

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO PARÁ  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS  
MESTRADO PROFISSIONAL EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

THIAGO MAUÉS OLIVEIRA DILLON

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA, MICROESTRUTURAL  
E MECÂNICA DE UMA LIGA Al-3%Cu-0,5%Nb SOLIDIFICADA  
HORIZONTALMENTE E ENDURECIDA POR PRECIPITAÇÃO**

**BELÉM – PA  
2021**

THIAGO MAUÉS OLIVEIRA DILLON

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA, MICROESTRUTURAL  
E MECÂNICA DE UMA LIGA Al-3%Cu-0,5%Nb SOLIDIFICADA  
HORIZONTALMENTE E ENDURECIDA POR PRECIPITAÇÃO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais- Mestrado Profissional, PPGEMAT/IFPA, do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Pará – IFPA/Campus Belém, como requisito para obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Otavio Fernandes Lima da Rocha.

**BELÉM – PA  
2021**

Dados para catalogação na fonte:  
Setor de Processamento Técnico  
Biblioteca IFPA - Campus Belém

---

D579d Dillon, Thiago Maués Oliveira.

Desenvolvimento e caracterização térmica, microestrutural e mecânica de uma liga Al-3%cu-0,5%nb solidificada horizontalmente e endurecida por precipitação / Thiago Maués Oliveira Dillon – Belém, 2021.

89 f.

Impresso por computador.

Orientador: Prof. Dr. Otávio Fernandes Lima da Rocha

Dissertação (Mestrado Profissional em Engenharia de Materiais) — Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará – IFPA, 2021.

1. Ligas Al-Cu-Nb. 2. Microestrutura. 3. Solidificação horizontal. 4. Tratamento térmico T6. 5. Microdureza. I. Rocha, Otávio Fernandes Lima da. (orient.). II. Título.

CDD: 620.186

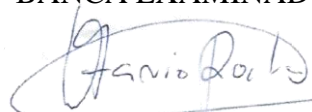
THIAGO MAUÉS OLIVEIRA DILLON

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA, MICROESTRUTURAL  
E MECÂNICA DE UMA LIGA Al-3%Cu-0,5%Nb SOLIDIFICADA  
HORIZONTALMENTE E ENDURECIDA POR PRECIPITAÇÃO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais- Mestrado Profissional, PPGEMAT/IFPA, do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Pará – IFPA/Campus Belém, como requisito para obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Data da defesa: 10/11/2021

BANCA EXAMINADORA



---


Prof. Dr. Otávio Fernandes Lima da Rocha  
IFPA – Orientador, Presidente

Jean da Silva  
Rodrigues:48995029234

Assinado de forma digital por Jean da  
Silva Rodrigues:48995029234  
Dados: 2021.12.28 14:31:42 -03'00'

---

Prof. Dr. Jean da Silva Rodrigues  
IFPA – Membro Interno da banca examinadora



Digitally signed by DANIEL MONTEIRO  
ROSA:45072027287  
Date: 2021.12.29 08:45:56 -03'00'

---

Prof. Dr. Daniel Monteiro Rosa  
Unb – Membro externo da banca examinadora

Dedico este trabalho as pessoas mais importantes da minha vida, meus  
Pais, *Oswaldo Pinheiro Dillon e Keila Maués Oliveira Dillon.*

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus por ter me dado mais essa oportunidade de me desenvolver profissionalmente e de poder contribuir com a pesquisa científica que é de fundamental importância para a sociedade.

Aos meus pais Oswaldo Dillon, Keila Dillon e irmã, Camila Dillon que amo incondicionalmente, por sempre me apoiar e me ajudar nos momentos mais difíceis, me dando forças e incentivo durante todo o programa.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Otávio Fernandes Lima da Rocha, por ter me guiado nessa jornada do conhecimento com enorme dedicação, cuidado, compreensão, esforço e por me apoiar nos momentos de maiores dificuldades e que foi crucial para o desenvolvimento deste trabalho.

A todos meus colegas do grupo de estudo GPMET e colegas de aula Helder Rodrigues, Mauro Palheta, Marlo Costa, Gabriel Machado e Hugo Azevedo por me ajudarem em todas as etapas deste trabalho.

Agradeço imensamente também ao técnico de laboratório Rogério Costa por sempre estar a disposição e ajudar nos experimentos laboratoriais que foram necessários para este trabalho.

Por fim, sou imensamente grato ao Programa de Pós-graduação em engenharia de materiais do Instituto Federal do Pará e a todos meus os colegas, amigos miiiares que de alguma forma contribuiu e me incentivou, sem cada um de vocês não seria possível a conclusão desta dissertação.

Muito obrigado!

*“Se eu vi mais longe, foi por estar sobre ombros de gigantes.”*

Isaac Newton

## RESUMO

No presente estudo foram realizadas análises térmicas, microestruturais e mecânicas com a liga Al-3%Cu-0,5%Nb solidificada horizontalmente, bem como foi aplicado o tratamento térmico T6 em algumas amostras do lingote solidificado. Curvas de resfriamento experimentais para condições de resfriamento fora do equilíbrio e muito próximas ao equilíbrio, esta última realizada por calorimetria de varredura diferencial (DSC), foram obtidas para caracterizar termicamente a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ), no qual obteve-se o valor de 653°C, e assim aplicar o superaquecimento no metal líquido, o que viabilizou o experimento de solidificação horizontal. O experimento de solidificação horizontal foi executado usando um dispositivo de solidificação direcional refrigerado a água. Expressões de potência que descreve a velocidade de solidificação  $V_L=2,17(P)^{-0,3}$  e a expressão  $T_R=82,8(P)^{-0,7}$  para taxa de resfriamento foram obtidas. Análises microestruturais por microscópios óptico (OM) foram realizadas, onde se observou microestrutura dendrítica e refinada (equiaxiais) ao longo de todo lingote. Foi realizada análises com eletrônica de varredura (MEV/ EDS), no qual observou-se que o elemento Nb está completamente dissolvido na matriz rica em Al, não formando a reação peritética prevista no diagrama de equilíbrio de fases do sistema Al-Nb. A microestrutura típica de solidificação consistiu em uma rede dendrítica como uma fase primária rica em Al ( $Al\alpha$ ) mais fases secundárias composta de Fe e  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu dentro das regiões interdendrítica. A fase primária foi quantificada por meio dos braços dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ), e uma associação matemática com  $V_L$  e  $T_R$  foi proposta  $\lambda_2=23V_L^{-2/3}$  - $R^2=0,8$  e  $\lambda_2=54(T_R)^{-1/3}$  - $R^2=0,9$ . As análises mecânicas por meio dos resultados do ensaio de microdureza Vickers (HV), mostraram que HV não variou ao longo do comprimento do lingote solidificado, assumindo um valor médio igual a 55 HV. Verificou-se maiores valores de HV sobre as fases interdendríticas quando comparados com as medidas sobre a fase  $Al\alpha$  (matriz). Observou-se que o tratamento térmico T6 aplicado nas amostras solidificadas, não afetou significativamente os espaçamentos dendríticos secundários. Após o tratamento térmico T6, obteve-se um aumento de 17% dos valores de dureza HV e foi observado uma sequência de precipitação da fase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu com o decorrer do envelhecimento, sob as condições assumidas. Finalmente, uma análise teórico-experimental foi realizada sobre modelos de crescimento de  $\lambda_2$ , e os resultados permitiram admitir que embora a rede dendrítica cresça como dendritas equiaxiais, o modelo matemático de Bouchard-Kirhaldy, apesar de ser desenvolvido para ligas binárias, representaram muito bem



os dados experimentais deste trabalho e, assim, deduziu-se que o referido modelo pode ser usado para ligas ternárias quando o terceiro elemento for bem diluído na matriz.

Palavras chaves: Ligas Al-Cu-Nb; Microestrutura; Solidificação horizontal; Tratamento Térmico T6; Microdureza.

## ABSTRACT

In this sense, thermal, microstructural and mechanical analyzes were carried out in the present work with the horizontally solidified Al-3wt.%Cu-0.5wt.%Nb alloy, as well as the T6 heat-treatment was applied to some samples of the solidified ingot. Experimental cooling curves for cooling conditions outside thermodynamic equilibrium and very close to this equilibrium, the latter performed by differential scanning calorimetry (DSC), were obtained to thermally characterize the *liquidus* temperature ( $T_L$ ) of the investigated alloy and thus apply the superheat in liquid metal. Then, horizontal solidification experiment was performed using a water-cooled directional solidification device. A temperature mapping was performed during solidification and the thermal data obtained were used to determine the solidification thermal parameters, such as growth and cooling rates,  $G_R=2,17(P)^{-0,3}$  and  $C_R=82,8(P)^{-0,7}$  respectively. The solidified ingot was characterized for microstructural analysis by optical (OM) and scanning electronic (SEM/EDS) microscopes. The DSC analysis have allowed to admit that the value found at 653°C for  $T_L$  is in accordance with the ranges of values indicated in the phase equilibrium diagram for the binary Al-Nb system, allowing to run the horizontal solidification experiment. The typical solidification microstructure consisted of a dendritic network as an Al-rich primary phase ( $Al\alpha$ ) plus secondary phases composed of Fe and  $\theta$ - $Al_2Cu$  intermetallic compounds within the interdendritic regions. For the assumed solidification conditions, the Nb was observed in the investigated alloy completely dissolved in the Al-rich matrix ( $Al\alpha$ ), not forming the peritectic reaction predicted in the phase equilibrium diagram of the Al-Nb system. The primary phase was quantified using secondary dendritic spacings ( $\lambda_2$ ), and a mathematical association between  $G_R$ -  $\lambda_2$ , and  $C_R$  -  $\lambda_2$  was proposed,  $\lambda_2=23G_R^{-2/3}$  - $R^2=0,8$  and  $\lambda_2=54(C_R)^{-1/3}$  - $R^2=0,9$ . Mechanical analysis through the results of the Vickers microhardness test (HV) showed that HV did not vary along the length of the solidified ingot, assuming an average value equal to 55 HV. As expected, higher HV values were noted on the hard interdendritic phases ( $\theta$ - $Al_2Cu$ + Fe intermetallic compounds) when compared to measurements on the  $Al\alpha$  phase (matrix). It was observed that the T6 heat-treatment applied to the solidified samples, under the assumed conditions in both processes, did not significantly affect the secondary dendritic spacings. It was verified the precipitation hardening after the heat treatment, and an increase in the HV values was observed with the precipitation sequence of the  $\theta$ - $Al_2Cu$  phase with the aging course, under the assumed conditions. Finally, a theoretical-experimental analysis was carried out in this work on  $\lambda_2$  growth models, and the results allowed to admit that although the

dendritic network grows as equiaxed dendrites, and the mathematical model, despite being developed for binary alloys, represented very well the experimental data from this work and, thus, it was deduced that the referred model can be used for ternary alloys when the third element is well diluted in the matrix.

Keywords: Al-Cu-Nb alloys; Microstructure; Horizontal solidification; T6 heat-treatment; Microhardness.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Diagrama de fases parcial do sistema Al-Cu destacando a composição analisada neste estudo-----	5
Figura 2.2: Diagrama de fases binário da liga Al-Nb-----	7
Figura 2.3: Diagrama de fases binário da liga Al-Nb-----	8
Figura 2.4: Evolução dos valores da microdureza em função do espaçamento dendrítico $\lambda_1$ ---	8
Figura 2.5: (a) curva de resfriamento liga Al4%Nb; (b)Variação de $\lambda_2 \times$ posição(P) nas duas condições de moldes diferentes (CM <sub>1</sub> e CM <sub>2</sub> ) -----	9
Figura 2.6: Diagrama de fases ternário destacando o ponto de composição Al3%Cu0,5%Nb---	10
Figura 2.7- Espaçamento dendrítico secundário e primário variando com a posição e variáveis de solidificação de ligas AlCuNb (a) $\lambda_2 \times P$ ; (b) $\lambda_2 \times V_L$ ; (c) $\lambda_1 \times T_R$ -----	10
Figura 2.8: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb na posição 4,38 mm, aumento 2500X, percentual em massa-----	11
Figura 2.9: Perfil de DSC da liga Al1,2%Nb apresentando o pico de transformação de fases.0,4%Nb na posição 4,38 mm, aumento 2500X, percentual em massa-----	12
Figura 2.10: Perfil de DSC da liga Al1,2%Nb apresentando o pico de transformação de fases--	13
Figura 2.11: Perfil de DSC da liga Al-5%Cu-0,4%Nb apresentando a diferença dos picos de transformação eutética e picos de fusão-----	15
Figura 2.12: Representação dos modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde durante a solidificação-----	17
Figura 2.13: Dispositivo de extração de calor horizontal refrigerado a água-----	18
Figura 2.14: Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal-----	20
Figura 2.15: Representação esquemática dos braços dendríticos-----	21
Figura 2.16: Variação do espaçamento dendrítico secundário em função da posição-----	21
Figura 2.17: Processo tratamento térmico T6 em uma liga Al-Cu-----	23
Figura 2.18: Correlação da variação de $\lambda_1 \times$ microdureza (HV)-----	25
Figura 3.1: Fluxograma ilustrativo de todas as atividades executadas durante a realização deste trabalho-----	28
Figura 3.2: (a) Representação da balança de precisão, mostrando as pesagens do lingote de alumínio puro da liga Al-4%Nb, e (b) o lingote da liga Al3%Cu0,5%Nb resultante da solidificação horizontal-----	30
Figura 3.3: (a) Balança de precisão; (b) conjunto cadinho de carbetto de silício, tenaz e haste de aço; (c) serra tipo fita-----	31
Figura 3.4: (a) forno mufla; (b) conjunto lingoteira e chapa molde; (c) FieldLogger-----	32
Figura 3.5: Representação esquemática do equipamento de solidificação horizontal-----	33
Figura 3.6: Microscópio Óptico modelo Motic BA310Met-----	34
Figura 3.7: (a) Conjunto microscópio eletrônico de varredura acoplado ao EDS; (b) Espectrômetro de energia dispersiva de Raio-x-----	35
Figura 3.8: Microdurômetro modelo SHIMADZU HMV-2-----	35
Figura 3.9: Microscópio Estereo Zeiss modelo Stemi Dv4-----	36
Figura 3.10: Preparativos iniciais-----	38
Figura 3.11: (a) Balança eletrônica com pedaços da liga Al-4%Nb; (b) Forno tipo mufla; (c) Homogeneização da liga Al-3%Cu-0,5%Nb-----	39
Figura 3.12: Representação esquemática da aferição experimental de composição da liga e curva de resfriamento-----	40

