunares estão em determinadas faixas para cada liga estudada. Concluindo assim que a transição ocorre na zona preferencial em um determinado plano, onde tanto os grãos colunares como equiaxiais coexistem na fusão. Também foi observado que o comprimento da zona colunar aumenta com o aumento da taxa de resfriamento, assim como o gradiente de temperatura e a velocidade de avanço da isoterma liquidus alcançaram valores críticos na transição colunar para equiaxial.

Nesta zona de transição, em alguns casos foram observados recalescência ou interrupção térmica e gradientes negativos. E por fim, depois da transição a velocidade da frente liquidus acelerava mais rápido que a frente solidus.

Ao investigar taxas de crescimento de trinca por fadiga em grãos ultrafinos em ligas de Al-7,5Mg, [Pao et al, 2005] propôs uma comparação com duas outras ligas, ambas sendo Al-7Mg onde uma foi produzida por metalurgia do pó e outra em lingote. Verificou-se que as taxas de crescimento de trinca por fadiga em grãos ultrafinos de Al-7,5Mg são significantemente maiores que os de Al-7Mg produzido por metalurgia do pó, que por sua vez são significativamente maiores que as de Al-7Mg produzido em lingote. O limiar de crescimento de trinca por fadiga é o mais baixo em grãos ultrafinos em ligas de Al-7,5Mg, seguido por Al-7Mg produzido por metalurgia do pó, e é maior no Al-7Mg produzido em lingote. As altas taxas de crescimento de trinca por fadiga e baixos limiares em grãos ultrafinos de Al-7,5Mg podem ser atribuídos a morfologia mais lisa da superfície de fratura e baixo fechamento de trinca por rugosidade induzida e deflexão da trinca.

Um modelo estocástico, i.e. aleatório (estatística), bi-dimensional (2-D) de tipo macromicro para previsão da transição colunar para equiaxial durante o processo de solidificação de lingotes da liga Ti-(45-48%)Al foi proposto por Liu [Liu et al, 2005]. Baseando sua parte macroscópica no método diferencial finito para modelamento da transferência de calor.

2.3 Temperatura de solidificação

Uma das características interessantes da transformação líquido-sólido é que, em um metal puro, acontece em uma única temperatura que é característica do metal e da pressão. Esta temperatura de solidificação está em função tanto do líquido como do sólido; por exemplo, o enxofre solidifica-se a 114° C se o sólido formado é monoclínico na estrutura, e em 119° C se a estrutura ortorrômbica é formada. Em ambos os casos o líquido tem somente uma faixa de ordenação de curta ordem, mas os dois diferentes sólidos possuem uma faixa de ordenação de longo; esta mudança de ordenação de faixa curta para longa é a parte importante da transformação [Winegard, 1964].

A energia interna do líquido desordenado dever ser maior que a de um sólido ordenado, e uma liberação (ou absorção) de calor é esperado quando o material passa de um estado para o outro. De fato, o calor envolvido quando um líquido transforma para sólido é chamado de calor latente de solidificação (L). Uma interessante relação a respeito do calor latente e da temperatura de solidificação pode ser desenvolvida aplicando termodinâmica básica.

A temperatura de solidificação é definida como a temperatura nas quais as energias livres das duas fases (sólido e líquido) são iguais. Outra forma de determinar isto é dizer que, na temperatura de solidificação, ambos líquido e sólido tem a mesma energia disponível para executar um trabalho externo ou [Winegard, 1964],

$$G_L = G_S$$

Onde G_L é a energia livre de Gibbs do líquido e G_S é a energia livre do sólido. A energia livre G_{EL} é definida pela seguinte relação

$$G_{EL} = E - TS + PV$$
 (1)

Onde E = energia interna da fase.

- T = temperatura absoluta.
- P = pressão.
- V = volume.
- S = entropia (que é a medida da desordem de uma fase).

2.3.1 Variação de entropia na solidificação

Desde a diferença de estrutura, e assim a diferença na ordenação, entre um sólido e outro é muito menor do que entre um sólido e um líquido, a variação na entropia, ΔS , quando metal líquido transforma-se em metal sólido deve ser relativamente independente da estrutura do sólido. Isto é mostrado na Tabela 2.1[Winegard, 1964].

Tabela 2.1 – Variação de Entropia durante solidificação para vários metais. [Winegard, 1964]

Metal	Estrutura	Calor Latente , cal/g - atom	Temperatura de Solidificação, °K	ΔS cal.grau ⁻¹ g.atom ⁻¹
Alumínio	Cúbico de Face Centrada	2.500	993	2,6
Cobre	Cúbico de Face Centrada	2.700	1.356	2,0
Chumbo	Cúbico de Face Centrada	1.300	600	2,2
Sódio	Cúbico de Corpo Centrado	635	370	1,7
Magnésio	Hexagonal Compacto	2100	923	2,3
Zinco	Hexagonal Compacto	1740	693	2,5

2.4 Super-resfriamento

Mesmo que seja verdade, como determinado, que há somente uma temperatura de solidificação de equilíbrio ou termodinâmica, os metais líquidos são freqüentemente observados experimentalmente até o super-resfriamento, e a solidificação começa em alguma temperatura que é menor que a temperatura de solidificação aceitada. Este fenômeno é ilustrado na Figura 2.5 (a), que apresenta uma curva de resfriamento mostrando mudança de temperatura com o tempo para a massa de líquido resfriada. Quando a temperatura do líquido está abaixo de T_E o líquido é denominado com "super-resfriado".

Uma vez iniciada a solidificação, a temperatura de líquido remanescente eleva-se rapidamente para uma temperatura de solidificação normal, por causa doa calor latente envolvido ainda que haja metal suficiente presente no sistema. Quando uma pequena quantidade de metal está presente, o calor latente disponível pode não ser suficiente para trazer a temperatura do banho de volta a temperatura de equilíbrio de solidificação. Nesse caso a curva de resfriamento pode parecer-se com a mostrada na Figura 2.5 (b).

Se não houver super-resfriamento, i.e. nenhum impedimento para nucleação, a curva de resfriamento pode ser similar a mostrada na Figura 2.5 (c). Todos os metais são cristalinos e tem
curvas de resfriamento similares as das Figuras 2.5 (a), (b), ou (c). Alguns materiais não formam sólidos cristalinos, todavia, mas solidificam-se em um sólido amorfo com uma estrutura similar a de um líquido "super-resfriado". Visto que não há mudança real na ordenação, nenhum calor latente está envolvido e a curva de resfriamento é similar a mostrada na Figura 2.5 (d) [Winegard, 1964].



Figura 2.5 – Curvas de resfriamento para: (a) um metal puro que apresenta superresfriamento; (b) um metal puro que apresenta super-resfriamento, mas onde a temperatura não se eleva para a temperatura de equilíbrio de solidificação; (c) um metal puro que não apresenta super-resfriamento; (d) um sólido amorfo. [Winegard, 1964]

Se determinada amostra de um metal é subdividida em gotas muito pequenas, muitas dessas gotas podem ser submetidas a um super-resfriamento elevado, conforme é mostrado na Tabela 2.3. Estes elevados super-resfriamentos podem ser conseguidos não somente com metais puros, mas também através de algumas ligas, quando o metal líquido é coberto com vidro fundido para evitar o contato direto do metal com a parede do molde. Contudo, tais super-resfriamentos nunca são observados comercialmente, onde a nucleação ocorre de fato com super-resfriamentos menores que 10° C [Winegard, 1964].

Metal	Super- resfriament o máximo ΔT (° C)	Metal	Super- resfriament o máximo ΔT (° C)	Metal	Super- resfriament o máximo ΔT (° C)
Mercúrio	77	Germânio	227	Cobalto	330
Gálio	76	Prata	227	Ferro	295
Estanho	118	Ouro	230	Paládio	332
Bismuto	90	Cobre	236	Platina	370
Chumbo	80	Manganês	308		
Antimônio	135	Níquel	319		

Tabela 2.2 – Super-resfriamento máximo obtido pela técnica de gota pequena [Ohno, 1988].

2.5 Nucleação homogênea

A nucleação pode ser definida com a formação de uma nova fase em uma região distinta, separada de arredores por um limite definido. Quando a solidificação é considerada, a nucleação envolve a formação de uma pequena partícula de sólido rodeado por líquido. Para determinar como e quando a nucleação acontece, é necessário observar o problema de ambas as abordagens termodinâmica e cinética [Winegard, 1964].

Da termodinâmica, há somente uma temperatura na qual um metal puro sólido pode existir em equilíbrio com o metal puro líquido. Nesta temperatura as energias livres das duas fases são iguais, como mostrado na Figura 2.6. Abaixo da temperatura de solidificação ou fusão, T_E , a fase sólida é estável, desde que tenha a mais baixa energia livre; acima de T_E a fase líquida é estável. Um metal deve sempre ser sólido quando está em uma temperatura abaixo do ponto de fusão, porque há uma redução da energia livre associada com a transformação líquido \rightarrow sólido. Por exemplo, na temperatura T₁ há uma queda na energia livre, de G₃ para G₄, se o líquido muda para sólido. Em outras palavras, quanto maior o grau de super-resfriamento, maior a força motriz para transformar líquido em sólido [Winegard, 1964].



Figura 2.6 – Energia livre/diagrama de temperatura para um metal puro [Winegard, 1964].

2.6 Nucleação heterogênea

A formação de um núcleo de tamanho crítico pode sofrer uma ação catalisadora por meio da presença, no volume de líquido, de superfícies adequadas e de natureza diversa do líquido. O agente catalisador da nucleação pode ser tanto partículas sólidas em suspensão no líquido, paredes de molde, uma película de óxido na superfície do líquido, ou elementos ou compostos inseridos propositadamente. Nessas condições a nucleação tem início exatamente nessas partículas estranhas ao sistema e é denominada de nucleação heterogênea. Esses agentes atuam como facilitadores energéticos do processo de nucleação, o que se traduz pelos valores de super-

resfriamento máximo observados na prática, que raramente vão além de uns poucos graus abaixo do ponto de fusão, com exceção dos casos de formação de estruturas vítreas [Garcia, 2001].

2.7 Solidificação de ligas

No caso de ligas metálicas compostas de dois ou mais componentes, dependendo das características e da porcentagem desses componentes, pode não haver condição de se obter, no estado sólido, uma estrutura composta de grãos de uma única fase (estrutura monofásica). A manutenção do equilíbrio termodinâmico durante a solidificação de ligas metálicas implica na formação de fases ou mistura de fases que levem o sistema a um menor valor de energia livre. Os diagramas de fases apresentam as fases em equilíbrio termodinâmico em função da composição da liga e da sua temperatura [Santos, 2004].

Se a liga metálica solidifica-se em condições de equilíbrio termodinâmico a interface sólido/líquido mantém-se plana como no caso de metais puros. No entanto a ocorrência do super-resfriamento constitucional tende a provocar a degeneração dessa interface na medida em que o líquido, dentro de certa extensão, está em condições de solidificação (temperatura liquidus maior que a temperatura real) e "protuberâncias sólidas" que avancem a partir da interface tendem a tornar-se estáveis [Santos, 2004].

A ocorrência de instabilidades depende do gradiente de temperatura (G) em frente à interface sólido/líquido e da velocidade de avanço dessa interface (v). A instabilidade tende a aumentar com o decréscimo da relação entre esses parâmetros (G/v). A interface pode passar de plana para celular ou dendrítica. Evidentemente se o gradiente de temperatura na interface for alto (tangenciando a curva da temperatura liquidus) não há super-resfriamento constitucional e a interface permanece plana conforme pode ser visto na Figura 2.7 [Santos, 2004].

A interface pode passar inicialmente de plana para celular, com as células crescendo com velocidade baixa na direção do fluxo de calor (normal à interface), como mostrado esquematicamente na Figura 2.8. No entanto quando a velocidade de avanço das células aumenta passa a haver uma tendência de crescimento em direções cristalográficas mais favoráveis (no

caso dos metais que apresentam estruturas cristalinas cúbicas, por exemplo, há uma tendência de crescimento na família de direções <100>). A estrutura celular passa, então, gradativamente para uma estrutura ramificada denominada estrutura dendrítica. Inicialmente crescem ramos primários em direções cristalográficas próximas à direção de extração de calor, mas como existem direções cristalográficas favoráveis perpendiculares aos ramos primários, com a rejeição de soluto entre os ramos primários podem surgir ramos secundários, conforme mostrado na Figura 2.9 [Santos, 2004].



Figura 2.7 – Condições para formação de interface celular e dendrítica. [Santos, 2004]

Define-se como espaçamento interdendrítico primário (λ_1) a distância entre dois ramos primários e como espaçamento interdendrítico secundário (λ_2) a distância entre dois ramos primários, conforme pode ser visto na Figura 2.9. Os espaços entre os ramos dendríticos são denominados canais interdendríticos.

As ligas metálicas em condições normais de solidificação em geral apresentam estrutura dendrítica. Na Figura 2.11 é mostrada uma micrografia de uma liga com estrutura dendrítica.



Figura 2.8 – Transição de estrutura plana para celular [Santos, 2004].



Figura 2.9 – Transição de estrutura celular para dendrítica [Santos, 2004].

No caso da estrutura dendrítica há a formação de uma região onde coexistem fases sólida e líquida denominada zona pastosa (ver Figura 2.10). Como passa a haver também rejeição de soluto para o líquido interdendrítico aumentando a concentração do mesmo pode haver a formação de estrutura eutética nos canais interdendríticos no final da solidificação.



Figura 2.10 – Espaçamentos dendríticos primário e secundário [Santos, 2004].



Figura 2.11 – Micrografia de uma liga com estrutura dendrítica [Santos, 2004].

Sabemos que no caso das ligas metálicas que apresentam estruturas dendríticas, as propriedades mecânicas dos produtos fundidos dependem diretamente dos espaçamentos primários e secundários obtidos depois do processo de solidificação. Melo [Melo et al, 2005] desenvolveu, através de resultados experimentais e numéricos, um modelo para prever os espaçamentos dendríticos primários e secundários em função de parâmetros térmicos. Em seu trabalho, constatou-se que na previsão de microporosidades é necessário caracterizar precisamente a estrutura dendrítica formada durante todo o processo de solidificação, então sendo

necessário calcular a permeabilidade e também estimar o raio da bolha de gás para então determinar a pressão exercida devido a tensão superficial do gás/metal. Depois foram comparados resultados numéricos e experimentais da liga Al4,5%Cu que permitiram a previsão dos espaçamentos interdendríticos durante a solidificação unidirecional.

2.8 Solidificação unidirecional de metais

Uma revisão bibliográfica mostra que nos últimos anos o número de trabalhos desenvolvidos e publicados internacionalmente utilizando o processo de solidificação unidirecional para a análise da influência dos parâmetros de solidificação na formação de estruturas e na geração de defeitos em ligas ferrosas e não ferrosas tem crescido significativamente. A principal vantagem da solidificação unidirecional é a possibilidade de se medir com maior facilidade parâmetros importantes do processo de solidificação, como por exemplo, velocidades de avanço das isotermas solidus e liquidus e gradientes de temperatura, e correlacioná-los com parâmetros estruturais, como espaçamentos dendríticos primário e secundário, que podem ser medidos com precisão em uma estrutura unidirecional, e com a formação de defeitos, como as microporosidades formadas entre os ramos dendríticos.

Su, Overfelt e Jemian [Su, R., Overfelt, R. e Jemian, W., 1998] analisaram a solidificação unidirecional de ligas Al-4,5%Cu usando um forno Bridgman, que permite a solidificação em regime permanente. Os autores durante as experiências impuseram variações súbitas nas velocidades de avanço da zona pastosa (deslocamentos das isotermas solidus e liquidus), provocando uma situação transiente, e analisaram o ajuste dos parâmetros de solidificação para atingir uma nova situação permanente. Os autores concluíram que os espaçamentos interdendríticos ajustam-se ao novo regime tão rapidamente quando as velocidades de avanço da zona pastosa, mas os perfis de concentração de soluto ajustam-se mais lentamente. Os resultados mostraram também que as equações encontradas na literatura para determinação dos espaçamentos interdendríticos permitem a determinação satisfatória dos mesmos.

Min [Min et al., 1998] estudou a evolução da morfologia do intermetálico LiAl em ligas Al-Li, com a variação do teor de lítio. Os autores concluíram que até 2% de lítio observa-se apenas a fase primária e que para teores acima de 2% a morfologia passa de plana e celular para dendrítica e a estrutura é constituída de fase primária e eutético até 7% de lítio quando passa a ser constituída apenas de eutético. Foram medidos os parâmetros de solidificação e correlacionados com a evolução da estrutura.

Lin [Lin et al., 1999] usou a solidificação unidirecional para analisar a evolução dos espaçamentos celular e dendrítico para uma série de ligas de alumínio. Os autores concluíram que os espaçamentos primários são dependentes não só das condições de crescimento, mas também da forma como tais condições foram alcançadas. Os autores usaram também os resultados obtidos para confirmar a validade do modelo proposto por Hunt-Lu para a determinação dos espaçamentos celulares e dendríticos.

Dell, Ding e Tewari [Dell, S., Ding, G., e Tewari, S., 1999] em solidificaram unidirecionalmente as ligas Pb-2,2%Sb e Pb-5,8%Sb utilizando diferentes taxas de resfriamento. Os resultados foram utilizados para determinar a distribuição de células e dendritas nas secções transversais as amostras. Os autores concluíram que a distribuição das células e dendritas é preponderantemente hexagonal.

Gündüz e Çadirli, [Gündüz, M. e Çadirli, E., 2001] analisaram a solidificação unidirecional de ligas Al-Cu. Os autores mediram as variações da velocidade de solidificação e do gradiente de temperatura para diferentes concentrações de cobre e as correspondentes variações dos espaçamentos interdendríticos primário e secundário. Mediram também as variações do raio da ponta da dendrita e a extensão da zona pastosa. Através de regressão linear foram estabelecidas correlações entre os parâmetros do processo de solidificação e os parâmetros estruturais.

Rocha, Siqueira e Garcia [Rocha, O., Siqueira, C. e Garcia, A., 2003] estudaram a transição da morfologia celular para dendrítica durante a solidificação unidirecional, em regime transiente, de ligas Sn-Pb. Os autores mediram a variação dos parâmetros térmicos durante o processo de solidificação e sua influência na formação da microestrutura. As medidas da variação dos espaçamentos dendríticos primário e secundário foram comparadas com modelos teóricos disponíveis na literatura. Garcia et al. têm publicado vários trabalhos correlatos que

envolvem solidificação unidirecional [Sá et al., 2003], [Osório, W. e Garcia, A., 2002], [Spinelli, J., Peres, M. e Garcia, A., 2005], [Ferreira et al., 2003], [Spinelli et al, 2004], [Siqueira, C., Cheung, N. e Garcia, A., 2003], [Osório et al., 2003], [Ferreira, I., Garcia, A. e Nestler, B., 2004], [Peres et al, 2004], [Santos, C., Quaresma, J. e Garcia, A, 2001], [Rocha, O., Siqueira, C. e Garcia, A, 2003] e [Spinelli, J., Ferreira, I. e Garcia, A., 2003].

Yasuda, et al. [Yasuda, et al., 2004] analisaram através de observação direta por raios-X, usando radiação síncrotron monocromática, o crescimento dendrítico durante a solidificação unidirecional de uma liga Sn-21%Bi.

Muitos trabalhos têm sido desenvolvidos também na área de modelagem de solidificação envolvendo diretamente a solidificação unidirecional. Hale, Keyhani e Frankel, [Hale, S., Keyhani, M. e Frankel, J., 2000], apresentaram um método numérico para prever a velocidade de solidificação e o gradiente de temperatura na interface do lado do líquido em função das condições de solidificação. A solução é baseada em dois problemas inversos: um relativo à expansão do domínio relativo fase sólida e outro baseado na contração do domínio relativo à fase líquida.

Alexandrov [Alexandrov, D., 2001] apresentou um modelo analítico para descrever a solidificação de uma liga binária considerando uma condição de quase equilíbrio na zona pastosa. O modelo permite a determinação da concentração de soluto, da distribuição de temperatura e da fiação de sólido na zona pastosa. A extensão da zona pastosa pode ser também determinada em função de parâmetros físicos e operacionais do processo de solidificação.

Lin [Lin et al., 2001] propôs um modelo numérico para analisar a evolução da morfologia durante o processo de solidificação unidirecional. A aplicação do modelo mostrou que para um dado gradiente de temperatura, com o aumento da velocidade de crescimento observa-se inicialmente uma transição da morfologia de plana para celular e de celular para dendrítica e posteriormente uma transição inversa de dendrítica para celular e plana. O modelo permitiu a determinação de espaçamentos interdendríticos primários após a transição celular/dendrítica para várias condições de crescimento. Esses resultados apresentaram boa concordância com

resultados experimentais. Os resultados mostraram que as transições celular/dendrítica e dendrítica/celular podem ocorrer em faixa de velocidades de avanço e que no caso da transição dendrítica/celular a velocidade crítica depende do espaçamento dendrítico observado antes da transição.

Osório e Garcia [Osório, W. e Garcia, A., 2002] apresentaram analisaram a solidificação unidirecional de ligas Zn-Al e propuseram equações analíticas para determinar a posição das isotermas solidus e liquidus durante a solidificação e para correlacionar os limites de resistência e limite de escoamento e os espaçamentos dendríticos secundários com parâmetros relativos ao processo de solidificação.

Chakraborty e Dutta [Chakraborty, S. e Dutta, P., 2002] apresentaram um modelo analítico para simular a solidificação unidirecional de ligas binárias. O modelo foi comparado com resultados obtidos através da solidificação da liga orgânica NH₄Cl-H₂0 e com resultados numéricos.