Figura 3.13: Esquema do processo de obtenção dos gráficos de $V_L$ e $T_R$ .....	43
Figura 3.14: Representação dos cortes longitudinais do lingote.....	44
Figura 3.15: Representação das amostras retiradas do corte longitudinal e posições de captura de imagens microestruturais medidos a partir da base refrigerada.....	44
Figura 3.16: (a) Esquema representativo para medida dos espaçamentos dendríticos secundários; (b) microestrutura dendrítica da liga investigada mostrando o comprimento (L) que intercepta o maior número de braços secundários.....	45
Figura 3.17- Representação do esquema metodológico de ensaio de Microdureza Vickers (HV)-.....	45
Figura 3.18: Critério adotado para corte transversal da amostra após tratamento térmico.....	46
Figura 4.1: Análise térmica da liga de base Al-4Nb usada na preparação da liga ternária Al-3Cu-0,5Nb: (a) curva de resfriamento com $\sim 27^\circ\text{C} / \text{min}$ , e (b) termogramas DSC com taxa de varredura de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ .....	47
Figura 4.2: Análise térmica da liga ternária Al-3%Cu-0,5%Nb: (a) curva de resfriamento com $\sim 27^\circ\text{C}/\text{min}$ , e (b) Termogramas DSC com taxa de varredura de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ .....	48
Figura 4.3: Dados térmicos experimentais resultantes da solidificação horizontal da liga investigada: (a) perfis de temperatura para cada termopar, (b) parâmetros térmicos de solidificação: cinética de solidificação representada por $P = f(t)$ e $V_L = f(P)$ e (c) $T_R = f(P)$ . P - Posição no lingote fundido.....	49
Figura 4.4: Macroestrutura típica de solidificação da liga investigada.....	50
Figura 4.5: Evolução da microestrutura durante a solidificação horizontal: (a) microestrutura dendrítica típica de solidificação e (b) variação de $\lambda_2$ em função de P, $V_L$ e $T_R$ .....	51
Figura 4.6: Microestrutura MEV e mapas de elementos por EDS para amostra solidificada na posição de 4 mm da interface de transferência de calor.....	53
Figura 4.7: Microestrutura MEV e mapas de elementos por EDS para amostra solidificada na posição de 30 mm da interface de transferência de calor.....	53
Figura 4.8: Microanálise pontual de elementos por MEV/ EDS para amostra solidificada na posição 30 mm da interface de transferência de calor.....	54
Figura 4.9: Microanálise pontual de elementos por MEV/ EDS para amostra na posição de 100 mm da interface de transferência de calor.....	54
Figura 4.10: Microanálise pontual de elementos por MEV/ EDS para amostra solidificada na posição 100 mm da interface de transferência de calor, considerando um maior aumento.....	55
Figura 4.11: Resultados das medidas da microdureza Vickers (HV): (a) comparação com a literatura e (b) medição HV nas fases primárias ricas em Al e região interdendrítica.....	56
Figura 4.12: Microestruturas da liga Al3%Cu0,5%Nb após tratamento térmico T6 com Solubilização de 3 Horas a $495 \pm 2^\circ\text{C}$ e envelhecimento artificial de 1h.....	57
Figura 4.13: Microanálise de elementos de área por da liga Al-3%Cu-0,5%Nb para amostras na posição 50mm: (a) solidificada e (b) tratadas por T6.....	58
Figura 4.14: Análise pontual de EDS e mapas composicionais em micrografias longitudinais da posição de 100mm obtidas por MEV da liga Al-3%Cu-0,5%Nb após a solubilização.....	59
Figura 4.15: Análise comparativa de HV entre amostras solidificadas e tratadas termicamente por T6.....	60
Figura 4.16: Médias dos valores de HV calculadas a partir da Figura 4.15.....	60
Figura 4.17: Análise teórico-experimental de modelos de crescimento de braços dendríticos secundários.....	62

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Estrutura cristalina do sistema Nb-Al. ....	7
Tabela 3.1: Composição química dos elementos puros e da liga investigada. ....	29

## LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

Letras latinas		
ko	Coeficiente de partição	[ % ]
dP	Derivada da posição	
dT	Derivada da temperatura	
dt		
GL	Gradiente de temperatura frente a isoterma liquidus	
mL	Inclinação da linha liquidus	
HV	Microdureza Vickers	
P	Posição dos termopares	[ mm ]
TR	Taxa de resfriamento	[ °C/s ]
TV	Temperatura de vazamento	[ °C ]
TE	Temperatura eutética	[ °C ]
TL	Temperatura liquidus da liga	[ °C ]
TS	Temperatura solidus da liga	[ °C ]
tS	Tempo de deslocamento da isoterma solidus	[ s ]
tSL	Tempo local de solidificação	[ s ]
VL	Velocidade da isoterma liquidus	[ mm/s ]
VS	Velocidade da isoterma solidus	[ mm/s ]
Letras gregas		
$\alpha$	Fase sólida	
$\beta$	Fase sólida	
$\theta$	Fase intermetálica	Al <sub>2</sub> Cu
$\eta_2$	Fase intermetálica	AlCu
$\zeta_2$	Fase intermetálica	Al <sub>3</sub> Cu <sub>4</sub>
$\gamma_1$	Fase intermetálica	Al <sub>4</sub> Cu <sub>9</sub>
DT	Diferença de temperatura	[ °C ]
$\lambda_C$	Espaçamento celular	[ $\mu\text{m}$ ]
$\lambda_1$	Espaçamento dendrítico primário	[ $\mu\text{m}$ ]
$\lambda_2$	Espaçamento dendrítico secundário	[ $\mu\text{m}$ ]
$\lambda_3$	Espaçamento dendrítico terciário	[ $\mu\text{m}$ ]
IE	Espaçamento eutético	[ $\mu\text{m}$ ]
Abreviações e siglas		
GPMET	Grupo de Pesquisa em Metalurgia Física e de Transformação	
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva	
GPSOL	Grupo de Pesquisa em Solidificação	
IFPA	Instituto Federal do Pará	

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1- INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
1.1.    Considerações iniciais .....	1
1.2.    Objetivo geral .....	3
<b>CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>4</b>
2.1.    Considerações iniciais .....	4
2.2.    Sistemas de liga Al-Cu.....	4
2.3.    Sistema Al-Nb.....	6
2.4.    Sistema de liga Al-Cu-Nb .....	10
2.5.    Curva de análise DSC .....	12
2.6.    Solidificação direcional.....	14
2.7.    Dispositivo de solidificação horizontal .....	16
2.8.    Variáveis térmicas de solidificação.....	17
2.9.    Estrutura de solidificação .....	19
2.10.   Espaçamentos dendríticos .....	20
2.11.   Tratamento térmico em ligas de Alumínio.....	21
2.12.   Microdureza Vickers .....	24
2.13.   Modelo teórico de crescimento dendrítico secundário para regime transitório de extração de calor ( $\lambda_2$ ).....	25
<b>CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>27</b>
3.1.    CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	27
3.2.    Materiais- .....	29
3.3.    Metais utilizados para produção da liga e liga estudada .....	29
3.4.    Equipamentos, instrumentos, materiais e descrição dos principais aparatos usados na etapa de elaboração da liga. ....	30
3.5.    Equipamento de solidificação direcional .....	33

3.6.	Equipamentos, instrumentos e materiais para análise da liga investigada e procedimentos metalográficos.....	34
3.7.	Softwares utilizados .....	36
3.8.	Métodos .....	37
3.9.	Preparativos iniciais .....	37
3.10.	Elaboração da liga Al3%Cu0,5%Nb e composição nominal .....	38
3.11.	Solidificação horizontal da liga investigada.....	40
3.12.	Determinação das variáveis térmicas de solidificação ( $V_L$ e $T_R$ ).....	41
<b>3.13.</b>	<b>Caracterização do lingote resultante, em escalas macroestrutural e microestrutural</b> .....	<b>43</b>
3.14.	Ensaio de microdureza Vickers.....	45
3.15.	Tratamento térmico T6 aplicado a liga Al-3%Cu-0,5%Nb.....	46
<b>CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>		<b>48</b>
4.1.	Análise Térmica .....	48
4.2.	Parâmetros Térmicos de Solidificação .....	49
4.3.	Análise Estrutural Típica de Solidificação vs. Microdureza.....	50
4.4.	TRATAMENTO TÉRMICO T6.....	56
4.4.1.	Caracterização microestrutural.....	56
4.5.	Resultados microdureza após T6.....	59
<b>CONCLUSÕES.....</b>		<b>63</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>		<b>66</b>



## CAPÍTULO 1- INTRODUÇÃO

### 1.1. Considerações iniciais

Nos últimos anos, estudos acerca das propriedades do alumínio e suas ligas, bem como seus processos de fabricação industrial, em especial o processo de fundição, vem se tornando cada vez mais difundidas no meio acadêmico devido suas diversidades, propriedades e aplicações industriais. O alumínio tem baixa resistência mecânica, especialmente em altas temperaturas, tem cerca de a metade do ponto de fusão do aço. Ele funde a 660°C enquanto o aço em torno de 1538°C e baixa resistência a tração de 90 MPa, podendo alcançar 180 MPa. Sendo, portanto, necessário aprimorar algumas de suas propriedades para que se tenha um melhor desempenho na indústria. Por outro lado, devido sua baixa densidade, suas ligas apresentam uma relação entre propriedades/peso superiores, tais como condutividade elétrica e térmica e resistências mecânica, desgaste e corrosão, do que em relação ao aço e suas ligas. Além disso, a excelente combinação de uma ampla gama de diferentes propriedades de ligas de alumínio, torna-o o segundo metal mais amplamente utilizado depois do aço e ferro fundido. (NASCIMENTO; MELNYK, 2017; SOUSA et al., 2013).

Decerto, a combinação de várias propriedades depende, principalmente, da adição de elementos de liga e do seu processamento tais como solidificação, conformação mecânica e tratamento térmico. Dentre esses elementos de liga, os mais comuns são cobre, silício, magnésio, manganês e zinco. Ligas de fundição Al-Cu e Al-Si, como exemplos, têm sido a melhor escolha como materiais para as indústrias automobilística e aeroespacial. No caso das ligas Al-Cu, as de maior interesse industrial são as tratadas termicamente nas quais os teores de Cu estão na faixa de 2 a 5%. Essas ligas são universalmente conhecidas como dura-alumínios e pertencem às séries 2XXX (trabalhadas) e 2XX.X (fundidas) na classificação da *Aluminum Association* e estão entre as ligas à base de alumínio mais antigas (BARROS, 2018; TIAN et al., 2017), sendo amplamente empregadas na fabricação de componentes das indústrias aeronáutica e automotiva, tais como bordos de ataque de aeronaves, peças estruturais, cilindros, pistões e blocos para motores.

No que tange as liga Al-Cu da classe duralumínios, apesar dos trabalhos citados na literatura serem unânimes em dizer que essas ligas apresentam excelentes propriedades mecânicas, por outro lado, todos reportam que os mesmos possuem resistência corrosiva inferior às outras ligas de alumínio (BARROS et al., 2015, 2016; KAKITANI et al., 2019; REIS, 2009; SOUZA et al., 2019; COSTA et al., 2015; SOUZA, 2019; VASCONCELOS et al., 2016). Logo, mudanças de âmbito tecnológico têm sido propostas com o intuito de exigir

que essas ligas suportem condições em aplicações mais críticas, principalmente no que diz respeito em apresentar características estruturais que permitam protegê-las contra à ação corrosiva, sem perdas significativas de suas características mecânicas (OSÓRIO et al., 2004, 2011; SOARES et al.; 2017), e especialmente em altas temperaturas. Nesse sentido, estudos recentes vêm sendo elaborados com ligas multicomponentes da série duralumínio, tais Al-Cu com adição de Silício, Magnésio, Titânio e Ni (COSTA, 2020; BARBOSA, 2019; MAGNO, 2018; AZEVEDO, 2019). Dentre outros os quais proporcionam ao alumínio excelente resistência mecânica em altas temperaturas, principalmente às tratadas termicamente. Como novidade, o Nióbio, por exemplo, tem sido investigado como elemento de liga adicionado em ligas binárias Al-xNb e ternárias Al-Cu-Nb (SOUSA, 2019; NOVAKOVIC, 2010; RIOS, 2000; ZHU et al, 2007; COUTINHO et al, 2019; COUTINHO, 2018; JESUS, 2018; SILVA et al 2019; SILVA, 2017; NANDI, 2003; MUNITZ et al, 2000).

Vale ressaltar que o Nióbio (Nb) é um elemento metálico, macio, dúctil de elevado ponto de fusão, com número atômico 41, massa específica de  $8,57\text{g/cm}^3$  e ponto de fusão de  $2.468^\circ\text{C}$ , portanto, um material refratário. A temperatura ambiente resiste bem à ação de ácidos clorídricos (até 35%), Sulfúrico (até 95%) nítrico concentrado, fosfórico, crômico, acético, fórmico e cítrico. Possui resistência a corrosão devido à formação de uma película superficial de óxido que realiza a passivação (MATTOS, 2020; SILVA, 2016). O Brasil detém cerca de 98% da reserva mundial e é responsável por cerca de 87% das importações americanas deste minério que é usado até mesmo em projetos espaciais e para fabricação de aços estruturais micro ligados ao nióbio (QUADRO et al., 2016; SO et al., 2018; LIMA, 2018; ALVES, 2015).

Estudos sobre a correlação entre os parâmetros térmicos e microestruturais de solidificação em ligas Al-Nb são escassos na literatura (SOUSA, 2019; NOVAKOVIC, 2010; RIOS, 2000; ZHU et al, 2008; COUTINHO et al, 2019; COUTINHO et al, 2019; WITUSIEWICZ et al, 2008). São mais escassos ainda estudos com ligas Al-Cu-Nb solidificadas direcionalmente sobe condições de extração transiente, exceto o trabalho de Sousa (2019) para solidificação direcional ascendente. Além disso, pouco ainda se conhece sobre o papel do Nb em ligas Al-xCu tratadas termicamente e seus efeitos na evolução microestrutural e propriedades em ligas Al-3Cu-xNb, especialmente solidificadas horizontalmente, sendo necessários maiores investigações. Há também controvérsias na literatura acerca da temperatura de formação e do tipo de reação invariante na transformação de fases para a formação da fase intermetálica  $\text{Al}_3\text{Nb}$ .

Nesse sentido, o presente trabalho experimental tem como objetivo principal estudar a inter-relação entre os processos de solidificação e endurecimento por precipitação em uma liga Al-3%Cu-xNb ( $x=0.5\%$ ) solidificada horizontalmente, e seus efeitos na microestrutura e resistência mecânica em amostras solidificadas e tratadas termicamente por T6, bem como contribuir com a literatura com dados experimentais que possam esclarecer as incertezas termodinâmicas que ainda conservam lacunas no diagrama de fases do sistema Al-Nb.

## 1.2. Objetivo geral

O presente trabalho tem como objetivo principal investigar a relação entre os parâmetros térmicos dos processos de solidificação e tratamento térmico T6 na microestrutura e microdureza da liga Al-3%Cu-0,5%Nb solidificada horizontalmente, sob regime transitório de extração de calor, além dos seguintes objetivos específicos:

1. Propor o caminho de solidificação com a evolução microestrutural para a liga Al-3%Cu-0.5%Nb;
2. Estabelecer, para a liga investigada, expressões matemáticas capazes de correlacionar os espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) com os parâmetros térmicos de solidificação, tais como a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* e taxa de resfriamento ( $V_L$  e  $T_R$ , respectivamente);
3. Investigar parâmetros de microdureza em amostras brutas de solidificação e em amostras tratadas termicamente;
4. Conduzir um estudo comparativo com outros trabalhos experimentais da literatura, bem como realizar uma abordagem teórica-experimental sobre crescimento dendrítico secundário.

## CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Considerações iniciais

Este capítulo apresenta uma revisão bibliográfica que considera artigos científicos, livros, teses e dissertações relacionados ao estudo abordado neste trabalho. Inicialmente, é apresentada uma breve descrição dos sistemas de ligas Al-Cu e Al-Cu-Nb. Em seguida, são realizados importantes considerações acerca do método de solidificação horizontal, variáveis térmicas de solidificação, a micro e macroestrutura de ligas solidificadas direcionalmente e dos espaçamentos dendríticos como características de fundamental importância para as propriedades do material. São abordados também considerações gerais a respeito tanto do tratamento térmico T6 para ligas à base de AlCu, é abordado também aspectos da inter-relação entre estruturas de solidificação e microdureza Vickers, destacando ligas de sistema AlCuNb. Finalmente, é apresentado o modelo matemático que prediz o crescimento dendrítico secundário para regime transitório de extração de calor.