A solidificação unidirecional é bastante utilizada para analisar a formação de microporosidades. Muitos trabalhos têm sido publicados na área a partir da década de 60, com um trabalho pioneiro de Piwonka e Flemings [Piwonka, T. e Flemings, M., 1966]. Whitesell e Overfelt [Whitesell, H. e Overfelt, R., 2001] usaram um processo de solidificação controlada, para analisar a influência de parâmetros de solidificação na formação da microestrutura, na macrossegregação e na formação de microporosidades, para uma superliga a base de níquel. Em cada experiência os autores impuseram uma velocidade de solidificação constante, obtendo conseqüentemente espaçamentos interdendríticos constantes. A partir dos resultados estabeleceram a melhor condição para minimizar a formação de microporosidades. Kuznetsov e Xiong [Kuznetsov, A. e Xiong, M., 2002] analisaram o efeito da gravidade na formação de microporosidades em ligas binárias. Para tanto consideraram o caso de solidificação unidirecional ocorrendo da parte superior da peça para a parte inferior, considerando ausência de gravidade. Hyun e Nakajima [Hyun, S. e Nakajima, H., 2003] estudaram o efeito da velocidade de solidificação no tamanho de poros na fabricação de cobre poroso por solidificação unidirecional sob a ação de hidrogênio e argônio pressurizado.

Muitos trabalhos têm sido desenvolvidos também visando a modelagem numérica do processo de formação de microporosidades. Pequet e Rappaz [Pequet, Ch. Gremaud, M. e Rappaz, M., 2002] desenvolveram um modelo para analisar a formação de micro e macroporosidades durante a solidificação de ligas Al-Cu e Al-Si. Esse trabalho não apresenta comparação dos resultados obtidos nas simulações com resultados experimentais. Melo et al., desenvolveram estudos na área de formação de microporosidades e propuseram um método numérico para prever a posição, a quantidade e o tamanho de microporosidades formadas por contração e gases dissolvidos, durante a solidificação unidirecional da liga Al-4,S%Cu [Melo, M., Rizzo, E. e Santos, R., 2004], [Melo, M., Rizzo, E. e Santos, R., 2005].

Como parte deste estudo Sousa et al., apresentaram um trabalho no COBEM em 2005 que tinha como objetivo o desenvolvimento de uma análise comparativa do processo de solidificação da liga de alumínio AA5052 a partir de diferentes graus de superaquecimento [Sousa et al., 2005].

A solidificação unidirecional tem sido aplicada no estudo de ligas que apresentam transformação peritética. Yasuda [Yasuda, H. et al.,] analisou a solidificação de ligas Cd-Sn que apresentam transformação peritética. Ligas contendo 1,0, 1,5, 2,0 at% de cádmio foram solidificadas unidirecionalmente aplicando gradientes de temperatura de 2,7 x 10^3 e de 5,3 x 10^3 K/m. Os autores analisaram a possibilidade de formação de estruturas na forma de bandas ou estruturas competitivas dependendo das condições de solidificação. Ma [Ma, D. et al., 2000 e 2001] analisou a solidificação unidirecional de ligas Zn-Cu que apresentam transformação peritética. Os autores analisaram a influência da velocidade de crescimento nos espaçamentos entre células da fase η e nos espaçamentos interdendríticos celulares da fase ε .

Alguns trabalhos referentes à solidificação unidirecional de aços inoxidáveis têm sido também desenvolvidos nos últimos anos. Moustafa, Moustafa e Nofal [Moustafa, I., Moustafa, M. e Nofal, A., 2000] solidificaram unidirecionalmente o aço inoxidável ferrítico contendo 17% de cromo aplicando duas diferentes taxas de resfriamento. As amostras obtidas foram submetidas a tratamentos de recozimento a 900°C e a 1000°C por duas horas e quatro horas. Os resultados

obtidos foram utilizados para analisar a formação de carbonetos durante a solidificação e durante o recozimento. Umeda e Okane [Umeda, T. e Okane, T., 2001] estudaram a formação da microestrutura em ligas Fe-Cr-Ni e Fe-Ni usando um fomo Bridgman e aplicando diferentes velocidades de crescimento.

Também a solidificação de materiais semicondutores tem sido analisada empregando a solidificação unidirecional. Maeda et al. [Maeda et al., 1999] analisaram a influência da adição de prata na morfologia de crescimento de barras de Y-Ba-Cu-O. Hayashi et al. [Hayashi et al., 2001] utilizaram a solidificação unidirecional para fabricar barras de Y-Ba-Cu-O com e sem adição de prata. Os autores analisaram a influência da velocidade de crescimento na solidificação de barras longas concluindo que um crescimento em regime quase permanente é alcançado para uma velocidade de 2 mm/h. Mori, Kuroki e Ogi [Mori, N., Kuroki, T. e Ogi, K., 2001] propuseram um modelo numérico para simular a solidificação unidirecional de ligas Y-Ba-Cu-O que permite prever a formação da estrutura de solidificação.

2.9 Coeficiente de transferência de calor no metal/molde

Iniciado o processo de solidificação ocorre junto à parede do molde a solidificação de uma fina camada de metal. Durante o progresso do processo, existe a formação de um espaço físico separando o metal e o molde (gap), e que pode desenvolver-se, apoiado em mecanismos que estão associados principalmente a [Garcia, 2001]:

- Interação do metal com o molde em função de suas diferentes naturezas físicoquímica: com evolução do gap de ar nessa interface, o coeficiente de transferência de calor pode decrescer rapidamente dificultando a retirada de calor na mesma e desacelerando o processo de solidificação. A parede do molde, por mais bem acabada que esteja, apresenta pequenas saliências, mesmo que em nível microscópico. Quando o metal líquido se aproxima da superfície interna do molde, o primeiro contato se dá nos picos destas saliências que estão a uma temperatura bem abaixo do metal líquido, causando a formação de pequenos núcleos sólidos nesses locais. Ao mesmo tempo, a tensão superficial do metal líquido poderá impedir que o restante do metal que se solidifica alcance os vales das asperezas superficiais, armazenando nos mesmos ar ou gases liberados durante o processo.

- Contração do metal/Expansão do molde: no início do processo, o contato entre o molde e o metal líquido pode ser considerado muito bom, por depender da fluidez do metal líquido e da pressão metalostática que ajuda a manter esse contato térmico, o que acarreta um coeficiente de transferência de calor inicialmente mais elevado. À medida que o 'processo progride, uma fina camada de metal solidifica-se em contato com a parede do molde, e inicia-se um movimento do metal provocado pelas contrações volumétrica decorrente da solidificação e térmica decorrente do resfriamento e que se opõe à.pressão metalostática. Ao mesmo tempo, pode ocorrer uma expansão da parede do molde em função de seu aquecimento (moldes metálicos). Com o avanço da solidificação, a contração vai gradativamente vencendo a pressão metalostática e aumentando a separação física metal/molde, conseqüentemente diminuindo o valor de h_i. A influência da parede do molde nos valores de hi é mais expressiva em moldes metálicos de paredes relativamente finas quando comparadas com a espessura do metal a ser solidificada. Nesses casos o molde aquece rapidamente, e a continuidade da solidificação ficará mais dependente da troca térmica da parede externa do molde com o ambiente. A decorrente expansão térmica do molde favorece o contato térmico com o metal mantendo um nível de valores de h_i mais elevados por um maior intervalo de tempo, quando comparado a um molde mais espesso e que tem condições de distribuir melhor o calor absorvido.

A disponibilidade de valores de h_i na literatura é relativamente escassa, e as características de alta diversidade dos sistemas metal/molde implicam na necessidade do desenvolvimento de metodologias para sua determinação experimental. A disponibilidade de um banco de dados com valores h_i seria de grande utilidade na modelagem matemática do processo de solidificação, seja para simular operações de fundição, seja para otimizar o processo através de modificações operacionais. Pode-se mencionar quatro metodologias de determinação de h_i, que individualmente estão apoiadas em diferentes abordagens do processo básico da solidificação tanto de metais como de ligas metálicas binárias, a saber [Garcia, 2001]:

- Cinética de solidificação unidirecional controlada;

- Confronto de perfis térmicos teóricos/experimentais;
- Medidas de temperatura e vazão em moldes refrigerados; e
- Medidas de parâmetros da microestrutura de solidificação.

2.9.1 Determinação de hi através do confronto teórico-experimental de perfis térmicos

Uma forma indireta, sendo esta a que foi utilizada neste trabalho, de determinação dos coeficientes de transferência de calor metal/molde consiste em mapear experimentalmente as temperaturas em determinados pontos do molde e do metal ao longo da solidificação e, posteriormente, confrontar os perfis de temperatura ou curvas de resfriamento experimentais com as curvas teóricas simuladas através de um modelo numérico de solidificação, que tenha sido prévia e devidamente aferido. Esse método de determinação de h_i, em função da atual maior disponibilidade de ferramentas e de facilidades computacionais, é extremamente conveniente, principalmente quando se dispõe de um sistema de aquisição de dados para a monitorização experimental das temperaturas [Garcia, 2001].

Uma alternativa a esse método consiste na solução inversa da equação de condução para regime transiente, ou seja, dados experimentais de evolução da temperatura monitorizados em alguns pontos do sistema metal/molde são utilizados como dados de entrada em modelos numéricos que se incumbem da determinação da condição de contorno na interface metal/molde temperaturas [Garcia, 2001].

Capítulo 3

3. Materiais e Métodos

3.1 Considerações Gerais

No desenvolvimento da parte experimental deste trabalho foram abrangidos os seguintes eventos na metodologia aplicada:

- Fusão das ligas e vazamento em dispositivo de solidificação unidirecional com diferentes graus de superaquecimento;
- Obtenção das variações de temperatura em diferentes pontos utilizando um sistema de aquisição de dados e termopares tipo K;
- Determinação dos parâmetros térmicos da solidificação a partir das variações de temperatura;
- Caracterização e quantificação dos parâmetros estruturais representados pela macroestrutura e pelos espaçamentos dendríticos secundários;
- Determinação do coeficiente de transferência de calor.

3.2 Liga utilizada

Para este trabalho foi utilizada a liga de Alumínio AA5052, de fim comercial, cuja composição é apresentada pela análise química na Tabela 3.1 e propriedades termofísicas são apresentadas na Tabela 3.2.

Na análise da composição química das ligas foi utilizado o método de fluorescência de raios-X com o equipamento modelo RIX 3100 da RIGAKU.

A espectrometria de fluorescência de Raios X (XRF) é um método instrumental nãodestrutivo para análises elementares quantitativas e qualitativas baseado na medida dos comprimentos de onda e intensidades das linhas espectrais emitidas pela excitação secundária dos elementos. Em substituição aos métodos convencionais de análises químicas por via úmida, o método de análises químicas por fluorescência de Raios X é amplamente empregado em laboratórios de análises como uma eficiente ferramenta analítica em muitos campos industriais.