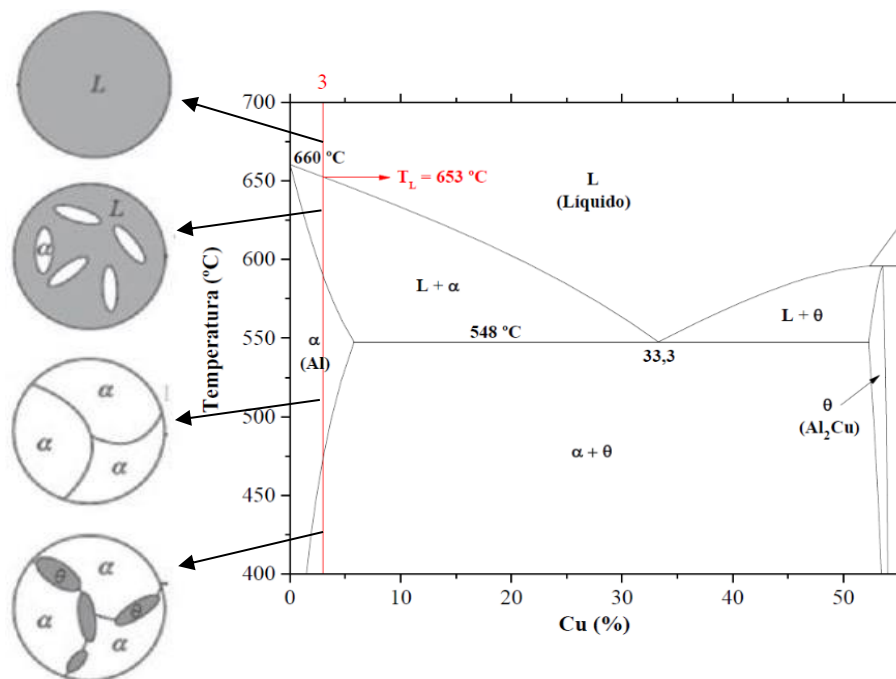
### 2.2. Sistemas de liga Al-Cu

As ligas compostas por alumínio-cobre (Al-Cu) são um importante sistema de ligas, no qual é amplamente utilizado na indústria automobilística e aeronáutica, e dentre outros diversos ramos da manufatura de produtos tecnológicos, denotando, portanto, variadas aplicações. Estas ligas quando adicionados elementos ligantes, tais como, magnésio, silício, níquel e nióbio, destacam-se por apresentarem melhorias em suas propriedades mecânicas, condução elétrica, térmicas, usinabilidade, resistência a corrosão e abrasão, principalmente em aplicações em altas temperaturas. Tal sistema de liga, também conhecidas como duralumínios, ganham destaque por serem tratadas termicamente (série 2XXX) e conformadas pelo processo de fundição (serie 2XX.X) (SOUSA, 2019; BARROS, 2018; MOUTINHO, 2012; OSÓRIO, 2011). Nessas ligas, o cobre apresenta importantes propriedades microestruturais típicas de solidificação, que elevam significativamente a resistência mecânica específica (por unidade de peso), além de que tornam essas ligas tratadas termicamente

Sabe-se que nos processos de fundição o fenômeno de solidificação está presente, e suas variáveis precisam ser projetadas de forma que controlem as estruturas típicas de solidificação para conferir aos produtos fundidos as propriedades desejadas. No caso de ligas Al-Cu, durante a solidificação deste sistema de liga, dependendo de sua composição, podem surgir diferentes fases intermetálicas nos contornos de grãos ou em regiões interdendríticas, como as constituídas pelo diagrama de fase, tais como  $Al_2Cu$  ( $\theta$ ), AlCu ( $\eta_2$ ),  $Al_3Cu_4$  ( $\zeta_2$ ) e

$\text{Al}_4\text{Cu}_9$  ( $\gamma_1$ ), estas fases se caracterizam por apresentarem durezas elevada e por dificultarem a movimentação das discordâncias, portanto, têm importante função nas propriedades mecânicas nas ligas duralumínio. Para ligas hipoeutéticas, ou seja, ligas com composição menores do que 33,3 Cu% em peso, conforme estudada nesse trabalho e destacado a composição de 3% de cobre na Figura 2.2, a fase mais comum a se formar é o  $\text{Al}_2\text{Cu}$  ( $\theta$ ), conforme pode ser observado na Figura 2.1. tais ligas podem iniciar a solidificação a traves da formação de redes dendríticas e em seguida pela formação do constituinte eutético de composição química igual a 33,3%Cu à temperatura de 548 °C:  $L \rightarrow \alpha (\text{Al}) + \theta (\text{Al}_2\text{Cu})$ . O composto intermetálico  $\text{Al}_2\text{Cu}$  ( $\theta$ ) se caracteriza por ser um composto intermetálico tetragonal com parâmetros de reticulado  $a = 6,067 \text{ \AA}$  e  $c = 4,888 \text{ \AA}$  (TIAN et al., 2017) este composto tem sido exaustivamente estudado por diversos autores e apontado como um dos principais responsáveis por aumentar a resistência mecânica deste importante sistema de liga (MARLO, 2020; COSTA et al, 2016; BARROS et al, 2016; ARAUJO, 2015).

Figura 2.1: Diagrama de fases parcial do sistema Al-Cu destacando a composição analisada neste estudo.



Fonte: Adaptado de Marlo, 2020 e Barros, 2018.

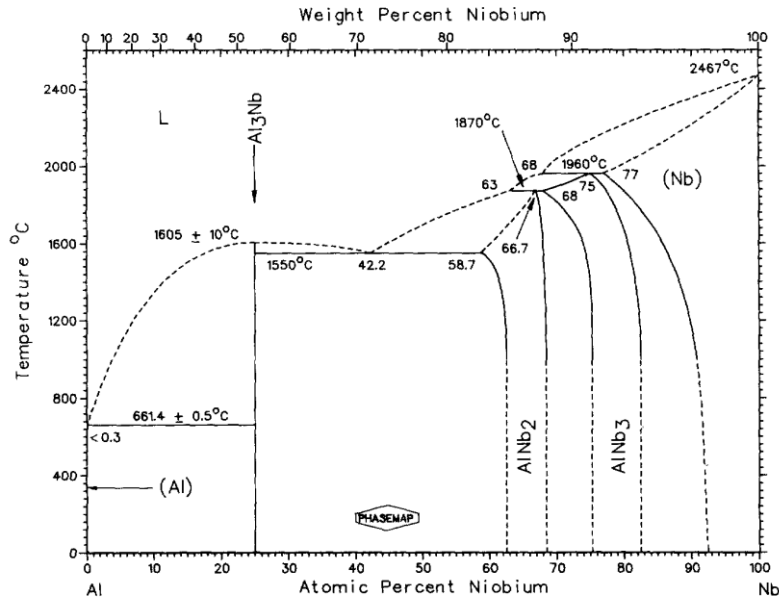
### 2.3. Sistema Al-Nb

O nióbio é o mais leve metal refratário e pertence ao grupo dos metais com alto ponto de fusão, aproximadamente ( $2.468^{\circ}\text{C}$ ), é resistente à corrosão, possui boa ductilidade à temperatura ambiente, é cinza e adquire cor azul quando exposto ao ar por um longo período. Graças ao seu elevado ponto de fusão, as ligas de nióbio se apresentam como soluções estruturais para aplicações a altas temperaturas (DNPM, 2017). O nióbio por possuir as referidas propriedades, se torna altamente valioso na produção de uma classe de aço especial de alta qualidade, intituladas de ligas de alta resistência. Ao contrário do alumínio, o nióbio tem alta aceitação como componente minoritário de liga, aperfeiçoando a matriz, possibilitando baixas temperaturas de fusão me ligas Al-Nb (COUTINHO, 2018; ROCHA, 2018; SILVA, 2017; SOUSA, 2019).

É reconhecido o uso do nióbio em pequenas quantidades nas ligas de aço, proporcionando aumento na resistência das mesmas sem prejudicar suas particularidades de ductilidade importantes para a indústria automotiva, dentre outras aplicações, as superligas compostas por nióbio também são empregadas na fabricação de motores de aeronaves e turbinas terrestres de geração de energia elétrica (ALVES, 2015; COUTINHO, 2018; CBMM, 2017, JESUS, 2018).

As ligas binárias Al-Nb caracteriza-se por apresentar a formação de três fases intermetálicas ( $\text{Al}_3\text{Nb}$ ,  $\text{AlNb}_2$ ,  $\text{AlNb}_3$ ) por meio de transformações congruentes no seu diagrama de equilíbrio e fases, como mostrado na Figura 2.2, ou seja, ocorre em uma única faixa de composição, as características de composição para cada intermetálico e estrutura cristalina pode ser observada na Tabela 2.1. O intermetálico  $\text{Al}_3\text{Nb}$  é formado a uma temperatura de  $661^{\circ}\text{C}$ , o  $\text{Al}_3\text{Nb}$  a  $1800^{\circ}\text{C}$ , enquanto o  $\text{AlNb}_3$  se forma em aproximadamente  $1960^{\circ}\text{C}$ . os intermetálicos  $\text{Al}_2\text{Nb}$  e  $\text{Al}_3\text{Nb}$  formam ainda um constituinte eutético a  $1550^{\circ}\text{C}$  com uma composição de em torno de 70 Nb%. (SILVA et al, 2019; COUTINHO, 2018; ELLIOTT; SHUNK, 1981). As linhas pontilhadas no diagrama de fases da Figura 2.2. representam as incertezas termodinâmicas, e destaca-se a região de interesse do presente estudo, isto é, as transformações que ocorrem para as ligas Al-Nb ricas em Al, especialmente no que se refere a possível transformação peritética com a formação da fase primária  $\text{Al}_3\text{Nb}$ .

**Figura 2.2: Diagrama de fases binário da liga Al-Nb**



Fonte: Rios, 2000.

Tabela 2.1: Pontos de interesse no sistema Nb-Al.

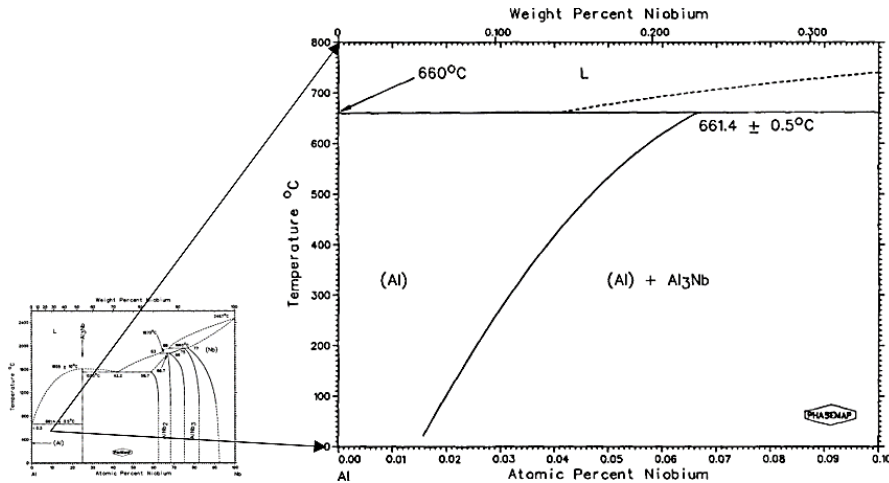
Reação	Composição % at. De Al (Pontos de Reação)			Temperat. (°C)	Tipo de Reação
(Nb)+L $\leftrightarrow$ Nb <sub>3</sub> Al	~21,5	~28,0	~22,5	2060 $\pm$ 10	Peritética
Nb <sub>3</sub> Al+L $\leftrightarrow$ Nb <sub>2</sub> Al	25,0	~36,0	32,0	1940 $\pm$ 10	Peritética
L $\leftrightarrow$ Nb <sub>2</sub> Al+Al <sub>3</sub> Nb	~55,0	42,0	~75,0	1590 $\pm$ 5	Eutética
L+Al <sub>3</sub> Nb $\leftrightarrow$ (Al)	(99,96)	~75,0	(99,94)	661,4 $\pm$ 0,5	Peritética
L $\leftrightarrow$ Al <sub>3</sub> Nb		~75,0		1680 $\pm$ 5	Congruente
L $\leftrightarrow$ Nb		0,0		2469	Fusão
L $\leftrightarrow$ Al		100,0		660,452	Fusão

Fonte: Rios, 2000.

O composto intermetálico Al<sub>3</sub>Nb, fase primária que segundo o diagrama de fases se forma durante a solidificação, para ligas Al-Nb ricas em Al, caracteriza-se por ser uma estrutura tetragonal e apresenta uma faixa de homogeneidade menor que 1,0%, tem boa resistência mecânica e resistência a oxidação, assim como, ótima estabilidade e baixa densidade, se destaca por ser a mais dura dentre as fases intermetálicas do sistema, no entanto, é também a mais frágil. Ela também apresenta uma resistência a compressão de 520MPa e resistência a fratura de 275 a 326 MPa, elevado modulo de elasticidade (E=120GPa), mas por ser muito frágil apresenta

baixa tenacidade a fratura, e elevada dureza ( $Hv=750 \pm 20\text{kg/mm}^2$  com cargas de 100gf), na temperatura ambiente este intermetálico tem alta fragilidade (RIOS, 2000).

Figura 2.3: Diagrama de fases binário da liga Al-Nb

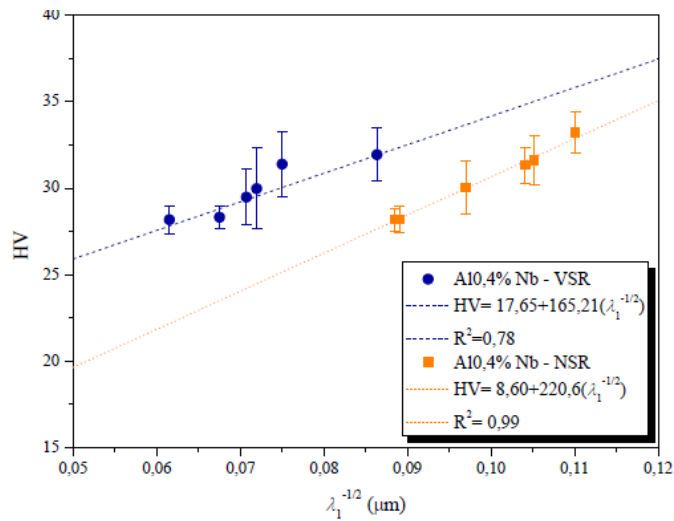


Fonte: Coutinho, 2018 e Rios, 2000.

Em trabalhos recentes (COUTINHO, 2018, 2019) a liga Al-0,4%Nb foi solidificada direcionalmente para cima, sob condições transitórias de extração de calor, a microestrutura caracterizada foi a dendrítica em todo comprimento do lingó. A microdureza diminui com o aumento dos espaçamentos dendríticos primários  $\lambda_1$  para maiores taxas de resfriamento, conforme pode ser observado na Figuras 2.4 e 2.5. A Temperatura liquidus da liga foi caracterizada por meio das curvas de resfriamento e indicaram uma temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) de 651,7°C, como mostrado na Figura 2.5a. Jesus (2018) realizou análise por DSC durante o aquecimento (0 a 1100°C) e observou  $T_L \cong 662$  a 665°C para pós da liga Al-1,2%Nb.

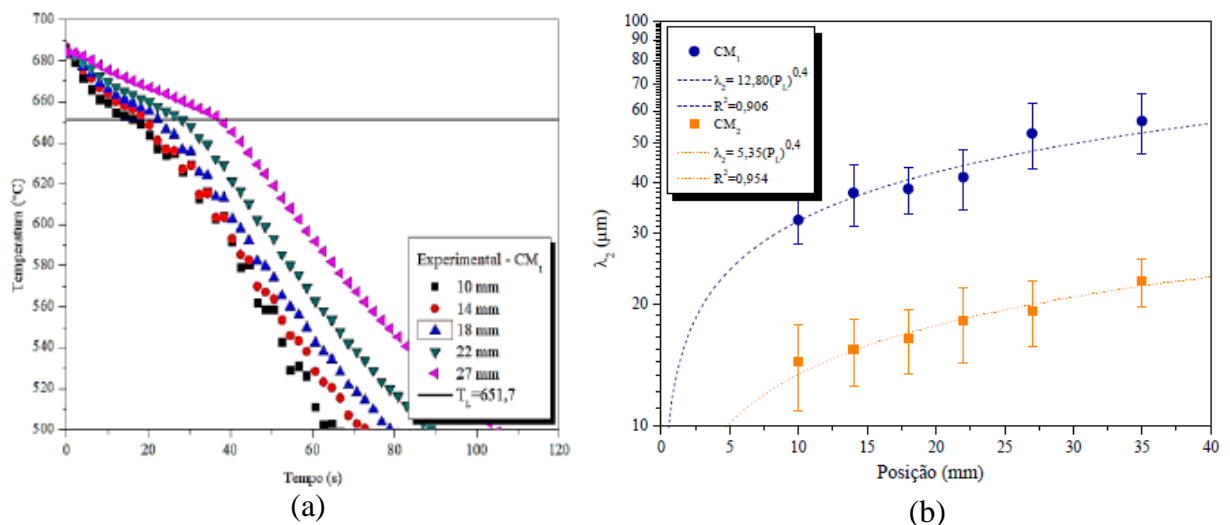


Figura 2.4: Evolução dos valores da microdureza em função do espaçamento dendrítico  $\lambda_1$ .



Fonte: Coutinho, 2018.

Figura 2.5: (a) curva de resfriamento liga Al4%Nb; (b) Variação de  $\lambda_2 \times$  posição (P) nas duas condições de moldes diferentes (CM1 e CM2).



Fonte: Coutinho, 2018.

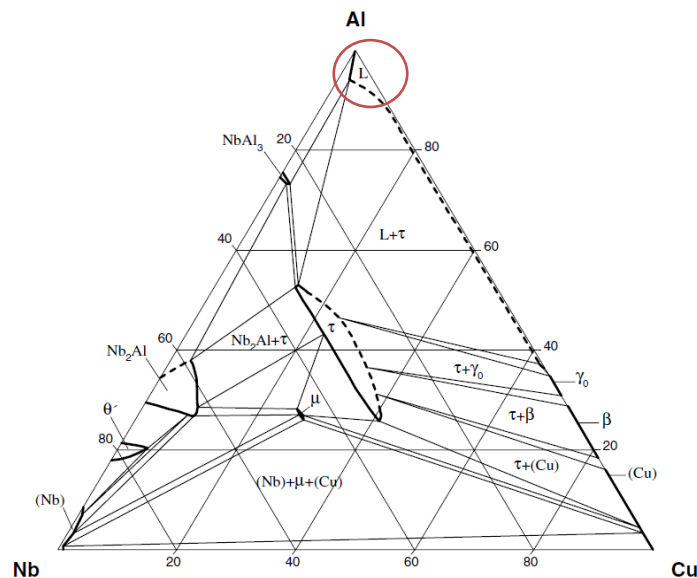
Em ligas ternárias de Al-Nb-B ocorre um fenômeno conhecido como segregação inversa, no qual o líquido rico em soluto é solidificado em direção a interface livre da base do braço dendrítico. Isso gera altas concentrações de soluto nas regiões mais externas. O nióbio é um dos elementos com a restrição de maior fator de crescimento, que desempenha um papel de refinador de alumínio por meio de nucleação heterogênea (NASCIMENTO, 2016; NOWAK, 2015).

#### 2.4. Sistema de liga Al-Cu-Nb

Devido as peculiares características do elemento nióbio, este elemento tem ganhado destaque para adição do terceiro elemento quando se fala de ligas duralumínio. Mesmo em pequenas quantidades e em combinação com o cobre, este elemento é capaz de trazer grandes alterações nas propriedades de ligas Al, tal como, aumento da microdureza do material e aumento do refinamento dos braços dendríticos primeiros e secundários (SOUSA, 2019). No entanto, são escassos estudos com teores de Cu na faixa de duralumínios (3 a 4,5%) tratadas termicamente.

A Figura 2.6 mostra um diagrama de equilíbrio de fases ternário para a liga Al-Cu-Nb para isoterma de 1000°C em composição atômica, onde observa-se que para a composição da liga estudada neste trabalho, representada pelo círculo sobre a região de composições de Cu e Nb de estudo neste trabalho, a liga encontra-se totalmente líquida, deduzindo-se, portanto, que teoricamente a liga investigada (Al-3%Cu-0,5%Nb) se encontram em estado líquido (FETIZER, 2015), o que viabiliza o experimento de solidificação.

Figura 2.6- Diagrama de fases ternário destacando o ponto de composição Al3%Cu0,5%Nb.

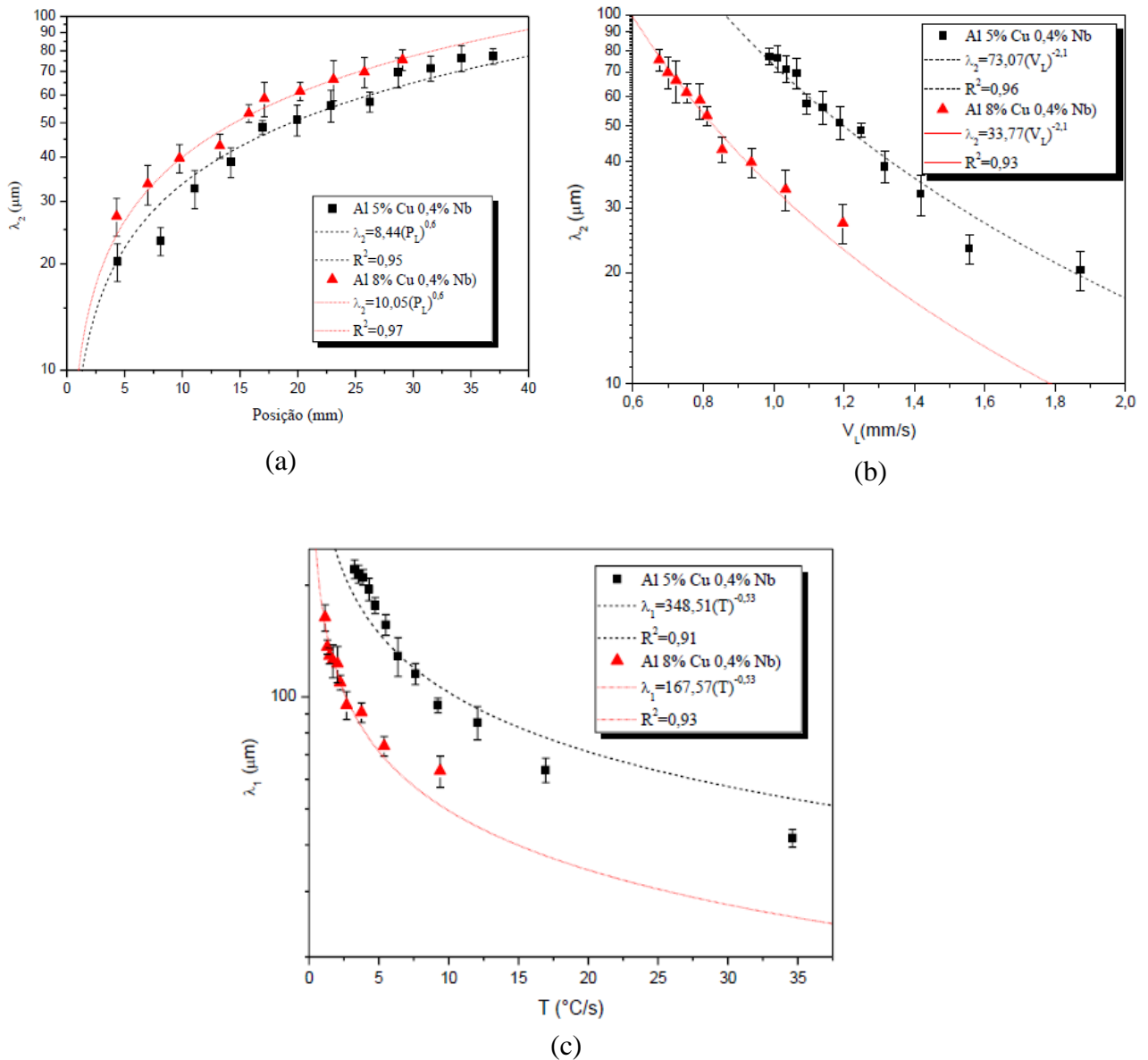


Fonte: Adaptado de Fetizer, 2005.

Em trabalhos publicados recentemente foram estudadas as ligas compostas por Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb em um sistema de solidificação unidirecional ascendente, e observou-se uma microestrutura predominantemente constituída de redes dendrítica apresentando um maior refinamento nas posições próximas à base refrigerada, ou seja, para

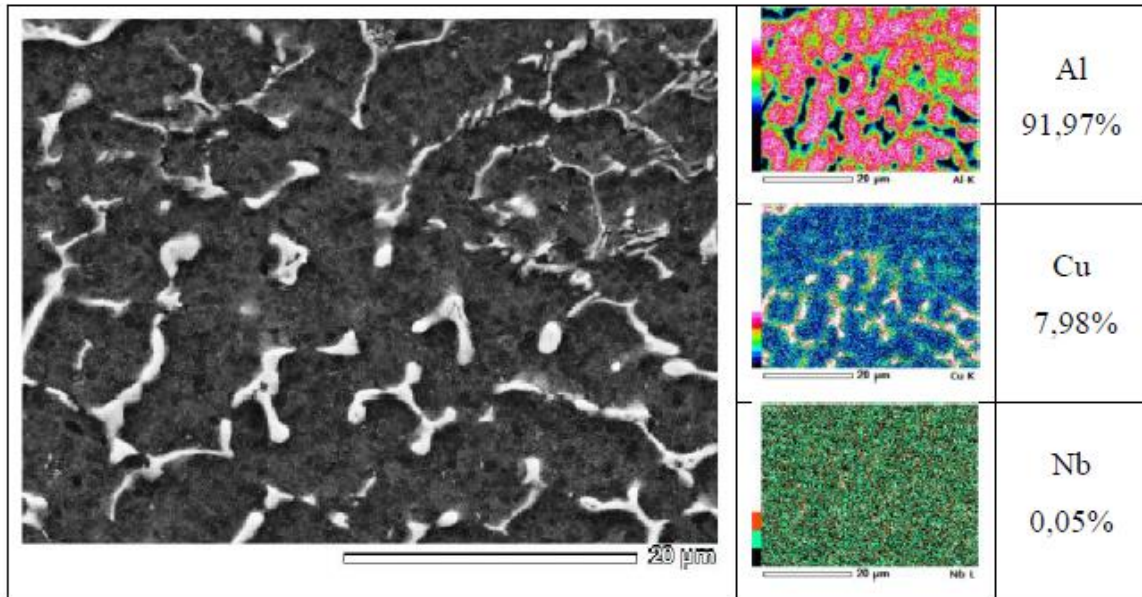
maiores valores de  $V_L$  e  $T_R$ , como pode ser observado na Figura 2.7 (SOUSA (2019)). Através de microanálises por MEV/EDS identificou-se que o elemento nióbio encontra-se completamente dissolvido na matriz rica em alumínio ao longo de toda a microestrutura, como mostrado na Figura 2.8 (SOUSA, 2019).

Figura 2.7 - Espaçamento dendrítico secundário e primário variando com a posição e variáveis de solidificação de ligas AlCuNb (a)  $\lambda_2 \times P$ ; (b)  $\lambda_2 \times V_L$ ; (c)  $\lambda_1 \times T_R$



Fonte: Sousa, 2019.

Figura 2.8: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb na posição 4,38 mm, aumento 2500X, percentual em massa.



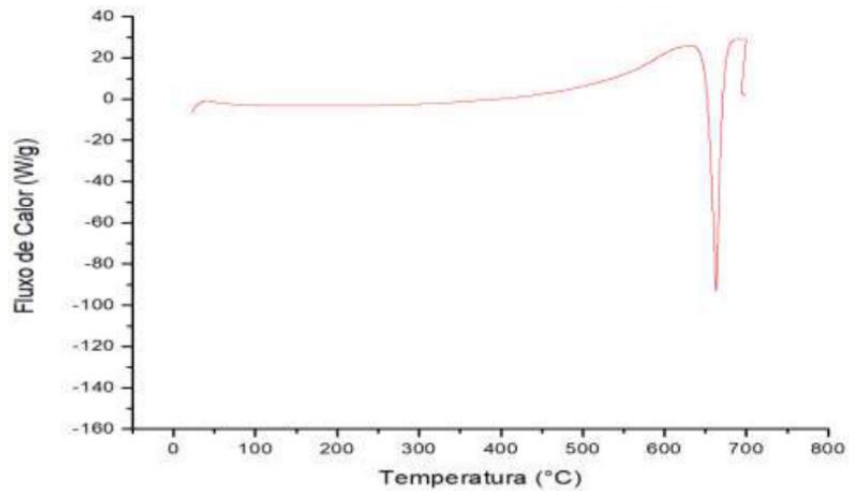
Fonte: Sousa, 2019.

## 2.5. Curva de análise DSC

Análises através da técnica *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) são comumente utilizadas quando necessita-se investigar com mais precisão as características de temperatura *liquidus* de uma determinada liga. É uma técnica que mede as alterações de energia ao se solidificar a liga em condições controladas ao longo da variação de temperatura e tempo. A curva é baseada em fenômenos endotérmicos e exotérmico e alterações físico-químicos que ocorre no processo de aquecimento comparados a um material de referência. (WANG et al, 2013).

A Figura 2.9 apresenta resultados de análise DSC realizada para investigar a temperatura de fusão de uma liga Al1,2%Nb, no qual, segundo trabalho desenvolvido por Jesus (2018) a temperatura de fusão para a composição estuda chegou em torno de 662°C, apresentando por tanto baixa temperatura de fusão.

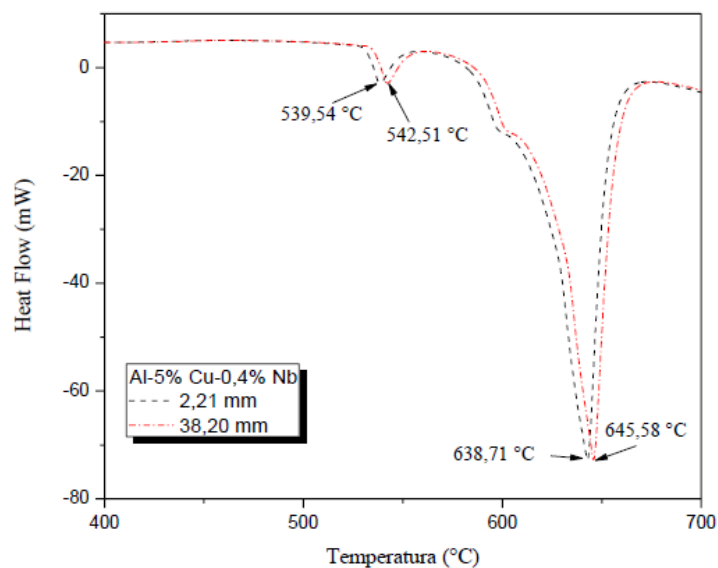
Figura 2.9 - Perfil de DSC da liga Al1,2%Nb apresentando o pico de transformação de fases.



Fonte: Jesus, 2018.

Em análises realizadas através de *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) investigado por Sousa (2019) para a liga de composição Al-5%Cu-0,4%Nb, evidenciou-se a ocorrência de picos de transformação para a formação da fase sólida de em torno de 645°C e de transformação eutética em aproximadamente 540 °C, que segundo o autor é relacionado à formação da mistura eutética ( $\alpha+\theta$ ), conforme mostrado na Figura 2.1.

Figura 2.10 - Perfil de DSC da liga Al-5%Cu-0,4%Nb apresentando a diferença dos picos de transformação eutética e picos de fusão.



Fonte: Sousa, 2019.

## 2.6. Solidificação direcional

A solidificação pode ser definida como o processo de transformação de fase líquida para sólida, durante a transformação de fase ocorre o fenômeno de liberação de calor latente, no qual a temperatura de transformação permanece constante. O processo de transformação de fase líquida para sólida, se inicia quando os primeiros embriões começam a se formar. Devido condições termodinâmicas favoráveis de nucleação, ou seja, quando o raio do embrião é maior que o raio crítico, se começa o processo de solidificação (GARCIA, 2007, MARLO 2020).