Para a obtenção de valores dos elementos presentes na liga foi utilizado o método semiquantitativo (SQ) do princípio dos parâmetros fundamentais (FP), onde as leituras de intensidade obtidas pelo equipamento eram comparadas com valores pré-estabelecidos na base de dados (biblioteca) do mesmo.

Suas temperaturas de fusão são: $T_1 = 649^{\circ}C$ (temperatura liquidus) e $T_s = 593^{\circ}C$ (temperatura solidus).

Tabela 3.1 – Composição química da liga AA5052 obtido pelo equipamento RIX 3100 da RIGAKU através do princípio dos parâmetros fundamentais.

Al	Mg	Fe	Si	Cr	Mn	Cu
95,51	3,09	0,59	0,38	0,24	0,14	0,04

Tabela 3.2 – Composição química da liga AA5052 (limites padrão) [Metals handbook, 1961].

Al	Mg	Cr	Outros
97,2	2,5	0,25	0,05

Tabela 3.3 – Propriedades termofísicas da liga AA5052 [Metals handbook, 1961], [http://www.engineersedge.com/properties_of_metals.htm – visualizado em 03/09/2005].

Propriedades	AA 5052
Calor Específico - [J/kg-°C]	963
Condutividade Térmica (a 25° C) - [W/m-°C]	138
Densidade (a 25° C) - [kg/m ³]	$2,68 \cdot 10^3$
Difusividade Térmica (a 25º C) - a [m²/s]	5,347.10-5
Expansão Térmica (20 - 100° C) - $[10^{-6}/^{\circ}C]$	23,8
Resistividade Elétrica - [Ω-m]	$49 \cdot 10^{-9}$
Temperatura <i>Liquidus</i> - [°C]	649
Temperatura <i>Solidus</i> - [°C]	593

3.3 Aparato experimental

Para execução da parte experimental, foram usados os seguintes aparelhos e dispositivos:

(a) Forno de resistência elétrica

Para fusão e preparação da liga em diferentes temperaturas de vazamento na execução da parte experimental, foi utilizado um forno elétrico, já existente no laboratório, cujas características serão apresentadas a seguir.

A carcaça do forno é feita com aço 1010 (chapa 14) de espessura 1,90mm, sendo sua geometria cilíndrica com 680 mm de diâmetro externo, parte útil interna octogonal com 130 mm de aresta e altura de 450 mm. A parte isolante, de fora para dentro, foi revestida com 3 camadas de manta cerâmica de 1 polegada de espessura e densidade de 128 kg/m³, e tijolo refratário com 42% de alumina de baixa densidade com dimensões iguais 229x114x63mm³, que cortado ao meio no sentido transversal e furado pudesse formar uma concavidade para que a resistência

elétrica fosse encaixada. Foram assentados 6 camadas de tijolo, utilizando concreto refratário. Na soleira do forno foi utilizado tijolo refratário de alta densidade, diferentemente da parede interna, que além da resistência térmica, deve ter alta resistência ao desgaste e suportar choques mecânicos durante a entrada e saída do cadinho [Andrade, 2003].

A resistência elétrica para o aquecimento do forno foi o fio de níquel-cromo Kanthal Al, com diâmetro de 2,6 mm e resistividade de 0,2705 ohm · m . Utilizou-se 35m de fio gerando uma potência máxima de 5,1kW para o controle da potência foi utilizado um VARIAC com as características:

- Voltagem 220V
- Corrente máxima 30A
- Potência máxima 6,6KVA

Para o controle da temperatura foi acoplado ao forno um painel com mostrador digital. A Figura 3.1 mostra uma vista geral do forno e a Figura 3.2 mostra um detalhe da montagem da resistência elétrica.



Figura 3.1 – Forno de resistência elétrica utilizado para refundir a liga AA5052.



Figura 3.2 – Detalhe do forno mostrando a resistência elétrica.

Entre as vantagens de um forno elétrico podem ser citadas:

- perdas mínimas;
- pouca absorção de gases;
- regulagem fácil e precisa da temperatura;
- bom rendimento térmico.

(b) Dispositivo para solidificação unidirecional

Este dispositivo é constituído de um forno de resistência por elementos cerâmicos de carbeto de silício tipo globar, com potência de 5500W, com câmara moldada em alumina e isolamento por lã de rocha, no qual é introduzido um molde de casca cerâmica e com refrigeração na parte inferior através de jato d'água. O molde refrigerado é constituído por uma coquilha de

cobre. Na Figura 3.3 é mostrado o croqui detalhado do dispositivo para a solidificação unidirecional. A Figura 3.4 apresenta o dispositivo de solidificação unidirecional. O molde de casca cerâmica com a coquilha de refrigeração na parte inferior e com os termopares é mostrado esquematicamente na Figura 3.5.



Figura 3.3 – Croqui detalhado do dispositivo para solidificação unidirecional.



Figura 3.4 – Dispositivo de solidificação unidirecional.

(c) Casca cerâmica

Nos ensaios experimentais foram usadas cascas cerâmicos vazadas com as seguintes dimensões: 280 mm de altura, 40 mm de diâmetro e espessura de para de 7 mm. Os moldes de casca cerâmica são feitos de zirconita com diferentes granulometrias. A Figura 3.6 mostra um dos moldes cerâmicos de zirconita.



Figura 3.5 – Casca cerâmica.



Figura 3.6 – Esquema do aparato experimental utilizado.

(d) Cadinho

No processo de fusão da liga AA5052 em diferentes graus de superaquecimento foram utilizados cadinhos de carbeto de silício com capacidade de aproximadamente 3 kg. A Figura 3.7 mostra um dos cadinhos utilizados.



Figura 3.7 – Cadinho de carbeto de silício.

(e) Termopares

Para a medição da variação da temperatura durante os ensaios, foram utilizados termopares do tipo K (cromel/alumel) conectados em um sistema de aquisição de dados. Suas características são as seguintes:

- diâmetro da bainha 1,5mm
- tipo de junção de medição isolada
- material da bainha aço inox 310
- material do rabicho pvc

- terminal de ligação tipo agulha
- calibração tipo K, simples (standard)

Nos experimentos em molde de cerâmica foram utilizados 8 termopares, um na interface metal/coquilha, outro a 2mm deste, em seguida na posição de 20mm, 40mm, 60mm, 80mm, 100mm e 120mm.

(f) sistema de aquisição de dados

Aquisição dos dados e o controle do processo, conforme Figura 3.8, foram realizados através de um sistema de 12 bits de resolução, acoplado a um microcomputador, dotado de 32 canais de leitura sendo 16 para termopares tipo K, 16 para termopares tipo S e taxa de aquisição de 10 Hz por canal, sendo o primeiro canal de cada placa reservado para medir a temperatura do ambiente (junta fria), e os demais para a leitura das variações de temperatura no metal e no molde.



Figura 3.8 – Sistema de aquisição de dados: (a) PC e placas de aquisição; (b) tela da aquisição.

3.4 Vazamento

A liga foi fundida no forno de resistência elétrica e então vazada no molde montado no dispositivo de solidificação unidirecional em diferentes temperaturas de superaquecimento. Em um experimento a liga foi vazada a 10% da temperatura de fusão, em um segundo a 15% e num terceiro a 20% acima da temperatura de fusão.

Antes do vazamento, a casca de cerâmica era pré-aquecida dentro do dispositivo de solidificação unidirecional até cerca de 650°C, próximo da temperatura de fusão da liga. Esse aquecimento da casca cerâmica evita as perdas laterais, sendo essencial na obtenção de solidificação direcional. Instantes após o vazamento dentro da casca cerâmica, o dispositivo de solidificação unidirecional era desligado, para evitar interferência no sistema de aquisição de dados. Também foram tomadas as seguintes precauções para otimização do processo:

- mínimo de agitação no banho durante a fusão, para evitar que haja quebra da camada do óxido de alumínio que se forma sobre ele, e minimizar a introdução de gazes;

- superaquecimento suficiente para garantir que a solidificação tivesse inicio após enchimento completo do molde.

Após completa fusão da liga o cadinho era retirado do forno e a temperatura controlada, até alcançar a temperatura de vazamento estabelecida em 720°C para o primeiro experimento, 750°C para o segundo experimento e 780°C para o terceiro experimento.

Essas temperaturas estão aproximadamente 10%, 15% e 20% acima das temperaturas de fusão da liga. Logo após o vazamento no molde a refrigeração na coquilha de cobre era ligada para permitir a solidificação unidirecional.

44

3.5 Análise metalográfica

(a) Macroestrutura

Depois de desmoldado, o lingote obtido foi cortado na seção longitudinal. Em seguida a amostra foi lixada em lixadeira manual, usando lixas de carbetos de silício e óxido de alumínio. A seqüência utilizada foi de grana: 100, 220, 320, 400 e 600, 800 e 1200. Para avaliar a macroestrutura, foi realizado um ataque na seção longitudinal para permitir o exame visual. A Figura 3.9 está esquematizada a região de corte para a macrografía.



Figura 3.9 – Esquema de corte do lingote para macrografia.

Para o ataque da liga de Alumínio AA5052 foi realizado um reagente constituído de: 20 ml de glicerina, 30 ml HCl, 2 ml de solução saturada em água de FeCl₃, 7 gotas de HF e 1 ml de HNO₃.

Após o lixamento, a amostra era lavada e seca, em seguida com um bastão que possuía uma porção de algodão embebido pelo reagente, iniciava-se o processo de fricção sobre a parte lixada em tempo suficiente para promover uma reação de oxidação de toda a superfície da amostra, depois a peça era lavada novamente com água corrente, limpa com chumaço de algodão para a

retirada de oxido para remover eventuais manchas escuras e finalmente borrifada com álcool e seca em secador, em seguida era revelada a macroestrutura desejada.

Após esse processo, foram obtidas fotografias de todas as macroestruturas obtidas para posterior análise.

(b) Microestrutura

Para análise dos aspectos microestruturais da liga AA5052 as amostras foram seccionadas em várias alturas nos sentidos transversal e longitudinal e posteriormente embutidas. Além das etapas anteriormente descritas, também foi utilizada uma lixadeira mecânica com lixas de oxido de alumino sem aplicação de pressão até grana 1200.

Após o lixamento as amostras eram colocadas em ultra-som por 2 min, e então submetidas ao polimento, em politrizes mecânicas. O polimento era realizado em duas etapas: Iniciando-se com pasta de diamante de 6 µm, utilizando como lubrificante álcool e terminando com pasta de diamante de 1µm com o mesmo lubrificante. As amostras eram então atacadas com o mesmo reagente utilizado na macrografia, em virtude de que os reagentes utilizados para micrografias conhecidos na literatura para amostras de alumínio não apresentarem resultados satisfatórios para este tipo de análise.

As amostras eram mergulhadas no reagente por 5 a 8 segundos, lavadas em água corrente, borrifadas com álcool etílico e secadas em secador.