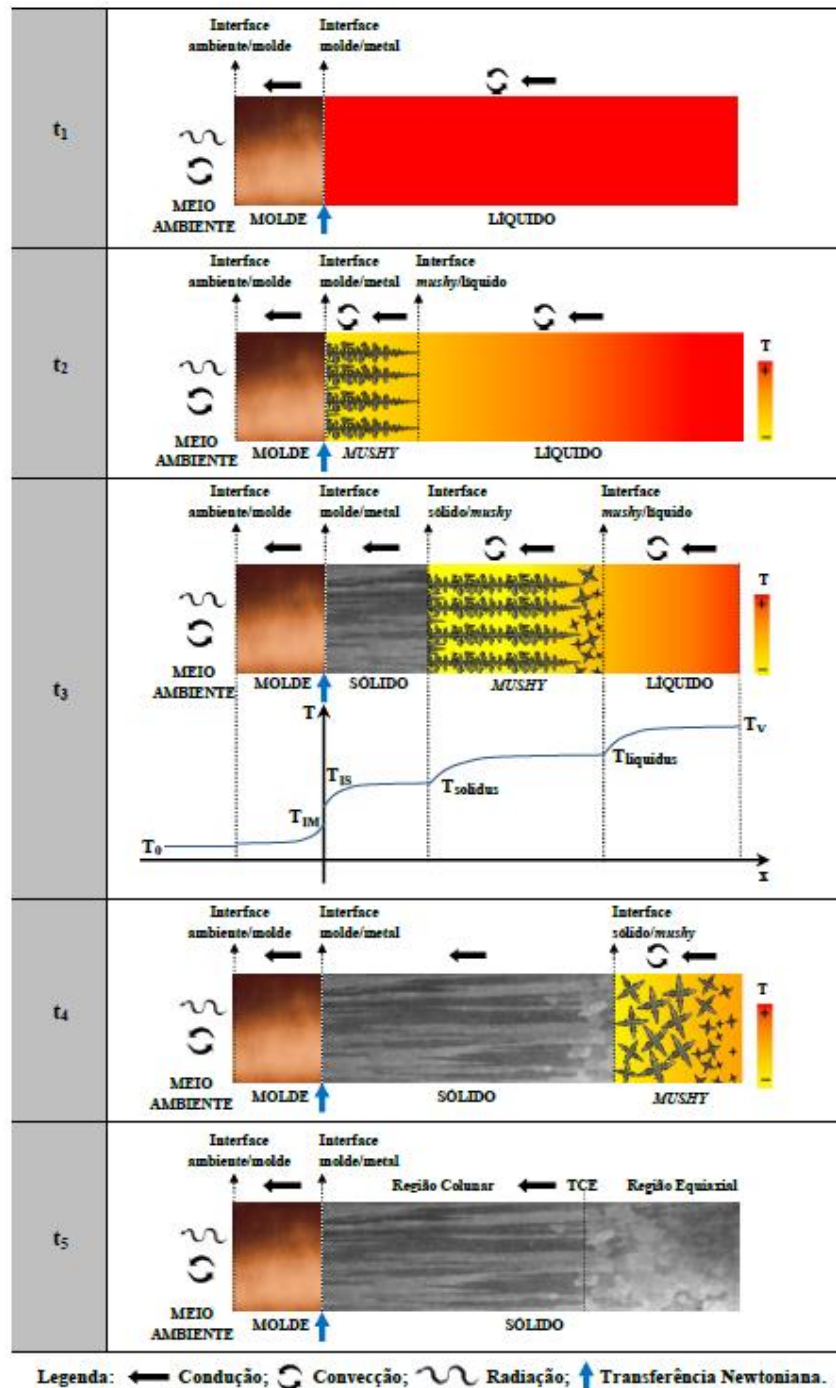
Os efeitos dos parâmetros térmicos de solidificação podem ser investigados experimentalmente em função da direção na qual o fluxo de calor é extraído e do sentido de avanço da frente de solidificação. Trabalhos avaliam a influência de fatores, como a convecção natural devidos fatores térmicos e composicionais, e fatores como velocidades e taxas de resfriamento na formação e nos parâmetros quantificadores das estruturas de solidificação, Essas investigações têm permitido a obtenção de muitas informações relevantes sobre a evolução da cinética do processo de solidificação e sobre a redistribuição de soluto (macrosegregação e microsegregação) de ligas multicomponentes (MOUTINHO, 2012, AZEVEDO; COSTA, 2020).

A técnica da solidificação direcional tem sido bastante aplicada no estudo experimental dos fenômenos envolvidos na transformação líquido/sólido objetivando a caracterização de aspectos relacionados à macroestrutura, à microestrutura e à análise da segregação de soluto nos materiais obtidos, uma vez que é possível de controlar e obter variáveis de solidificação mais precisas, e desta forma realizar análises de caracterização do material em função destas variações da cinética de solidificação. Durante o processo de solidificação ocorre diversas formas de transferência de calor, tais como condução térmica no metal e no molde, transferência newtoniana na interface metal/molde, convecção no metal líquido e na interface molde/ambiente e radiação térmica do molde para o meio ambiente, Figura 2.11 (MARLO, 2020; BARROS, 2018).

Dependendo da direção assumida (vertical ascendente, vertical descendente ou horizontal), o vetor gravidade influenciará de diferentes formas a direção de crescimento do sólido formado, pois os efeitos impostos, por exemplo, pela segregação de soluto, convecção térmica, convecção solutal e coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde serão muito diferentes ao longo da solidificação, ou seja, o mecanismo do crescimento de dendritas colunares, os seus respectivos espaçamentos dendríticos (primários, secundários e terciários) bem como o processo do surgimento de dendritas equiaxiais serão, certamente,

bastante diferentes para uma mesma liga solidificada em cada um dos casos em função das diferentes condições assumidas (BARROS, 2018).

Figura 2.11: Representação dos modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde durante a solidificação.



Fonte: Barros, 2018.

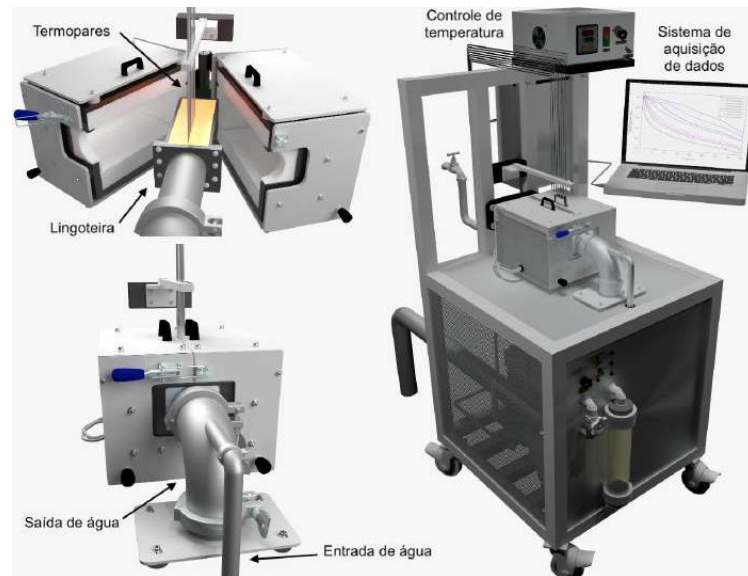
## 2.7. Dispositivo de solidificação horizontal

Em dispositivos de solidificação horizontais um dos principais fatores que influenciam o comportamento da solidificação direcional é a ação da gravidade. O fenômeno gravitacional ocorre no sentido perpendicular a extração de calor, e o efeito convectivo que costuma causar uma inclinação na morfologia da estrutura, sendo importantes características dessa configuração o gradiente de concentração de soluto e a densidade na direção vertical, isto ocorre porque o líquido enriquecido de soluto geralmente decanta à medida que os cristais livres de solvente emergem devido a força de flutuabilidade. É importante ressaltar, que é impossível garantir as mesmas variáveis térmicas de solidificação ao longo de diferentes seções horizontais da base ao topo do lingote, já que instabilidades térmicas e diferenças de densidade no líquido irão induzir correntes convectivas que serão diferentes ao longo dessas seções (BARBOSA, 2019; AZEVEDO, 2019).

A extração de calor através do dispositivo de solidificação horizontal é realizada a partir de interface de transferência de calor chamada chapa molde, em uma das paredes da lingoteira, sendo as outras paredes isoladas termicamente, acarretando uma extração direcional horizontal através de uma câmara refrigerada a água. Existem duas maneiras de se conduzir este dispositivo: no primeiro modo há o vazamento do metal líquido na lingoteira provocando turbulência, gerando correntes de convecção forçada com intensidades diferentes ao longo do lingote e que levam algum tempo para se dissipar; no segundo modo a liga metálica é fundida no interior da lingoteira, sendo está aquecida até determinada temperatura, o que permite a total fusão do metal dentro do molde, proporcionando maior estabilidade quanto ao movimento convectivo do metal líquido. Na Figura 2.12 está apresentada a forma esquemática deste dispositivo, onde é acoplado os termopares, responsáveis por captar as variações de temperatura ao longo do resfriamento da liga, o controlador de temperatura e o mecanismo de extração de calor (BARBOSA, 2019; MOUTINHO, 2012; GÜNDÜZ; ÇADIRLI, 2002; BARROS, 2018).



Figura 2.12: Dispositivo de extração de calor horizontal refrigerado a água.



Fonte: Barbosa, 2019

## 2.8. Variáveis térmicas de solidificação

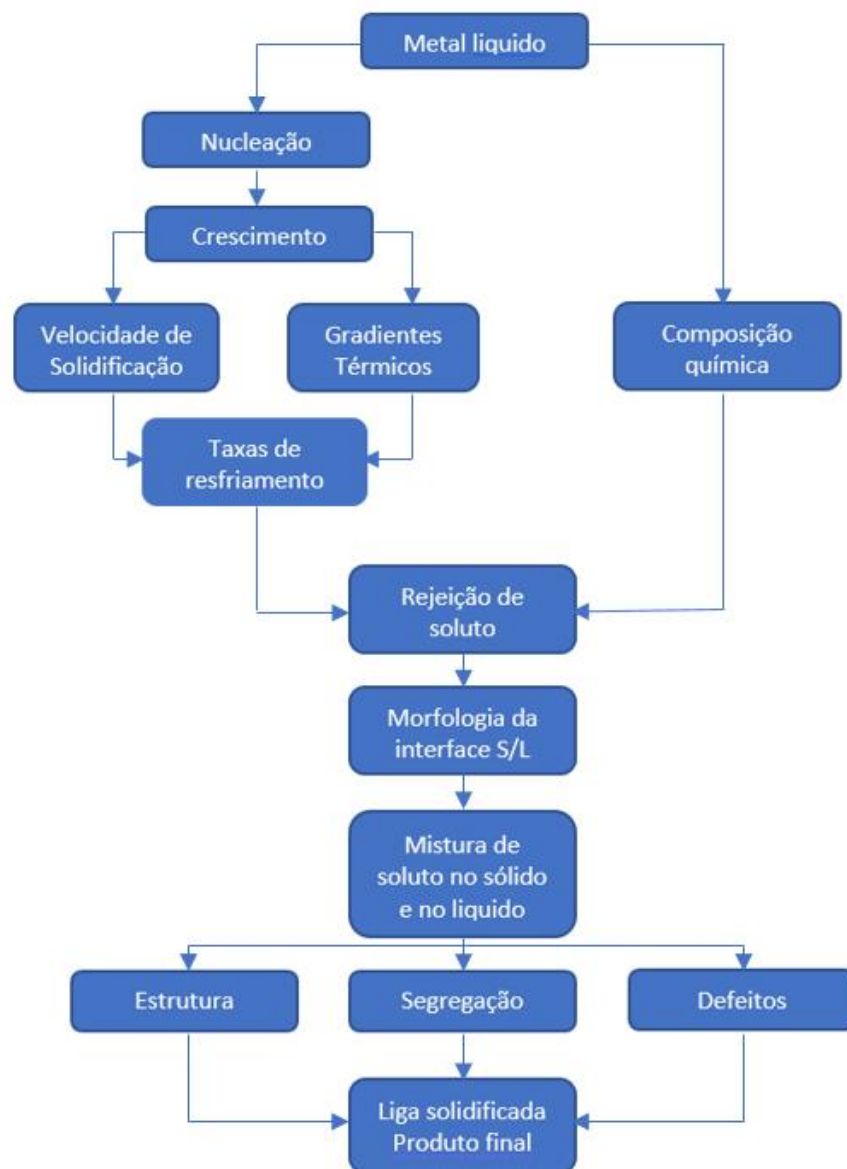
Por ter influência significativa na microestrutura bruta de solidificação, ou seja, tamanho de grão, espaçamentos dendríticos ou celulares, espaçamentos lamelares ou fibrosos, composição química, da porosidade, e da forma e distribuição de inclusões, o processo de solidificação, determina as propriedades mecânicas do produto. A temperatura de vazamento e as correntes convectivas surgem como as primeiras variáveis de influência durante o preenchimento do molde. No processo de extração de calor, o molde é o principal meio de garantia da transformação líquido/sólido bem como, de sua capacidade de absorção, pois esta tem influência na velocidade e nas taxas de resfriamento (GARCIA, 2007; LIMA, 2018).

A descrição do processo de solidificação de materiais, que envolve análises de transferências de calor e massa, em conjunto com as técnicas de caracterização de macroestruturas e microestruturas, permite avaliar a influência das variáveis dos processos na qualidade dos produtos gerados e dessa forma a programação prévia da produção. Através do fluxograma da Figura 2.13 se verifica o encadeamento dos fenômenos ocorridos durante a solidificação de um metal. A análise do processo de solidificação compreende, basicamente, a determinação da distribuição de temperaturas no sistema metal/molde e a determinação da cinética envolvida na transformação de estado líquido/sólido (GARCIA, 2007, LIMA, 2018).

Os parâmetros térmicos relacionados com a cinética do processo de solidificação têm fundamental importância para os resultados das propriedades e características de uma liga

metálica fundida, dentre eles pode-se citar, a temperatura de vazamento da liga, gradiente térmico ( $G_L$ ), velocidade de evolução da isoterma de transformação *liquidus* ( $V_L$ ) e *solidus* ( $V_L$ ) e taxas de resfriamento ( $T_R$ ), sendo determinantes para a formação da morfologia predominante apresentadas pelas estruturas brutas de solidificação, em escalas macro e microestruturais. As propriedades mecânicas, químicas e de superfície, como a dureza da liga, têm forte relação com a composição química da liga e com os parâmetros de processo, tais como os térmicos e microestrutural do material resultante (BARBOSA, 2019, MOUTINHO, 2012; COSTA et al, 2015).

Figura 2.13: Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal.



Fonte: Adaptado de Garcia, 2007.

## 2.9. Estrutura de solidificação

É incontestável a interrelação que existe entre o processamento, estrutura, propriedades e desempenho de materiais. No que se refere às estruturas dos materiais elas são estudadas em várias escalas de observação que contemplam desde as estruturas atômica e cristalina até a microestrutura e macroestrutura. No caso de ligas metálicas, as mais manipuladas nas indústrias de transformação mecânica são aquelas observadas em escalas macroestrutural e microestrutural, isto é, grandezas em micrometros e milímetros (COSTA, 2020).

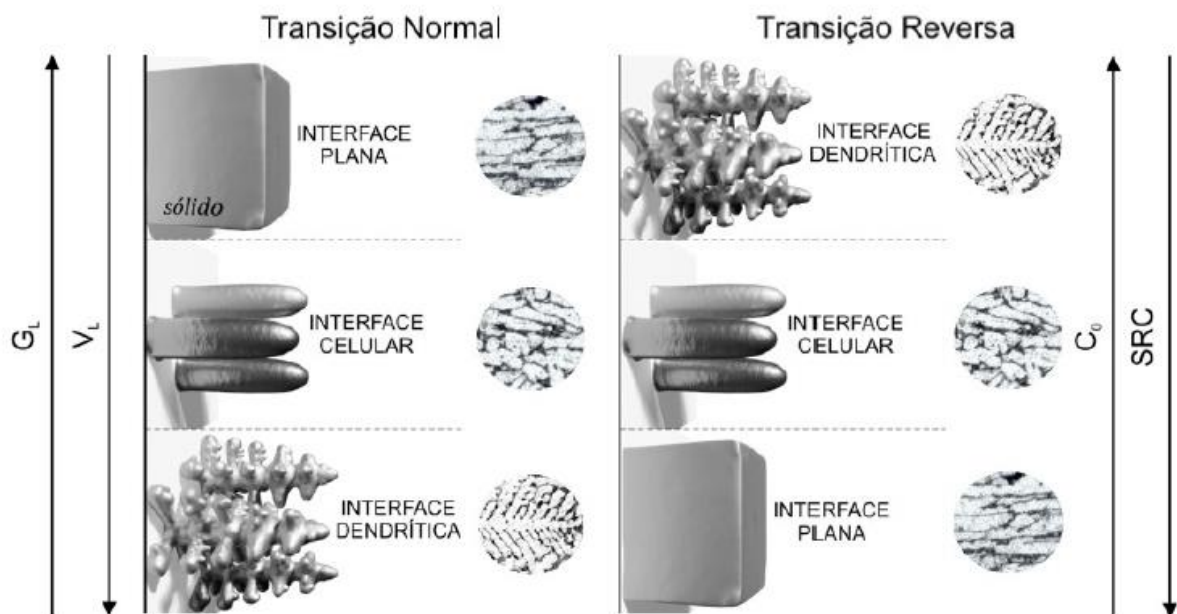
A macroestrutura de um metal resultante do processo de solidificação, por exemplo, é caracterizada por ser a estrutura que pode ser vista a olho nu, ou seja, sem auxílio de instrumentos e pode ser quantificada pelos seus grãos cristalinos, cujos parâmetros tais como dimensão, orientação, forma e distribuição, afetam diretamente as suas propriedades mecânicas e, portanto, precisam ser criteriosamente controlados por meio dos parâmetros operacionais da solidificação, tais como temperatura de vazamento, coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde, composição de soluto, velocidade de solidificação e taxa de resfriamento. Em geral, nos materiais policristalinos é possível identificar três zonas macroestruturais distintas, denominadas coquilhada, colunar e equiaxial (COSTA, 2020).

As microestruturas resultantes após o processo de solidificação, estão relacionadas com a forma da interface entre o sólido e o líquido (S/L). Em condições ideais essa interface deveria permanecer plana, porém alterações nos parâmetros constitucionais e térmicos do sistema metal/molde que ocorrem durante a solidificação provocam a instabilidade dessa interface, dando origem às microestruturas. A instabilidade da frente de solidificação resultante dos fenômenos termodinâmicos do processo causa rejeição de soluto ou solvente à frente da interface sólido-líquido (MOUTINHO, 2012; BARBOSA, 2019). Dessa maneira, o soluto ou o solvente rejeitado provoca uma distribuição não uniforme da concentração do metal líquido segregado nessa interface, o que provoca uma distribuição não uniforme da concentração do líquido à frente da interface, provocando sua instabilidade. A rejeição do soluto ou do solvente ocorrido à frente da fronteira sólido/líquido dá origem a um fenômeno que favorece a nucleação, conhecido na literatura como super-resfriamento constitucional (SRC). O tipo de instabilidade que ocorre na frente de solidificação depende do valor do SRC, essas instabilidades, por ordem crescente do SRC, são denominadas: planar, celular e dendrítica.

A Figura 2.14 apresenta, de forma esquemática, a influência dos fatores: concentração de soluto ( $C_0$ ), velocidade de deslocamento da isoterma liquidus (VL), e o gradiente térmico (GL), para a instabilidade da interface S/L e, conseqüentemente, para a formação das

microestruturas. A continuidade do aumento do grau de super-resfriamento constitucional induz instabilidades de maior ordem com surgimento de braços secundários que caracterizam as redes dendríticas. As distâncias entre centros de células e de ramificações ou braços dendríticos são definidas como espaçamentos intercelulares e interdendríticos, que são muito utilizados para caracterizar quantitativamente a microestrutura formada (MOUTINHO, 2012; COSTA, 2020; LIMA, 2018, GARCIA, 2007).

Figura 2.14: Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal.



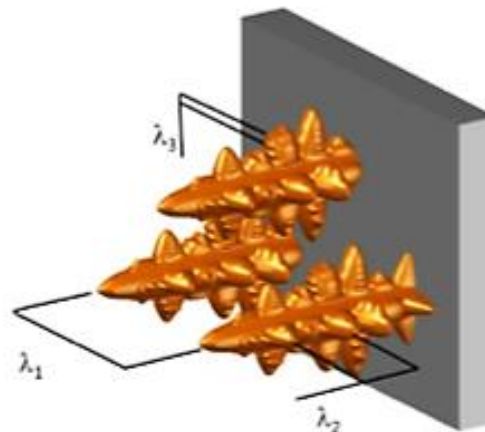
Fonte: Barbosa, 2019.

## 2.10. Espaçamentos dendríticos

A morfologia dendrítica é o tipo de microestrutura mais encontrada em produtos fundidos obtidos na maioria das condições em que o processo de solidificação ocorre. No caso de peças que apresentam estruturas dendríticas, um modo conveniente e muito utilizado para caracterizar quantitativamente a microestrutura formada consiste na medida de um parâmetro conhecido como espaçamento interdendrítico, ou seja, os espaçamentos entre os braços dendríticos primários ( $\lambda_1$ ), secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ ), como mostrados na Figura 2.15 (GARCIA, 2007). A medida desses espaçamentos é muito utilizada para correlacionar os efeitos das condições de solidificação, ou seja, as variáveis térmicas de solidificação, sobre a microestrutura formada, como visto na Figura 2.16, que mostra o desenvolvimento dos braços dendríticos secundários ao longo de um lingote bruto de solidificação, solidificado horizontalmente. Para melhor entendimento das medições dos

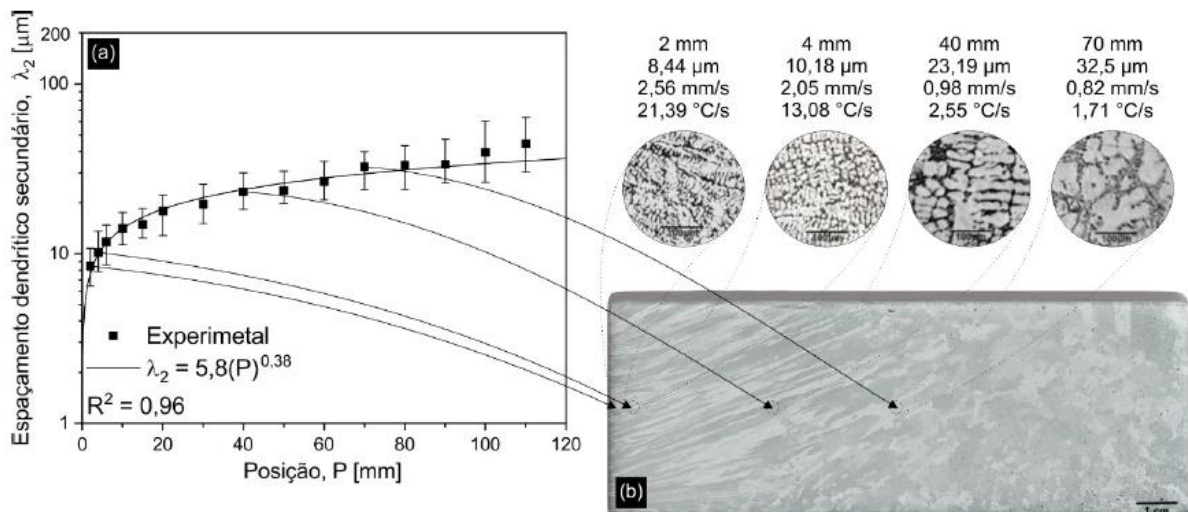
espaçamentos interdendríticos, na Figura 2.15 são indicadas esquematicamente possíveis de medições de  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$  e  $\lambda_3$  realizados em estruturas com morfologia dendrítica, bem como duas micrografias com representações de técnicas para obtenção das medidas destes parâmetros microestruturais (GARCIA 2007; BARROS, 2019; AZEVEDO, 2019).

Figura 2.15: Representação esquemática dos braços dendríticos.



Fonte: Barros, 2018.

Figura 2.16: Variação do espaçamento dendrítico secundário em função da posição.



Fonte: Azevedo, 2019

### 2.11. Tratamento térmico em ligas de Alumínio

Tratamento térmico é o processo que tem como objetivo de modificar algumas das propriedades físicas, mecânicas, microestruturais (metalúrgicas) e tensão residual de ligas em geral, através de aquecimento e resfriamento do metal sob condições controladas de temperatura, tempo e atmosfera. Em ligas de alumínio esta operação visa aumentar a resistência

mecânica e a dureza do material (BARROS, 2019; BARBOSA, 2019; MAGNO, 2018; SOUZA, 2019).

A *Aluminum Association* designa a nomenclatura para os diferentes tipos de tratamento térmico através de letras e números, podendo ser de 1 a 10. A letra T aplica-se aos produtos que sofreram algum tipo de tratamento térmico e o numeral representa as operações de tratamento térmico (e possivelmente mecânico). Os números de 1 a 10 indicam seqüências de tratamentos específicas, como segue (BARROS, 2018):

**T1:** resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação e envelhecido naturalmente.

**T2:** resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação, trabalhado a frio e envelhecido naturalmente.

**T3:** solubilizado, trabalhado a frio, e então envelhecido naturalmente.

**T4:** solubilizado e envelhecido naturalmente.

**T5:** resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação e envelhecido naturalmente.

**T6:** solubilizado e envelhecido artificialmente.

**T7:** solubilizado e estabilizado.

**T8:** solubilizado, trabalhado a frio, e então envelhecido artificialmente.

**T9:** solubilizado, envelhecido artificialmente e trabalhado a frio.

**T10:** resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação, trabalhado a frio e então envelhecido artificialmente.

Dentre os tratamentos térmicos aplicados em ligas de alumínio, destaca-se o tratamento térmico T6 também conhecido como endurecimento por precipitação, o qual consiste em três etapas: tratamento térmico de solubilização; têmpera com resfriamento rápido, geralmente até à temperatura ambiente; e endurecimento por envelhecimento, podendo ser envelhecimento natural ou artificial. Para que uma liga possa ser endurecida através do mecanismo de solubilização, um ou mais dos elementos constituintes da liga devem apresentar diminuição da solubilidade no sólido com a diminuição da temperatura (BARBOSA, 2019; MAGNO, 2018).

O processo de solubilização é o primeiro passo do tratamento térmico T6, ele tem a finalidade de aumentar o teor de soluto dentro na matriz rica em alumínio até o limite máximo de solubilização. Esse processo é realizado através do aquecimento da liga até a temperatura de

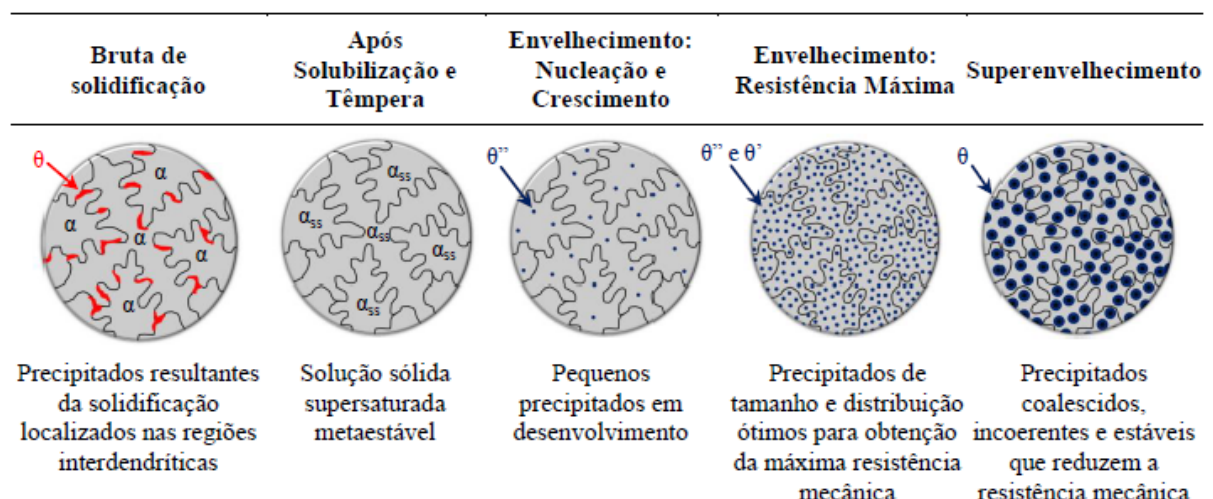
difusão do eutético na matriz, homogeneizando, portanto, o composto intermetálico por toda a matriz rica em alumínio.

Assim, a solubilização é um tratamento térmico preliminar, que visa solubilizar totalmente as fases microscópicas, simples ou intermediárias presentes numa liga, pelo aquecimento no campo monofásico inerente, seguido de um resfriamento rápido, mantendo-se, assim, o estado monofásico à temperatura ambiente, tornando a liga mais resistente como mostra o esquema da Figura 2.17 (MAGNO, 2018; BARBOSA, 2019; BARROS, 2019; COSTA et al, 2016)

O processo sequencial a solubilização é a tempera que consiste no rápido resfriamento da amostra com o objetivo de manter a solução sólida formada durante o processo de solubilização, não permitindo assim a ocorrência de qualquer transformação de modo a reter a solução sólida supersaturada à temperatura ambiente. No tratamento térmico T6 a água é o meio mais utilizado para realização da têmpera, normalmente a 60°C (BARROS, 2019; BARBOSA, 2019; MAGNO, 2018; SOUZA, 2019; COSTA et al, 2016).

A etapa final deste tratamento térmico consiste em realizar o envelhecimento artificial que consiste na precipitação controlada do soluto para formar precipitados finamente dispersos na matriz de  $\alpha$ -Al. Uma série de precipitações são observadas neste processo, iniciando com a formação de agregados de átomos de cobre, designados de zonas de precipitação ou zonas Guinier-Preston (GP), que devido à sua instabilidade se decompõem rapidamente em fases metastáveis ( $\theta''$ ,  $\theta'$ ) e terminando com a formação da fase estável  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu (MAGNO, 2018; (BARROS, 2019; BARBOSA, 2019; SOUZA, 2019, COSTA et al, 2016).

Figura 2.17: Processo tratamento térmico T6 em uma liga Al-Cu.



Fonte: Barros (2018).

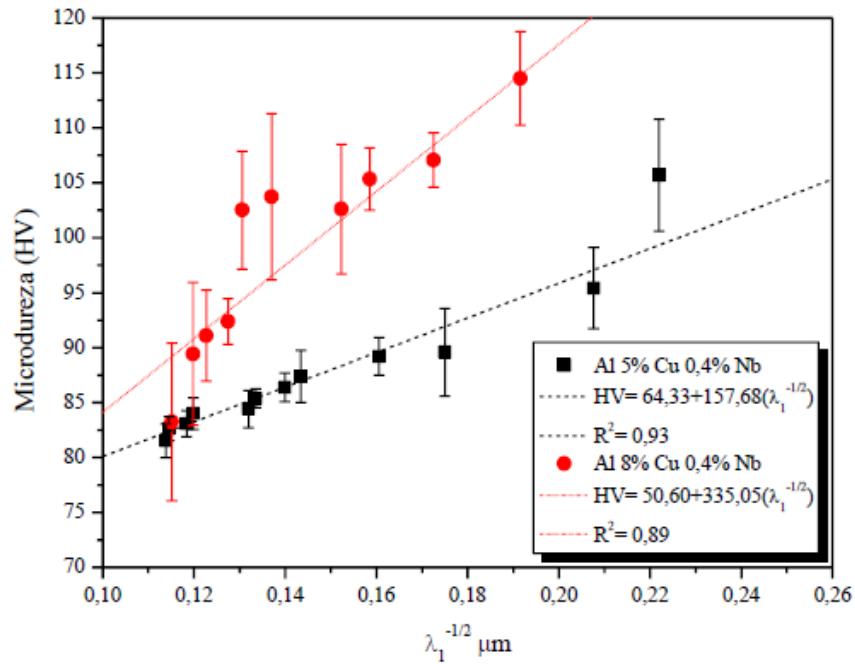
## 2.12. Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza é uma técnica amplamente utilizada para caracterização mecânica dos materiais. A dureza de um material é uma propriedade mecânica que tem um significado amplo. Dependendo da experiência de quem a interpreta, ela indica uma resistência à deformação, sendo que para os metais é uma medida da resistência à deformação plástica (ou deformação permanente). Na engenharia, quando se trata de ensaios mecânicos de materiais a dureza significa a resistência à penetração de um material duro (o penetrador) em outro (o material que se deseja medir a dureza), quando se trata de projeto ela representa uma quantidade específica facilmente mensurável que fornece alguma informação sobre resistência mecânica de um metal para uma dada condição metalúrgica (recozido, normalizado etc.). A definição da ASTM E6 - 02 (“Standard Terminology Relating to Methods of Mechanical Testing”) define dureza como a resistência de um material à deformação (principalmente permanente), impressão ou risco (FERREIRA et al, 2003, MAGNO, 2018).