Em seguida as amostras eram analisadas em um microscópio óptico para verificar o formação de dendritas. Se não houvesse o surgimento das mesmas, o processo era repetido (lixamento, polimento e ataque nesta seqüência).

46

(c) Determinação dos Espaçamentos Dendríticos

Para a medição dos espaçamentos dendríticos ao longo das peças, a partir da interface metal/molde até o final da região da zona colunar, as amostras foram analisadas no microscópio óptico Neophot – 32, utilizado o método indicados por Gündüz e Çadirli [Gündüz, M. e Çadirli, E., 2002]. As medidas forma realizadas utilizando-se o software Q500 MC – Leika Cambridge Ltda, interconectado ao microscópio. Para o espaçamento dendrítico secundário (λ_2) utilizou-se a média das distâncias entre os ramos secundários, medida na seção longitudinal de uma dendrita primária. Essas medidas foram realizadas em alguns pontos da região da zona colunar a partir da interface metal/molde na direção longitudinal para cada um dos graus de superaquecimento da liga AA5052, conforme é mostrado na Figura 3.10.



Figura 3.10 – Esquema de medição do espaçamento interdendrítico secundário para os diferentes graus de superaquecimento da liga AA5052.

Capítulo 4

4. Resultados e discussões

Este capítulo detalha os resultados obtidos experimentalmente neste trabalho. A partir da liga fundida com diferentes graus de superaquecimento foram feitas análises macrográficas e micrográficas do lingote obtido pelo processo de solidificação unidirecional.

Durante este processo, através do sistema de aquisição de dados, foram medidos os perfis de temperatura x tempo da liga AA5052, permitindo assim a determinação de vários parâmetros e a construção de algumas curvas que serão analisadas neste capítulo.

4.1 Macrografias

Segundo Ohno [Ohno, 1988], para se obter uma estrutura solidificada consistindo inteiramente de cristais colunares, pode ser utilizado o processo de solidificação unidirecional. Conforme foi analisado anteriormente, a formação de uma região equiaxial, está diretamente relacionada a composição química da liga e as condições de solidificação as quais foi submetida e seu tamanho depende diretamente das propriedades termofísicas do material do molde, do coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde e da temperatura de vazamento do metal líquido. Na maioria dos casos de solidificação unidirecional, essas regiões se encontram na parede lateral do recipiente, na superfície

superior ou na superfície inferior. Se a extração de calor através da parede lateral e da superfície superior ou inferior for completamente suprimida, isto é, se o calor do metal fundido for extraído somente unidirecionalmente, é possível evitar a formação de cristais equiaxiais. Conforme é exemplificado na Figura 4.1 (a) que mostra o corte longitudinal de um lingote que apresenta uma zona colunar com uma posterior transição para estrutura equiaxial e na Figura 4.1(b) que mostra um lingote com uma estrutura completamente colunar.

Superaquecimentos crescentes, quando não impedem completamente a formação de zona equiaxial, podem retardar a transição colunar-equiaxial, aumentando dessa forma o comprimento relativo da zona colunar [Garcia, 2001].

A partir do vazamento da liga AA5052 em diferentes graus de superaquecimento: 720°C, 750°C e 780°C, que representam respectivamente aproximadamente 10%, 15% e 20% acima da temperatura de inicio de solidificação, foram obtidos alguns lingotes e assim realizadas macrografias, conforme estão apresentadas na Figura 4.2. Nas mesmas é possível perceber a intensa presença de grãos colunares de grandes dimensões paralelos à direção do fluxo de calor, ou seja, crescendo unidirecionalmente na direção vertical ascendente a partir da parte inferior da casca cerâmica onde está localizada a coquilha refrigerada. Os resultados obtidos evidenciam a eficiência do dispositivo de solidificação unidirecional.

Sabemos que algumas variáveis do processo de solidificação exercem importante influência sobre o tamanho da zona colunar, que se torna maior à medida que são utilizadas temperaturas de vazamento mais elevadas e, como regra geral, menor com o aumento do teor de soluto da liga.

As extensões das zonas colunares obtidas nos experimentos foram: 85 mm para temperatura de vazamento de 720°C; 110 mm para 750°C, que representa um aumento aproximado de 23% em relação ao primeiro vazamento, e 125 mm para 780°C, que representa um aumento de aproximadamente 32% em relação a temperatura do primeiro vazamento e aproximadamente 12% em relação a temperatura do segundo vazamento.



Figura 4.1 - Duas macroestruturas típicas de lingotes de liga de alumínio – 0,13% titânio solidificados unidirecionalmente a partir do fundo: (a) transição da zona colunar para a equiaxial no lingote, (b) cristais inteiramente colunares [Ohno, 1988].

É possível notar a crescente evolução da extensão da zona colunar visualizando o gráfico da Figura 4.3. Os resultados apresentados confirmam que o aumento do grau de superaquecimento retarda a transição da zona colunar para equiaxial, permitindo então a formação de extensas zonas colunares, o que então está de acordo com os dados obtidos na literatura.

A não formação da zona coquilhada equiaxial na interface metal/molde em todas as amostras analisadas pode estar relacionada aos crescentes superaquecimentos a qual a liga estudada foi submetida e também ao fato de que o aquecimento prévio do molde antes do vazamento do metal líquido pode ter provocado um efeito semelhante ao do superaquecimento, impedindo assim o surgimento da zona coquilhada equiaxial.



Figura 4.2 – Macrografia da liga AA5052 vazadas nas temperaturas de (a) 720°C, (b) 750°C e (c) 780°C.



Figura 4.3 – Evolução de crescimento do comprimento da zona colunar para cada grau de superaquecimento: 720°C, 750°C e 780°C da liga AA5052.

Domingos [Domingos, 2004] obteve zonas colunares com extensão de 110 mm e 150 mm respectivamente para lingotes de Al4,5%Si e Pb2,5%Sb, ambos com graus de superaquecimento 10% superiores a temperatura de inicio de solidificação, solidificados unidirecionalmente na direção vertical ascendente em molde refrigerado a água (condições experimentais similares ao trabalho aqui apresentado).

Na Figura 4.4 é feito um comparativo das extensões das zonas colunares obtidas para a liga AA5052 e para as ligas Al4,5%Si e Pb2,5%Sb. Podemos perceber que as ligas de Al possuem resultados mais próximos em relação ao comprimento, já para o caso da liga de Pb nota-se que as zonas colunares são bem mais extensas que as das ligas de Al para uma mesma porcentagem de superaquecimento. Como são materiais diferentes, os mesmos possuem propriedades termofísicas

distintas, podendo então estas suas características desiguais influenciarem diretamente no comportamento favorável do aumento maior ou menor do comprimento da zona colunar presentes nos experimentos estudados.



Figura 4.4 – Comparação do comprimento das zonas colunares em função da porcentagem de seus graus de superaquecimento para as ligas Pb2,5%Sb, Al4,5%Si e AA5052.

4.2 - Curvas de Resfriamento

Foram utilizados oito termopares nas seguintes posições: um termopar localizado na interface metal/molde, outro termopar localizado a 2 mm da interface metal/molde e os demais a 20 mm, a 40 mm, a 60 mm, a 80 mm, a 100 mm e a 120 mm da interface metal/molde.

Nos ensaios experimentais, os termopares foram assim posicionados visando-se obter ao máximo, no decorrer de todo o processo de solidificação unidirecional, o monitoramento da
variação dos parâmetros de solidificação a serem obtidos em função da extração de calor à qual a liga é submetida durante os experimentos. Foram obtidos experimentalmente através do sistema de aquisição de dados as variações de temperatura em função do tempo em diferentes posições para a liga AA5052 vazada com três diferentes temperaturas de superaquecimento: 720°C, 750°C e 780°C. Em todos os ensaios, a capacidade de extração de calor por parte da coquilha refrigerada à água foi um fator mantido constante, para permitir uma melhor análise da influência do superaquecimento durante o processo de solidificação.

Verifica-se que o grau de superaquecimento foi um fator de importante relevância na variação dos resultados obtidos durante o processo de solidificação unidirecional, podendo-se observar que o tempo de solidificação para a temperatura de vazamento de 780°C foi o mais elevado comparado aos demais. Isso pode ser constatado através da análise dos perfis apresentados nas Figuras 4.5, 4.6 e 4.7.



Figura 4.5 – Curva de resfriamento para a liga AA5052, vazada na temperatura de 720°C.



Figura 4.6 – Curva de resfriamento para a liga AA5052, vazada na temperatura de 750°C.



Figura 4.7 – Curva de resfriamento para a liga AA5052, vazada na temperatura de 780°C

4.3 Parâmetros de Solidificação

A determinação das curvas de resfriamento é extremamente importante na medida em que a partir das mesmas podem ser determinados vários parâmetros relativos ao processo de solidificação. A partir das informações obtidas através dos dados processados durante os ensaios foram estabelecidas as seguintes correlações:

- Variação da posição da isoterma liquidus em função do tempo;
- Variação da velocidade da isoterma liquidus em função da posição;
- Gradiente térmico no líquido junto à isoterma liquidus;
- Variação da taxa de resfriamento em função da posição;

Esses parâmetros serão apresentados com detalhes a seguir.

4.3.1 Variação da posição da isoterma liquidus em função do tempo

A Figura 4.8 mostra o comportamento experimental da posição da isoterma liquidus com o tempo para três diferentes graus de superaquecimento da liga AA5052. Os gráficos apresentados são obtidos a partir das interseções da reta horizontal correspondente à temperatura liquidus (T_L) com os perfis térmicos em cada posição dos termopares, apresentados na Figura.

De forma análoga pode-se verificar também a evolução da posição da isoterma solidus em função do tempo na Figura 4.9

Como se pode observar na Figura 4.8, a evolução da isoterma liquidus para liga AA5052 tende a apresentar uma progressão mais lenta à medida que há o aumento do superaquecimento levando assim a um maior tempo para o processo de solidificação em relação aos demais graus de superaquecimento (720°C e 750°C). Assim, como a temperatura de vazamento de 720°C está

mais próxima da temperatura liquidus é possível perceber que para este menor grau de superaquecimento a solidificação ocorre mais rapidamente.



Figura 4.8 – Curvas de variações das posições das isotermas liquidus em função do tempo para três diferentes graus de superaquecimentos da liga AA5052.

É possível perceber na Figura 4.9 que a variação da posição da isoterma solidus da liga AA5052 apresenta um comportamento de evolução semelhante ao da isoterma liquidus.

4.3.2 Variação da velocidade da isoterma liquidus em função da posição

A partir das curvas de resfriamento correspondentes de cada um dos termopares pode ser obtida a curva de variação de velocidade de avanço da isoterma liquidus em função da posição.

Para tanto se marca um intervalo de tempo (t') para o qual a isoterma liquidus passou na posição correspondente a um determinado termopar e o intervalo do tempo (t") para o qual ela passou na posição correspondente ao termopar seguinte. Dividindo-se a distância entre os dois termopares (Δx) pela diferença entre os dois intervalos de tempo obtém-se a velocidade média de avanço (v_L) [Garcia, 2001].

$$v_{\rm L} = \frac{\Delta x}{t'' - t'} \tag{4.1}$$



Figura 4.9 – Curvas de variações das posições das isotermas solidus em função do tempo para três diferentes graus de superaquecimentos da liga AA5052.