O método de microdureza Vickers baseia-se na resistência que o material oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre faces de  $136^\circ$ , sob uma determinada carga na faixa de 1 a 1000 gf (ASTM E 384) durante um intervalo de tempo previamente definido que normalmente varia entre 10 e 15 segundos. Na Figura 2.18 é esquematicamente representado o penetrador (ou indentador) bem como a área superficial de endentação de uma amostra indicando as diagonais de medição (MAGNO, 2018)

Esse método de caracterização de ligas metálicas é muito utilizado para correlacionar os espaçamentos dendríticos com a microdureza, muitas vezes medidas entre os braços dendríticos, ou seja, na região interdendrítica, e medidos na matriz solidificado, ou seja, em cima dos braços dendríticos, antes e após tratamento térmico. A relação de dependência entre a microdureza vickers e os espaçamentos dendríticos pode ser apresentada através da equação de Hall-Petch. Desta forma a Figura 2.18 mostra os valores obtidos da microdureza em função do espaçamento dendrítico primário para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al8%Cu-0,4%Nb, onde observa-se um decréscimo na dureza de ambas as ligas conforme os espaçamentos aumentam, com variação superior a 20% que pode ser associada ao mecanismo de segregação inversa existente, o mesmo comportamento foi observado para ligas Al-Nb, e conferem com os dados encontrados na literatura para outros sistemas a base de Al (COUTINHO, 2018; COUTINHO 2019).





Fonte: Coutinho, 2019.

### 2.13. Modelo teórico de crescimento dendrítico secundário para regime transitório de extração de calor ( $\lambda_2$ )

Os modelos matemáticos teóricos em regime transiente estimam o crescimento dos espaçamentos dendritos secundários ( $\lambda_2$ ), correlacionando-os com a velocidade de solidificação, e tempo local de solidificação na medida que essas variáveis se alteram ao longo da solidificação a partir da base refrigerada, esses espaçamentos diminuem com o aumento da taxa de resfriamento ( $T_R$ ) e velocidade de solidificação ( $V_L$ ) e aumentam com o tempo local de solidificação ( $t_{SL}$ ). Especificamente o modelo proposto Bouchard e Kirkaldy (BK) (1997) estimam valores de ( $\lambda_2$ ) para ligas binárias em função de uma única variável, a velocidade de crescimento da ponta da dendrita ( $V_L$ ), isto é,  $\lambda_2 = f(V_L)$ , ele não considera o fenômeno do engrossamento do braço secundário assim como independe do gradiente térmico (BOUCHARD e KIRKALDY,1997). A expressão abaixo sugere, por meio deste trabalho, uma aplicação particular do modelo de BK.

$$\lambda_2 = 2a_2\pi \left[ \frac{4\Gamma/T_m}{c_0[(1-k_0)/D_L]^2} \right]^{\frac{1}{3}} (V_L)^{-2/3} \quad \text{eq. 2.1}$$

onde  $a_2$  é o fator de calibração, e  $T_m$  é a temperatura de fusão do solvente, mas assumido neste trabalho como  $T_L$  da liga investigada, assim como  $\Gamma$  é o coeficiente de Gibbs Thomson, e foram incorporados a esta equação através da expressão conceitual  $(\frac{\sigma_{SL}}{L_f} Tm)$  e  $V_L$  é a taxa de crescimento.  $\sigma_{SL}$  é a tensão superficial sólido-líquido e  $L_f$  é o calor latente de fusão. Vale ressaltar que o fator  $a_2$  corrige as incertezas das hipóteses simplificadoras, pois, como reportado, este modelo não leva em consideração o fenômeno de engrossamento das ramificações secundárias, e a difusão no sólido é considerada nula.

## CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS

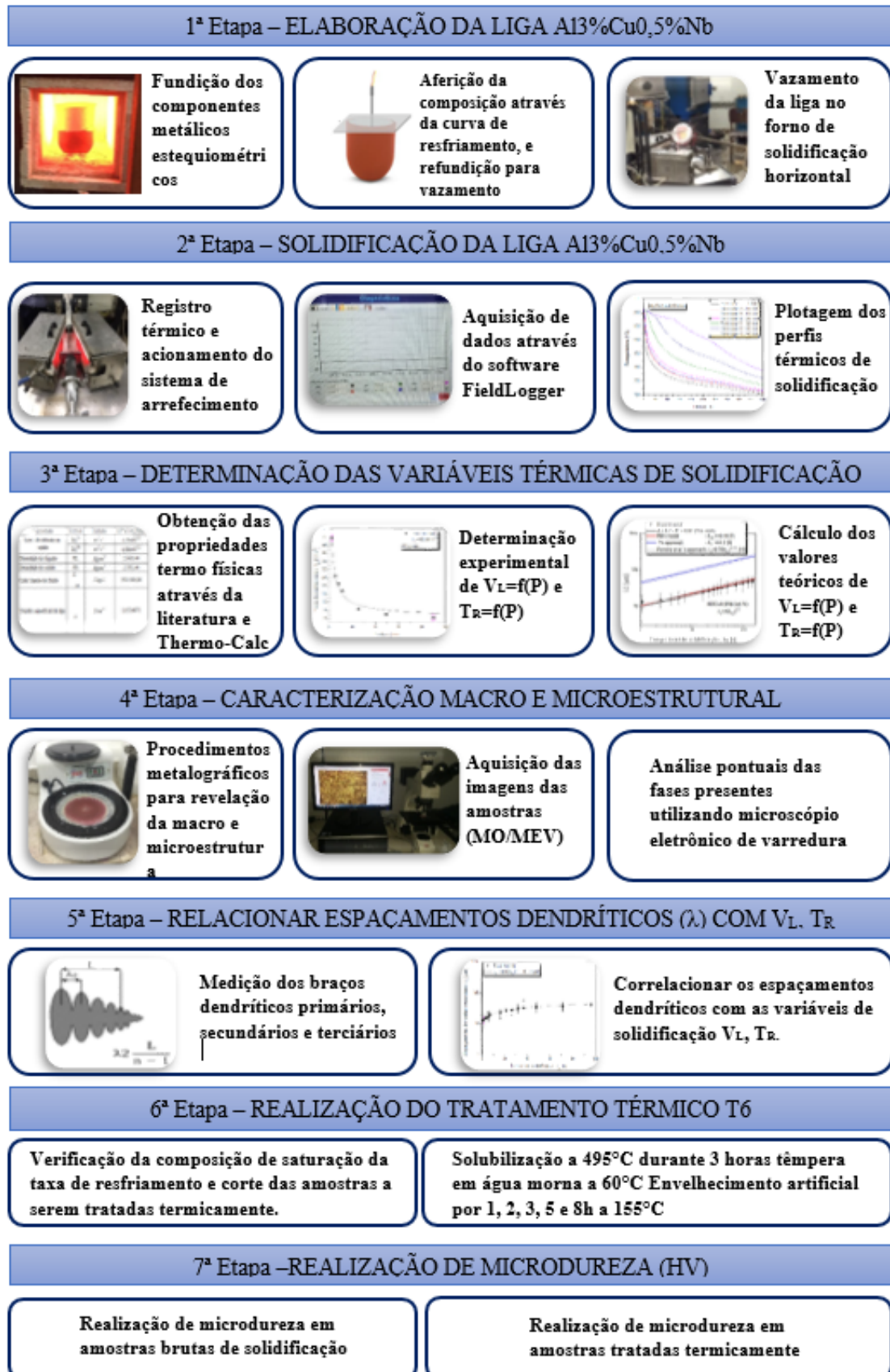
### 3.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Este capítulo apresenta os principais métodos utilizados para a elaboração da liga Al-3%Cu-0,5%Nb estudada neste trabalho, bem como, as principais ferramentas utilizadas para preparar as matérias primas utilizadas na confecção desta liga metálica. Mostra-se também os principais equipamentos usados nos experimentos e ensaios, que tornaram possíveis a obtenção dos dados necessários para se chegar aos resultados e conclusões deste estudo.

Os procedimentos experimentais deste trabalho seguiram a ordem metodológica proposta e descrita abaixo, e o fluxograma apresentado na Figura 3.1, ilustra as etapas realizadas e as correspondentes atividades executadas

- (1) Elaboração da liga Al-3%Cu-0,5%Nb.
- (2) Solidificação horizontal da liga investigada;
- (3) Determinação das variáveis térmicas de solidificação ( $V_L$  e  $T_R$ )
- (4) Caracterização do lingote resultante, em escalas macroestrutural e microestrutural;
- (5) Quantificação dos espaçamentos dendríticos em amostras selecionadas a partir da interface metal/molde, e correlacionar com  $V_L$ ,  $T_R$ ;
- (6) Realização do tratamento térmico T6, conforme metodologia proposta na literatura e normas técnicas específicas.
- (7) Levantamento os perfis de microdureza (HV) para ambas as amostras bruta de solidificação e tratadas termicamente.

Figura 3.1: Fluxograma das atividades realizadas.



Fonte: Autoria própria.

### 3.2. Materiais

Ao longo dos procedimentos experimentais realizados nos laboratórios do Instituto Federal do Pará, foram necessárias a utilização de diversas ferramentas e equipamentos para a realização da solidificação direcional e posteriormente se analisar a liga originada desta.

### 3.3. Metais utilizados para produção da liga e liga estudada

A liga Al-3%Cu-0.5%Nb foi elaborada a partir do uso dos metais puros, tais como alumínio e cobre, e uma liga diluída Al4%Nb. Quantidades em massa necessária, de cada elemento, foram determinadas através de um cálculo estequiométrico, tendo como base a composição final desejada e os volumes do molde retangular do dispositivo de solidificação horizontal. Um volume adicional foi preparado para realização da análise química. Em seguida, cada um dos elementos fora seccionado, usando uma serra de fita, e os pesos foram checados em uma balança eletrônica analítica com precisão de 0,01g. Uma vez conferidos os pesos, os metais foram conduzidos ao forno para fusão e obtenção da liga. A Tabela 3.1 mostra a composição química dos metais utilizados para realizar o balaço estequiométrico bem como a da liga estudada.

Tabela 3.1: Composição química dos elementos puros e da liga investigada.

Metal	Al	Fe	Ni	Cu	Si	Mg	Pb	Cr	Nb	Ca	Ti
Al	Balanço	0.175	0.0148	0.0242	0.103	0.0011	-	-	-	-	-
Cu	-	-	-	Balanço	0.09	-	-	0.27	-	-	<0.0074
Al-Nb*	Balanço	0.1	-	-	0.1	-	-	-	4.1	-	-
Liga estudada	Balanço	0.15	-	3.83	-	-	-	-	0.42	-	-

\*Composição fornecida pela empresa fornecedora.

Fonte: Autoria própria.

Figura 3.2: (a) Balança de precisão; (b) conjunto cadinho de carbetto de silício, tenaz e haste de aço; (c) serra tipo fita.



(a)



(b)

Fonte: Autoria própria.

#### 3.4. Equipamentos, instrumentos, materiais e descrição dos principais aparatos usados na etapa de elaboração da liga.

- Balança de precisão: MARTE BL3200H de capacidade máxima de 3200g e mínima de 0,5g e precisão de 0,01g. Utilizada para medição das massas de metais e cálculos estequiométricos (Figura 3.3a);
- Cadinho de carbetto de silício: utilizados para armazenar os metais a serem derretidos no forno tipo mufla (figura 3.3b);
- Tenaz: utilizada para transportar o cadinho com metal líquido para o forno de solidificação horizontal (figura 3,3b);
- Haste de aço: utilizada para homogeneização do metal líquido dentro do cadinho (figura 3.3b).
- Serra fita: para corte dos lingotes pré e pós solidificação horizontal (figura 3.3c);

Figura 3.3: (a) Balança de precisão; (b) conjunto cadinho de carbetto de silício, tenaz e haste de aço; (c) serra tipo fita.



(a)



(b)



(c)

Fonte: Autoria própria.

- Termopares tipo K: utilizados para aquisição das temperaturas de transformação, este tipo de termopar resiste a oxidação em uma ampla faixa de temperatura, que é entre -200°C e 1260°C;
- Arco de serra: para cortes mais precisos das amostras oriundas do lingote resultante;
- Alumina em suspensão: utilizada para revestir a haste de aço, cadinho e a lingoteira internamente para evitar contaminações e facilitar no desmolde;

- Forno tipo mufla: forno da marca BRASIMET, utilizado para fundir os metais contidos dentro do cadinho de carbetto de silício;
- Lingoteira: de dimensões 160x60x60mm utilizada para moldar e receber o metal líquido;
- Chapa molde: chapa em aço inoxidável utilizada como superfície de troca de calor entre o fluxo de água que faz os resfriamentos forçado, e permite a solidificação unidirecional do metal líquido;
- Modulo de aquisição de dados: FieldLogger utilizado para aquisição dos dados no momento da solidificação horizontal e para aquisição da curva de resfriamento. Possui 8 entradas analógicas configuráveis por software para sinais de tensão, corrente, termopares, Pt100 e Pt1000. Dispõe ainda de 2 saídas a relé e 8 portas digitais individualmente configuráveis como entrada ou saída.

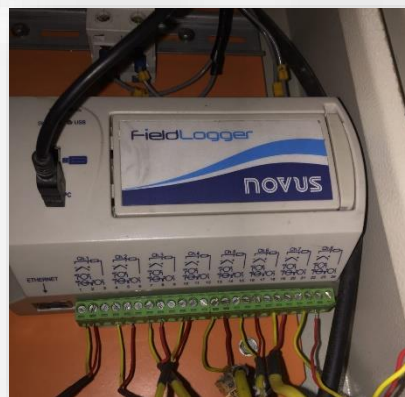
Figura 3.4: (a) forno mufla; (b) conjunto lingoteira e chapa molde; (c) FieldLogger.



(a)



(b)



(c)

Fonte: Autoria própria.

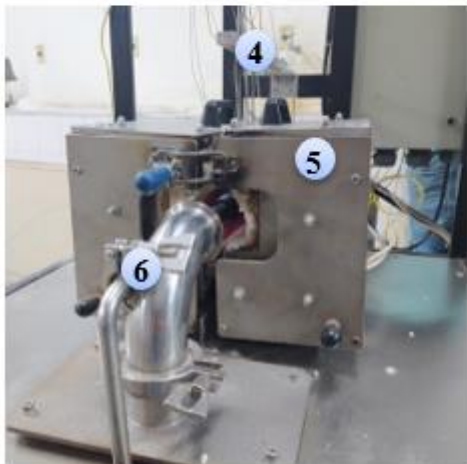
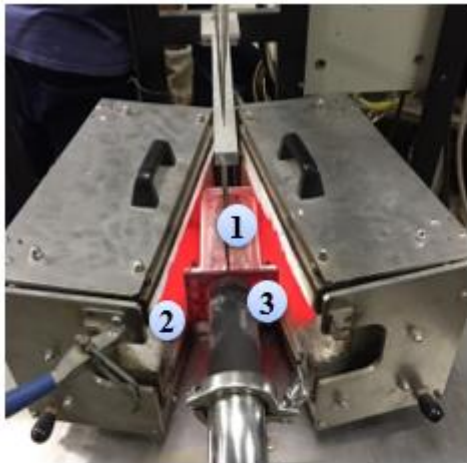


### 3.5. Equipamento de solidificação direcional

Com o objetivo de correlacionar os espaçamentos dendritos secundários ( $\lambda_2$ ) com as condições de solidificação, tempo local de solidificação e taxa de crescimento ( $V_L$  e  $T_R$ ), foram realizados experimentos de solidificação horizontal, no qual, foi utilizado um dispositivo de resfriamento refrigerado à água.