A Figura 4.10 mostra a variação da velocidade de avanço da isoterma liquidus para liga AA5052 vazada com diferentes graus de superaquecimento em função da posição. Nos instantes iniciais, a influência do aumento do superaquecimento fica evidente, diminuindo consideravelmente a velocidade da isoterma.

Pode-se observar, em todos os casos, a diminuição da velocidade de avanço da isoterma liquidus para as posições mais afastadas da coquilha refrigerada, devido ao aumento crescente da camada solidificada com a evolução do processo de solidificação, impondo uma maior resistência ao fluxo de calor.

Em um processo de solidificação mais rápido, que é o caso para o grau de superaquecimento de 720°C, temos uma velocidade inicial elevada e que gradativamente diminui ao longo do tempo tendendo posteriormente a uma estabilização, aproximando-se aos valores observados para os demais graus de superaquecimento.

Nota-se na Figura 4.10 que à medida que o grau de superaquecimento cresce, há uma tendência das curvas de velocidade de avanço da isoterma liquidus se aproximar.

A Figura 4.11 apresenta analogamente a variação da velocidade de avanço da isoterma solidus em função da posição. Esta mostra que as velocidades de avanço da isoterma solidus apresentam uma variação menor quando comparadas às correspondentes da isoterma liquidus. Isto ocorre porque o superaquecimento atua no sentido de diminuir a velocidade de deslocamento da isoterma liquidus, enquanto o deslocamento da isoterma solidus praticamente não sofre influência desse parâmetro. Isto faz com que essas isotermas solidus e liquidus se aproximem mais à medida que se aumenta o superaquecimento, provocando como ocorrência uma diminuição nos tempos locais de solidificação (t_{sL}) [Garcia, 2001].

Domingos [Domingos, 2004] obteve resultados semelhantes ao trabalhar com a liga Al-Si, para um grau de superaquecimento na ordem de 10% acima da temperatura de fusão da liga tratada. No seu caso, ocorreram velocidades elevadas no inicio do processo, seguido por uma redução alta da velocidade em um curto espaço de tempo e que posteriormente torna-se mais lenta e gradual ao fim do processo de solidificação, conforme pode se ver na Figura 4.12.



Figura 4.10 – Comportamento da velocidade de avanço da isoterma liquidus em função da posição para diferentes graus de superaquecimento da liga AA5052.

Uma análise comparativa das Figuras 4.10 e 4.12 mostram que os resultados para a liga AA5052 e para a liga Al-Si são muito semelhantes indicando que as duas ligas de Al apresentam o mesmo comportamento. Já para o caso da liga Pb-Sb apresentado na Figura 4.13 às velocidades de avanço de avanço da isoterma liquidus são relativamente bem menores que as obtidas para as ligas de Al.

Os resultados obtidos neste trabalho são também semelhantes aos obtidos por Melo para a liga Al4,5%Cu solidificada unidirecionalmente nas mesmas condições [Melo, 1996], [Melo, M., Rizzo, E. e Santos, R., 2004], [Melo, M., Rizzo, E. e Santos, R., 2005].



Figura 4.11 – Comportamento da velocidade da isoterma solidus em função da posição para diferentes graus de superaquecimento da liga AA5052.

4.3.3 Gradiente térmico no líquido em frente à isoterma liquidus

O gradiente de temperatura em frente à isoterma liquidus (G_1), que corresponde à posição das pontas das dendritas, (G_1) é obtido através da seguinte relação [Garcia, 2001]:

$$G_1 = \frac{T' - T_{liq}}{\Delta x}$$
(4.2)

onde T_{liq} é a temperatura liquidus correspondente à posição de um determinado termopar, T' é a temperatura correspondente a posição do termopar seguinte e Δx é a distância entre eles. Assim a partir das curvas de variação obtidas pode ser determinada a curva de variação de gradiente de temperatura durante a solidificação.



Figura 4.12 – Curva de variação da velocidade de avanço da isoterma liquidus em função da posição para a liga Al4,5%Si com 10% de superaquecimento [Domingos, 2004].

A Figura 4.14 mostra as curvas de variação do gradiente de temperatura em função da posição para três diferentes graus de superaquecimento. Nos três superaquecimentos nota-se o

mesmo comportamento com gradientes altíssimos nos instantes iniciais com grandes variações até a eliminação do superaquecimento e formação da casca sólida (gradiente diminui com o avanço da solidificação devido a gradativa dissipação do superaquecimento do metal liquido), tendendo posteriormente, a gradientes baixíssimos nas pontas das dendritas no final do processo de solidificação já que a espessura solidificada passa a ser a resistência térmica de maior influência na transferência de calor do sistema.



Figura 4.13 – Curva de variação da velocidade de avanço da isoterma liquidus em função da posição para a liga Pb2,5%Sb com 10% de superaquecimento [Domingos, 2004].

4.3.4 Variação da taxa de resfriamento em função da posição

Uma vez obtidas as velocidades de avanço da isoterma liquidus (v) e os gradientes de temperatura (G), podem ser determinadas as taxas de resfriamento (T) durante a solidificação através da seguinte relação:

$$\Gamma = \mathbf{G} \cdot \mathbf{v} \tag{4.3}$$



Figura 4.14 – Curvas de variação dos gradientes térmicos a frente da isoterma liquidus em função da posição para os três graus de superaquecimento da liga AA5052.

A Figura 4.15 apresenta a variação da taxa de resfriamento em função da posição para a liga AA5052 nas temperaturas de 720°C, 750°C e 780°C. Pode-se notar que a taxa de resfriamento para as três temperaturas de vazamento diminui com a evolução da solidificação, em conseqüência da queda do gradiente de temperatura com a dissipação do superaquecimento.

Analisando-se comparativamente as curvas de variação das taxas de resfriamento mostradas na Figura 4.15, nota-se que inicialmente as taxas são maiores para a liga AA5052 vazada a temperatura de 720 °C devido à maior velocidade de resfriamento. À medida que a solidificação progride as taxas para as três temperaturas de vazamento tendem a valores próximos devido à dissipação do superaquecimento e à conseqüente diminuição do gradiente.



Figura 4.15 – Curvas da variação da taxa de resfriamento em frente à isoterma liquidus para três diferentes graus de superaquecimento da liga AA5052.

As Figuras 4.16 e 4.17 mostram a variação da taxa de resfriamento em função da posição para as ligas Al-Si e Pb-Sb respectivamente. É possível perceber que o comportamento das curvas é similar ao que foi visto na Figura 4.15 para a liga AA5052.

Nota-se também que os valores das taxas de resfriamento para as ligas de Al com mesma porcentagem de superaquecimento (10%) são próximos nas mesmas posições dos termopares. Já no caso da liga Pb-Sb, esta já apresenta valores de taxa de resfriamento menores em relação as ligas de Al.



Figura 4.16 – Curva da variação da taxa de resfriamento para a liga Al4,5%Si [Domingos, 2004].



Figura 4.17 – Curva da variação da taxa de resfriamento para a liga Pb2,5%Sb [Domingos, 2004].

4.4 Microestrutura

As micrografías foram obtidas a partir da seção longitudinal das amostras para as temperaturas de 720 °C, 750°C e 780 °C. Notou-se durante a análise metalográfica uma difículdade maior na revelação da microestrutura para as amostras obtidas com o grau de superaquecimento mais baixo (720°C). Assim, como exemplos dos resultados obtidos são apresentadas as microestruturas que foram possíveis serem reveladas na Figura 4. 18 e Figura 4.19, microestruturas estas correspondentes respectivamente as amostras solidificadas com temperaturas de vazamento iguais a 750°C e 780°C a uma distância de 20 mm da interface metal/molde. Pode-se notar que essas microestruturas são constituídas por dendritas colunares crescidas na direção do fluxo de calor. Nota-se também que para esses dois superaquecimentos não há uma diferença significativa no grau de refino da microestrutura.



Figura 4.18 – Micrografía da seção longitudinal a 20 mm da interface metal/molde na região da zona colunar para a temperatura de superaquecimento de 750°C.



Figura 4.19 – Micrografia da seção longitudinal a 20 mm da interface metal/molde na região da zona colunar para a temperatura de superaquecimento de 780°C.

4.5 Correlação entre espaçamentos dendríticos e parâmetros de solidificação

Os espaçamentos dendríticos estão relacionados com os parâmetros térmicos tais como: gradientes de temperatura e velocidades de crescimento. Estes também dependem da taxa de resfriamento (\dot{T}), conforme é mostrado por um variado número de trabalhos experimentais explanados na literatura [Garcia, 2001], e também com o tempo local de solidificação (t_{SL}) que corresponde à diferença entre os tempos de passagem da isoterma *liquidus* e *solidus* por uma determinada posição (tempo transcorrido do inicio até o fim do processo de solidificação, nesse ponto) [Garcia, 2001]. Tratando-se de solidificação direcional, t_{SL} é relacionada da seguinte maneira:

$$t_{\rm SL} = \frac{\Delta T}{G_{\rm L} v_{\rm L}} = \frac{\Delta T}{\dot{T}}$$
(4.4)

sendo ΔT o intervalo de solidificação da liga em condições fora do equilíbrio.

O espaçamento secundário é usualmente representado pelas seguintes relações:

$$\lambda_2 = K \left(G_L v_L \right)^{-a} \tag{4.5}$$

$$\lambda_2 = \mathbf{K} \left(\mathbf{t}_{\mathrm{SL}} \right)^a \tag{4.6}$$

Ao tratarmos dos espaçamentos dendríticos secundários, mesmo nas situações onde o processo de solidificação aconteça em condições de fluxo de calor estacionário quanto para transitório, apresenta-se na literatura somente um valor mediano que expressa o fator exponencial (a), assim definido: a = 0,34 [Garcia, 2001].

Neste trabalho o espaçamento dendrítico secundário foi experimentalmente medido ao longo da zona colunar em função da posição para as três temperaturas de superaquecimento tal como apresentado na Figura 4.20. Nas temperaturas de superaquecimento de 720 ° C e 750 °C foi difícil medir o espaçamento dendrítico secundário no inicio da zona colunar devido ao seu elevado grau de refinamento em função das altas velocidades de solidificação. No entanto foi possível observar o aumento do tamanho do espaçamento nos grãos que se encontravam mais distantes da interface metal molde, devido ao tempo local de solidificação (intervalo de tempo entre a passagem das isotermas liquidus e solidus em um mesmo ponto). Como o tempo local aumenta com a distância da interface metal/molde há uma tendência de aumento do espaçamento dendrítico secundário.



Figura 4.20 – Variação do tamanho do espaçamento dendríticos secundário em função da posição para cada grau de superaquecimento da liga AA5052.

A análise dos resultados apresentados na Figura 4.20 mostra que para o superaquecimento mais baixo, correspondente a temperatura de vazamento de 720°C da liga AA5052, o espaçamento dendrítico secundário é significativamente menor. Para as amostras vazadas com superaquecimentos mais elevados, correspondentes respectivamente as temperaturas de vazamento de 750°C e 780°C, os espaçamentos dendríticos são maiores, mas bastante semelhantes entre si.

Domingos [Domingos, 2004] também obteve em seu trabalho, vazadas com um superaquecimento da ordem de 10%, para as ligas de A-Si e Pb-Sb, gradual aumento do espaçamento dendrítico secundário à medida que se afasta da interface metal/molde. Conforme podem ser visto nas Figuras 4.21 e 4.22.



Figura 4.21 – Espaçamento dendrítico secundário para a liga Al4,5%Si [Domingos, 2004].



Figura 4.22 – Espaçamento dendrítico secundário para a liga Pb2,5%Sb [Domingos, 2004].

Uma análise comparativa dos resultados obtidos neste trabalho para a liga AA5052 vazada com 10% de superaquecimento, conforme mostra a Figura 4.20, com os resultados obtidos por Domingos [Domingos, 2004] para a liga Al-Si vazada também com 10% de superaquecimento (Figura 4.21), mostra que os espaçamentos interdendríticos são similares. Isto está de acordo com as relações de parâmetros de solidificação e espaçamentos apresentadas nas equações (4.5) e (4.6) e já que as velocidades de avanços das isotermas liquidus e solidus e gradientes térmicos são semelhantes para as duas ligas, como foi visto anteriormente, e que o intervalo de solidificação para as ligas solidificadas também não é muito diferente, o que resulta em tempos locais de solidificação semelhantes.

Os resultados obtidos neste trabalho também se mostraram semelhantes com os obtidos por Melo para a liga Al4,5%Cu [Melo, 1996].

Como exemplo na Figura 4.23 é mostrada a variação do tempo local de solidificação em função do tempo para os três graus de superaquecimento da liga AA5052. O tempo local de solidificação é o intervalo de tempo da passagem da isoterma solidus e posteriormente da isoterma liquidus (ponta e raiz da dendrita) em um termopar situado em uma determinada posição [Garcia, 2001]. Como se pode observar o tempo local de solidificação aumenta com o aumento do grau de superaquecimento, tendendo a valores mais próximos para graus de superaquecimento mais elevados.



Figura 4.23 – Curvas de variação do tempo local de solidificação em função da posição para os diferentes graus de superaquecimento para a liga AA 5052.

4.6 Determinação do coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde (h_i)

Devido a qualidade dos dados térmicos foi possível determinar o h_i. Então, a partir das curvas de variação de temperatura obtidas experimentalmente através dos termopares introduzidos em diferentes posições no sistema metal/molde foram determinadas as variações do coeficiente de transferência de calor (h_i) na interface metal/molde para a liga AA5052 solidificada a partir dos três superaquecimentos. Para tanto foi utilizado o método inverso, que consiste em resolver numericamente o problema da condução de calor inverso, usando as medidas de temperaturas nas diferentes posições. O coeficiente de transferência de calor é manipulado de forma a ajustar a previsão numérica das temperaturas aos dados experimentais [Melo et al, 2004].

Para a determinação do coeficiente de transferência de calor neste trabalho foi utilizado o método numérico e o programa computacional desenvolvido por Melo, Rizzo e Santos [Melo, M., Rizzo, E. e Santos, R., 2004], [Melo, M., Rizzo, E. e Santos, R., 2005].

A Figura 4.24 apresenta os resultados obtidos para o coeficiente de transferência de calor (hi) da liga AA5052 vazada nas temperaturas de 720°C, 750°C e 780°C respectivamente. Pode-se notar pelos resultados apresentados que para a menor temperatura de superaquecimento, correspondente a temperatura de vazamento de 720°C (10%), obtém-se um valor mais elevado para o coeficiente de transferência de calor. Para os superaquecimentos maiores correspondentes as temperaturas de vazamento de 750°C (15%) e 780°C (20%), observa-se uma redução do coeficiente de transferência de calor, mas os valores estão bem próximos. Os resultados indicam, portanto que o coeficiente de transferência de calor diminui com o aumento do superaquecimento tendendo a um valor limite para superaquecimentos mais elevados.



Figura 4.24 – Coeficiente de transferência de calor para as três temperaturas de vazamento da liga AA5052.

Capitulo 5

5. Conclusões e sugestões para próximos trabalhos

5.1 Conclusões

Dos resultados obtidos neste trabalho para a liga AA5052 solidificada unidirecionalmente com diferentes graus de superaquecimento podem ser extraídas as seguintes conclusões:

- O aumento do grau de superaquecimento provoca um aumento da extensão da zona colunar, sendo este aumento mais significativo quando ocorre a variação de 10% para 15%.

- Com relação à variação da posição da isoterma liquidus com o tempo, para uma mesma posição da isoterma liquidus o tempo aumenta com a elevação do grau de superaquecimento, o que é esperado já que há uma maior quantidade de calor a ser dissipada, mas a influência é maior quando se passa de um superaquecimento de 10% para 15% do que de 15% para 20%.

- A velocidade de avanço da isoterma liquidus diminui com o aumento do superaquecimento sendo significativamente maior para o menor superaquecimento quando comparados com os superaquecimentos mais elevados, cujos resultados mostram-se bastante próximos. A velocidade de avanço da isoterma solidus apresenta um comportamento semelhante, mas a influência do superaquecimento é menos significativa.

- O gradiente térmico em frente a isoterma liquidus aumenta com a elevação do grau de superaquecimento, mas a influência dos superaquecimentos não se mostrou significativa neste parâmetro.

- A taxa de resfriamento em frente à isoterma liquidus diminui com o aumento do superaquecimento. Também nesse caso nota-se uma influência maior do superaquecimento quando se varia de 10% para 15% do que de 15% para 20%, cujo os resultados são muito semelhantes.

- O espaçamento dendrítico secundário aumenta com o grau de superaquecimento mostrando-se bem mais baixo para um superaquecimento de 10% e muito semelhante para superaquecimentos de 15% a 20%.

- O coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde diminui com o aumento do superaquecimento tendendo a valores próximos a medida que o superaquecimento aumenta.

Os resultados obtidos indicam que a influência do superaquecimento nos parâmetros do processo de solidificação diminui com o aumento do mesmo.

As comparações dos resultados obtidos neste trabalho com resultados obtidos por outros autores indicam que para ligas de alumínio solidificadas nas mesmas condições com o mesmo grau de superaquecimento os parâmetros de solidificação apresentam valores semelhantes.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

- 1- Analisar a influência do teor de magnésio na variação dos parâmetros de solidificação.
- 2- Analisar a influência da capacidade de extração de calor do molde nos parâmetros de solidificação, utilizando molde metálico e molde cerâmico além do molde refrigerado.
- 3- Analisar a textura das microestruturas obtidas para a liga AA5052.

77

Referências Bibliográficas

- Alexandrov, D. V. Solidification with a quasiequilibrium mushy region: exact analytical solution of nonlinear model. Journal of Crystal Growth, v. 222, 2001, p. 816-821.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS, Metals Handbook: properties and selection of metals, 8th edition, Ohio, United States of America, 1961, 1300 p.
- Anantharaman, T. R., Suryanarayana, C. **Rapidly solidified metals: a technological overview**. Trans Tech Publications, Aedermannsdorf, Switzerland, 1987, 260 p.
- Andrade, R. B. Análise das influências da geometria e do material do molde na formação da microestrutura de ligas Alumínio-Cobre. Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2003, 86 p. Dissertação (Mestrado).
- Ares, A. E. et al. Analysis of solidification parameters during solidification of lead and aluminium base alloys. Journal of Crystal Growth, v. 275, 2005, p. e319-e327.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Guia técnico do Alumínio: Laminação**, 2^a ed. São Paulo, SP, 2004, 176 p.
- Chakraborty, S., Dutta, P. An analytical solution for conduction-dominated unidirectional solidification of binary mixtures. Applied Mathematical Modelling, v. 26, 2002, p. 545-561.

- Coutinho, B. C. Materiais Metálicos para Engenharia. Belo Horizonte, MG: Fundação Cristiano Ottoni, 1992, 405 p.
- Dell, S. P., Ding, G. L., Tewari, S. N. Cell/dendrite distribution in directionally solidified hypoeutectic Pb-Sb alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 30A, 1999, p. 2159-2165.
- Domingos, M. A. M. Análise da solidificação unidirecional de ligas com diferentes difusividades térmicas. Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2004, 66 p. Dissertação (Mestrado).
- Duwez, P., Lin, S. C. H. Amorphous ferromagnetic phase in iron-carbon-phosphorus alloys. Journal of Applied Physics, v. 38, 1967, p. 4096-4097.
- Ferreira, I. L. et al. Theoretical and experimental analysis of inverse segregation during unidirectional solidification of an Al-6.2 wt.% Cu alloy. Scripta Materialia, v. 49, 2003, p. 339-344.
- Ferreira, I. L., Garcia, A., Nestler, B. On macrosegregation in ternary Al-Cu-Si alloys: numerical and experimental analysis. Scripta Materialia, v. 50, 2004, p. 407-411.
- Flemings, M.C. **Solidification processing**. 1st ed. New York, NY: Ed. McGraw-Hill, 1974, 364 p.
- Garcia, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações**. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2001, 399 p.
- Gündüz, M.; Çadirli, E. Directional solidification of aluminium-copper alloys. Materials Science & Engineering A, v. 327, 2001, p. 167-185.

- Hale, S. W.; Keyhani, M.; Frankel, J. I. Design and control of interfacial temperature gradients in solidification. International Journal of Heat and Mass Transfer, v. 43, 2000, p. 3795-3810.
- Hayashi, A. et al. Fabrication of Y-Ba-Cu-O superconducting rods for current leads by unidirectional solidification. Physica C, v. 357, 2001, p. 669-672.
- Hyun, S. K., Nakajima, H. Anisotropic Compressive Properties of Porous Copper by Unidirectional Solidification. Materials Science & Engineering A, v. 340 [1-2], 2003, p. 258-264.
- Kuznetsov, A. V., Xiong, M. Dependence of microporosity formation on the direction of solidification. Int. Comm. Heat and Mass Transfer, v. 29, 2002, p. 25-34.
- Lin, X. et al. History-dependent selection of primary cellular/dendritic spacing during unidirectional solidification in aluminum alloys. Acta Materialia, v. 47, 1999, p. 3271-3280.
- Lin, X. et al. Self-consistent modeling of morphology evolution during unidirectional solidification. Science and Technology of Advanced Materials, v. 2, 2001, p. 293-296.
- Liu, Y. et al. Primary cellular/dendritic spacing selection in rapidly solidified peritectic alloy. Materials Letters, v. 59, 2005, p. 2915-2919.
- Liu, D. R. et al. Stochastic modeling of columnar-to-equiaxed transition in Ti-(45-48 at%) Al alloy ingots. Materials Science & Engineering A, v. 415, 2006, p. 184-194.
- Ma, D. et al. Unidirectional solidification of Zn-rich Zn-Cu peritectic alloys II Microstructural length scales. Acta Materialia, v. 48, 2000, p. 1741-1751.

- Ma, D. et al. Unidirectional solidification of Zn-rich Zn-2.17wt%Cu hypo-peritectic alloy. Science and Technology of Advanced Materials, v. 2, 2001, p. 127-130.
- Maeda, J. et al. Unidirectional solidification of Y-Ba-Cu-O/Ag superconducting rods. Physica C, v. 322, 1999, p. 151-162.
- Melo, M. L. N. M. Análise numérico/experimental da formação de microporosidades durante a solidificação de ligas de alumínio. Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1996, 255 p. Tese (Doutorado).
- Melo, M. L. N. M., Rizzo, E. M. S., Santos, R. G. Predicting dendrite arm spacing and their effect on microporosity formation in directionally solidified Al-Cu alloy. Journal of Materials Science, v. 40, 2005, p. 1599-1609.
- Melo, M. L. N. M., Rizzo, E. M. S., Santos, R. G. Numerical model to predict the position, amount and size of microporosity formation in Al-Cu alloys by dissolved gas and solidification shrinkage. Materials Science & Engineering A, v. 374, 2004, p. 351-361.
- Min, G. H. et al. The morphology evolution of intermetallic compound LiAl in hypoeutectic AI-Li alloys by directional solidification. Metallofizika I Noveishie Tekhnologh, v. 20, 1998, p. 35-39.
- Mori, N., Kuroki, T., Ogi, K. Study of the formation process of solidification structures of faceted 1 2 3 peritectic crystals in superconductive YBCO oxide. Journal of Crystal Growth, v. 229, 2001, p. 335-338.
- Moustafa, I. M., Moustafa, M. A, Nofal, A. A. Carbide formation during solidification and annealing of 17% Cr-ferritic steel. Materials Letters, v. 42, 2000, p. 371-379.
- Ohno, A. Solidificação dos metais. São Paulo, SP: Livraria Ciência e Tecnologia Editora, 1988, 185 p.

- Osório, W. R., Garcia, A. Modeling dendritic structure and mechanical properties of Zn-Al alloys as a function of solidification conditions. Materials Science & Engineering A, v. 325, 2002, p. 103-111.
- Osório, W. R., et al. Mechanical properties as a function of thermal parameters and microstructure of Zn-Al castings. Journal of Materials Processing Technology, v. 143-144, 2003, p. 703-709.
- Pao, P. S. et al. Fatigue crack propagation in ultrafine grained Al-Mg alloy. International Journal of Fatigue, v. 27, 2005, p. 1164-1169.
- 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, 2004, p. 168-181.
- Pequet, Ch. Gremaud, M. e Rappaz, M. Modeling of microporosity, macroporosity and pipeshrinkage formation during solidification of alloys using a mushy zone refinement method: applications to aluminum alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 33A, 2002, p. 2095-2106.
- Piwonka, T. S., Flemings, M. C. Pore formation in solidification. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, v. 236, 1966, p. 1157-1165.
- Rocha, O. L., Siqueira, C. A., Garcia, A. Cellular/dendritic transition during unsteady-state unidirectional solidification of Sn-Pb alloys. Materials Science & Engineering A, v. 347, 2003, p. 59-69.
- Rocha, O. L., Siqueira, C. A., Garcia, A. Cellular spacings in unsteady-state directionally solidified Sn-Pb alloys. Materials Science & Engineering A, v. 361, 2003, p. 111-118.

- Santos, C. A., Quaresma, J. M. V., Garcia, A. Determination of transient interfacial heat transfer coefficients in chill mold castings. Journal of Alloys and Compounds, v. 319, 2001, p. 174-186.
- Santos, R. G. Apostila de Transformação de Fases. 1998, 187 p.
- Santos, R. G. Apostila de Modelagem do Processo de Solidificação de Metais e Ligas. 2004, 118 p.
- Siqueira, C. A., Cheung, N., Garcia, A. The columnar to equiaxed transition during solidification of Sn-Pb alloys. Journal of Alloys and Compounds, v. 351, 2003, p. 126-134.
- Spinelli, J. E., et al. Influence of melt convection on dendritic spacings of downward unsteady-state directionally solidified Al-Cu alloys. Materials Science & Engineering A, v. 383, 2004, p. 271-282.
- Spinelli, J. E., Ferreira, I. L., Garcia, A. Influence of melt convection on the columnar to equiaxed transition and microstructure of downward unsteady-state directionally solidified Sn-Pb alloys. Journal of Alloys and Compounds, v. 384, 2004, p. 217-226.
- Spinelli, J. E., Peres, M. D., Garcia, A. Thermosolutal convective effects on dendritic array spacings in downward transient directional solidification of Al-Si alloys. Journal of Alloys and Compounds, v. 403, 2005, p. 228-238.
- Sousa, T. X. A. et al. Overheating influence in the solidification parameters and microstructure formation of aluminum 5052 alloy. In: COBEM, XVII, 2005, Ouro Preto, MG.

- Su, R.-J., Overfelt, R. A., Jemian, W. A. Microstructural and compositional transients during accelerated directional solidification of AI-4.5 Pct Cu. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 29A, 1998, p. 2375-2381.
- Umeda, T., Okane, T. Solidification microstructures selection of Fe-Cr-Ni and Fe-Ni alloys. Science and Technology of Advanced Materials, v. 2 (1), 2001, p. 231-240.
- Walker, J. L. Physical Chemistry of Process Metallurgy. G. R. Pierre, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, New York, United States of America, 1961, p. 845.
- Whitesell, H. S., Overfelt, R. A. Influence of solidification variables on the density and porosity of directionally solidified Mar-M-247. Materials Science & Engineering A, v. 318, 2001, p. 264-276.
- Winegard, W. C. An introduction to the solidification of metals. Bungay, Suffolk, Great Britain: Rychard Clay and Company, Ltd., 1964, 98 p.
- Yasuda, H. et al. Direct observation of stray crystal formation in unidirectional solidification of Sn-Bi alloy by X-ray imaging. Journal of Crystal Growth, v. 262, 2004, p. 645-652.
- Yasuda, H. et al. **Periodic structure during unidirectional solidification for peritectic Cd-Sn alloys**. Journal of Crystal Growth, v. 210, 2000, p. 637-645.

ANEXO 1 – FLUXOGRAMA DAS ATIVIDADES REALIZADAS



POSIÇÃO	ISOTERMA LIQUIDUS	ISOTERMA SOLIDUS	VELOCIDAD E DA FRENTE LIQUIDUS	VELOCIDAD E DA FRENTE SOLIDUS	GRADIENTE TÉRMICO	TAXA DE RESFRIAMENT O	λ_2	TEMPO LOCAL
INTERFACE METAL/MOLDE	2	13	-	-	-	4,7	-	11
2	9	29	-	-	28,5	2,8	-	20
20	14	44	3,6	1,2	0,58	1,82	-	30
40	32	88	1,1	0,454	1,11	0,99	-	56
60	82	170	0,4	0,243	1,84	0,64	38,44	88
80	148	253	0,42	0,25	0,97	0,52	42	105
100	173	322	0,41	0,294	0,57	0,38	46,24	141
120	219	403	-	0,243	0,13	0,24	50,4	224

ANEXO 2 – VALORES PARA 720°C

	UNIDAD
	Е
ISOTERMA LIQUIDUS	[S]
ISOTERMA SOLIDUS	[S]
VELOCIDADE DA FRENTE LIQUIDUS	[mm/s]
VELOCIDADE DA FRENTE SOLIDUS	[mm/s]
GRADIENTE TÉRMICO	[°C/mm]
TAXA DE RESFRIAMENTO	[°C/s]
ESPAÇAMENTO DENDRITICO SECUNDÁRIO (λ_2)	[µm]
TEMPO LOCAL	[S]

ANEXO 3 – VALORES PARA 750°C

POSIÇÃO	ISOTERMA LIQUIDUS	ISOTERMA SOLIDUS	VELOCIDAD E DA FRENTE LIQUIDUS	VELOCIDAD E DA FRENTE SOLIDUS	GRADIENTE TÉRMICO	TAXA DE RESFRIAMENT O	λ_2	TEMPO LOCAL
INTERFACE METAL/MOLDE	6	30	-		-	2,34	-	24
2	21	71	-	-	18,2	1,07	-	50
20	49	127	0,64	0,321	1,69	0,72	-	78
40	98	213	0,41	0,232	1,7	0,48	-	115
60	190	339	0,26	0,16	1,59	0,37	54,46	164
80	237	432	0,31	0,213	0,76	0,29	52,73	190
100	309	535	0,27	0,183	0,68	0,24	56,81	232
120	355	648	-	0,187	0,41	0,18	58,28	293

	UNIDAD
	Ε
ISOTERMA LIQUIDUS	[s]
ISOTERMA SOLIDUS	[S]
VELOCIDADE DA FRENTE LIQUIDUS	[mm/s]
VELOCIDADE DA FRENTE SOLIDUS	[mm/s]
GRADIENTE TÉRMICO	[°C/mm]
TAXA DE RESFRIAMENTO	[°C/s]
ESPAÇAMENTO DENDRITICO SECUNDÁRIO (λ_2)	[µm]
TEMPO LOCAL	[s]

ANEXO 4 – VALORES PARA 780°C

POSIÇÃO	ISOTERMA LIQUIDUS	ISOTERMA SOLIDUS	VELOCIDAD E DA FRENTE LIQUIDUS	VELOCIDAD E DA FRENTE SOLIDUS	GRADIENTE TÉRMICO	TAXA DE RESFRIAMENT O	λ_2	TEMPO LOCAL
INTERFACE METAL/MOLDE	16	50	-		-	1,6	-	34
2	37	87	-	-	21,3	1,12	-	50
20	77	155	0,45	0,265	2,54	0,73	30,06	78
40	130	246	0,37	0,22	2,07	0,47	42,97	116
60	223	398	0,21	0,132	2,44	0,32	47,98	175
80	314	543	0,22	0,138	1,51	0,24	53	230
100	406	691	0,22	0,135	1,08	0,19	57,28	285
120	503	838	0,2	0,136	0,87	0,17	67,05	335

	UNIDAD
	Ε
ISOTERMA LIQUIDUS	[s]
ISOTERMA SOLIDUS	[S]
VELOCIDADE DA FRENTE LIQUIDUS	[mm/s]
VELOCIDADE DA FRENTE SOLIDUS	[mm/s]
GRADIENTE TÉRMICO	[°C/mm]
TAXA DE RESFRIAMENTO	[°C/s]
ESPAÇAMENTO DENDRITICO SECUNDÁRIO (λ ₂)	[µm]
TEMPO LOCAL	[s]