O dispositivo de solidificação horizontal, mostrado na Figura 3.5, possui uma estrutura que acopla até 8 termopares, conectados a um dispositivo, registrador de temperatura FieldLogger, responsável pela aquisição dos dados térmicos, conectado em um computador para armazenamento dos dados de solidificação. Os termopares, tipo K, são inseridos na lingoteira horizontal, em posições a partir da base refrigerada, para medição das temperaturas ao longo da solidificação.

Figura 3.5: Representação esquemática do equipamento de solidificação horizontal.



- (1) Metal líquido.
- (2) Placas cerâmicas refratárias.
- (3) Chapa molde e lingoteira.
- (4) Termopares.
- (5) Paredes externas do dispositivo.
- (6) Entrada de água.
- (7) Controlador de temperatura.
- (8) Registrador de temperatura Fieldlogger.
- (9) Dispositivo de solidificação direcional.
- (10) Rotâmetro.
- (11) Compartimento da bomba de água.

Fonte: Autoria própria.

### 3.6. Equipamentos, instrumentos e materiais para análise da liga investigada e procedimentos metalográficos.

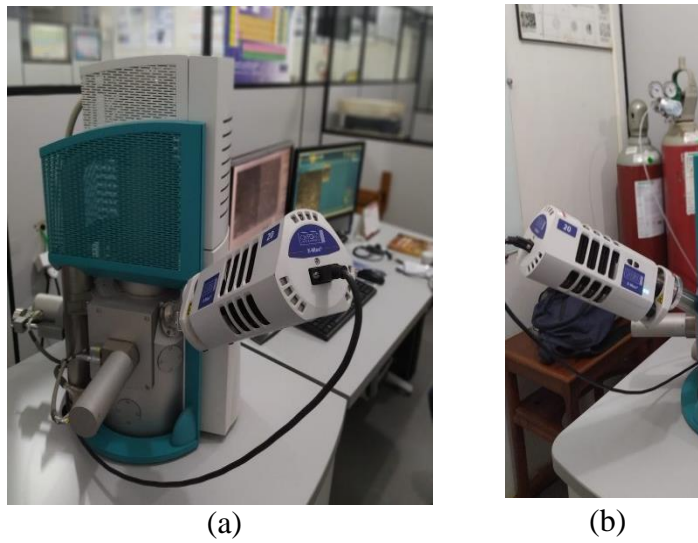
- Microscópio Óptico: Equipamento de modelo Motic BA310Met, aumento de 500x, ocular de 10x e lentes objetivas de correção infinita, CCIS LM plano acromático, DIN 95mm; 5X / 0,13 (WD 20,3 mm), 10X / 0,25 (WD 17,5 mm), 20X/0,4 (WD 8,1 mm), 50X / 0,55 (WD 8,4 mm). Acoplado a câmera Moticam 5Mp e seu software ShiftCapture (figura 3.6).
- Microscópio Eletrônico de varredura (MEV): Equipamento de modelo VEGA 3 LMU da TESCAN e acoplado ao sistema de espectrômetro de energia dispersiva-EDS de modelo AZTec Energy X-Act, resolução 129eV e de marca Oxford (figura 3.7).
- Microdurômetro: Equipamento de modelos SHIMADZU HMV-2, resolução de 0,01mm e objetiva de 40x, com penetrador piramidal.
- Microscópio Stereo: Equipamento de marca Zeiss modelo Stemi Dv4 com cabeça binocular.
- Fluorescência de Raio X: Utilizado para verificar a composição da liga investigada.
- Lixas d'água para metais de granulometrias diversas: utilizadas para preparar as amostras a serem analisadas no microscópio óptico.
- Politriz rotativa universal: modelo PLFDV da Fortel, utilizada para polir os corpos de prova.
- Alumina em suspensão: utilizada para polir os corpos de prova.

Figura 3.6: Microscópio Óptico modelo Motic BA310Met.



Fonte: (Registro fotográfico do laboratório de metalografia do IFPA/Campus Belém).

Figura 3.7: (a) Conjunto microscópio eletrônico de varredura acoplado ao EDS; (b) Espectrômetro de energia dispersiva de Raio-x.



Fonte: (Registro fotográfico do laboratório de metalografia do IFPA/Campus Belém).

Figura 3.8: Microdurômetro modelo SHIMADZU HMV-2.



Fonte: (Registro fotográfico do laboratório do Laboratório GETSolda/UFPA).

Figura 3.9: Microscópio Estereo Zeiss modelo Stemi Dv4.



Fonte: (Registro fotográfico do laboratório de metalografia do IFPA/Campus Belém).

### 3.7. Softwares utilizados

- Thermo-Calc: utilizados para estabelecer os diagramas de fases pseudobinários teóricos da liga Al3%Cu0,5%Nb bem como as propriedades termofísicas e caminhos de solidificação da liga estudada.
- Origin 8: Utilizado para plotar os gráficos dos parâmetros térmicos de solidificação, bem como as curvas de espaçamentos dendríticos em função com os parâmetros térmicos de resfriamento, bem como os perfis de microdureza. Utilizada também para se realizar a primeira derivada das curvas de resfriamento.
- ImageJ: Utilizado para fazer as medições dos espaçamentos dendríticos secundários.
- FieldLogger software: Utilizado para captação dos dados de resfriamento obtidos pelos termopares.

### 3.8. Métodos

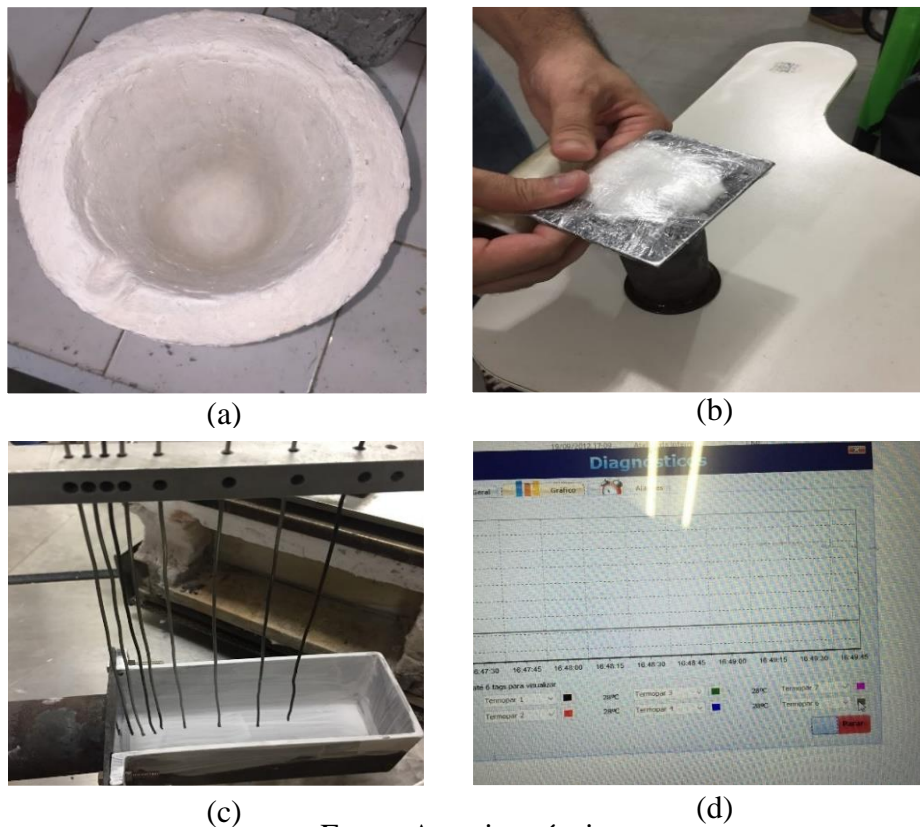
#### 3.9. Preparativos iniciais

Para se iniciar os experimentos algumas preparações iniciais são de fundamental importância para que o estudo ocorra corretamente. Dentre as etapas para a elaboração da liga destacam-se:

A Figura 3.10 mostra os principais instrumentos usados na preparação da liga investigada neste trabalho. Primeiramente o cadinho, Figura 3.10a, utilizado foi internamente lixado para retirar as possíveis sobras de metais e retirar também o excesso de alumina refratária utilizada em experimentos anteriores. Após a preparação do cadinho, ele foi pintado internamente com alumina em suspensão, usando um material refratário à base de alumina, para evitar contaminações por outros metais de experimentos anteriores. Da mesma forma, a lingoteira também foi revestida internamente com alumina refratária com o objetivo de evitar contaminações com metais de experimentos anteriores e facilitar o desmolde após o processo de solidificação. Vale ressaltar, que após adicionar a alumina na lingoteira, ela foi colocada em um forno a 100°C para que qualquer quantidade de água ali presente, fosse evaporada, evitando então acidentes no momento do vazamento. A chapa molde também foi preparada cuidadosamente para o experimento. Ela foi lixada até a lixa 1200 e posteriormente polida com alumina em suspensão de granulometria de 5µm e protegida para evitar oxidação (Figura 3.10b). Isso se faz necessário para melhorar a transferência de calor entre o metal fundido e a base refrigerada.

Antes do experimento de solidificação, todos os 8 termopares utilizados, foram devidamente posicionados nas posições 5, 10, 15, 20, 30, 50 e 90 mm distantes da base refrigerada (Figura 3.10c), checados pelo software FieldLogger, (Figura 3.10d). Procedimento similares foram realizados na literatura (PERES et al., 2004; ROCHA, 2003; ROCHA et al., 2003, 2018; BRITO, 2016; GÜNDÜZ; ÇADIRLI, 2002; SÁ, 2004; ROSA, 2006; ÇADIRLI, 2013; DIAS, 2015).

Figura 3.10: Preparativos iniciais.



Fonte: Autoria própria.

### 3.10. Elaboração da liga Al3%Cu0,5%Nb e composição nominal

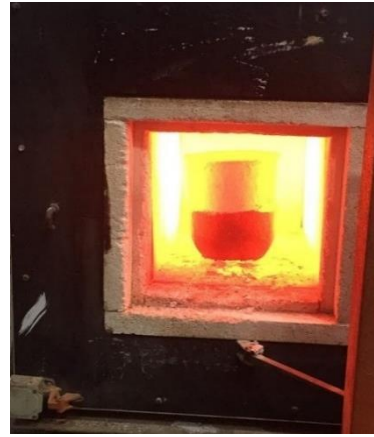
Como reportado, para elaboração da liga Al3%Cu0,5%Nb, foram utilizados lingotes de alumínio puro e um lingote constituído de uma liga Al-4%Nb fornecido por uma indústria de mineração, como mostrado na Figura 3.11a, e cobre puro em pó, como apresentados na Tabela 3.1. Utilizando uma serra fita os lingotes foram seccionados em pequenas quantidades, então junto com pó de cobre foram rigorosamente pesados utilizando uma balança eletrônica de precisão até se alcançar o balanço estequiométrico anteriormente calculado para esta liga

Já com a matéria prima nas proporções desejadas foi colocado manualmente em um cadinho de carbetto de silício revestido internamente com alumina. Foi então inserido em um forno tipo mufla representado pela Figura 3.11b para sua completa fusão, primeiramente foram colocados os pedaços maiores de alumínio puro e depois a liga de Al-4%Nb e então foi aquecido até em torno de 900°, com os metais já em estado líquido foi misturado o pó de cobre puro a homogeneização da liga foi feita por uma haste de aço revestida por alumina (BRITO, 2016; SÁ, 2004; ROSA, 2006; BARBOSA, 2019; AZEVEDO, 2019).

Figura 3.11: (a) Balança eletrônica com pedaços da liga Al-4%Nb; (b) Forno tipo mufla; (c) Homogeneização da liga Al-3%Cu-0,5%Nb.



(a)



(b)



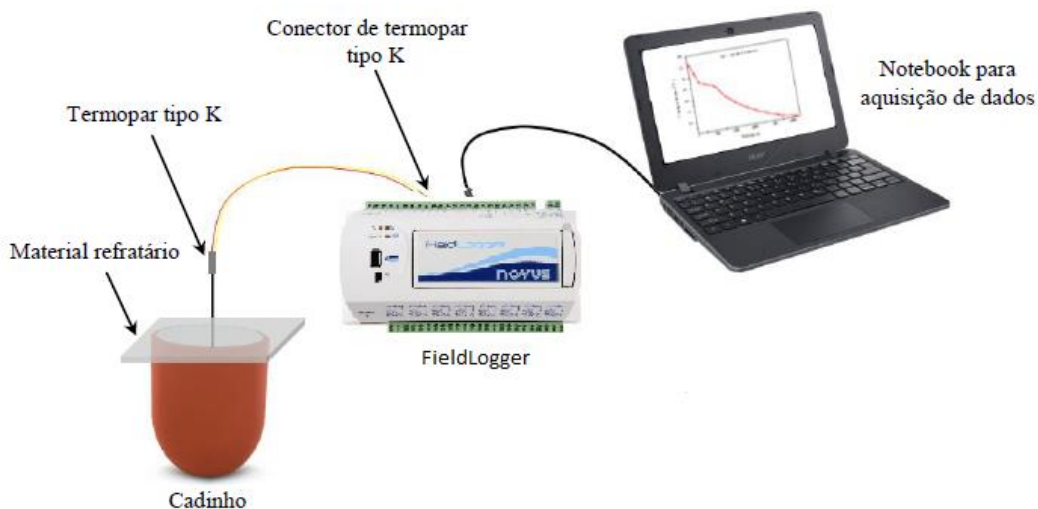
(c)

Fonte: Autoria própria.

A verificação da composição química nominal da liga e aferição dos cálculos estequiométricos realizados anteriormente foi avaliada preliminarmente por meio de análise comparativa da temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) entre a curva de resfriamento natural experimental (Figura 3.11) e o caminho de solidificação teórica gerada com a ferramenta Thermo-Calc.

A metodologia utilizada consiste em fundir os metais em suas proporções estequiométricas desejadas e em seguida deixar a liga solidificar naturalmente a temperatura ambiente com um termopar obtendo todas as variações de temperatura com o tempo. Por sua vez, a composição final da liga foi confirmada através de uma análise química e quantitativa, usando Fluorescência de Raios X (FR-X).

Figura 3.12: Representação esquemática da aferição experimental de composição da liga e curva de resfriamento.



Fonte: Adaptado de Acervo GPMET/IFPA e GPSOL/UFPA.

### 3.11. Solidificação horizontal da liga investigada

Após a obtenção da curva de resfriamento o cadinho e os materiais contidos nele, foram novamente colocados no forno mufla a uma temperatura de 900°C de forma a garantir a completa fusão dos metais. As etapas de vazamento da liga e solidificação direcional são descritas a seguir:

- Com o auxílio de um tenaz o cadinho foi retirado do forno tipo mufla a uma temperatura de aproximadamente 900°C então vazadas sobre a lingoteira já com os 8 termopares tipo K já devidamente posicionados a 5, 10, 15, 20, 30,50 e 90mm de distância em relação a base refrigerada. Após a obtenção do lingote já solidificado as distancias foram novamente verificadas. É importante enfatizar que após a solidificação, o lingote foi desmoldado em as posições dos termopares foram checadas e remedidas.
- O forno de solidificação horizontal foi programado a uma temperatura de superaquecimento de aproximadamente 10% acima da temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) da liga analisada. Esta temperatura de superaquecimento é comumente utilizada na indústria de fundição induzido o crescimento longitudinal dos grãos (SILVA, 2015).
- A partir do momento em que a temperatura ideal é atingida as resistências dos fornos foram desligadas e a bomba d'água é ligada, ativando o sistema de arrefecimento da face externa



da interface metal molde. Desta forma forçando o resfriamento do metal líquido a partir da mesma.

- A obtenção da curva de resfriamento foi feita pelo software FieldLogger, este foi configurado para captar a variação de temperatura a cada dois décimos de segundo através dos 8 termopares que são previamente posicionados nas posições estratégicas durante o processo de solidificação direcional
- Após a obtenção dos dados das variações de temperatura no tempo, esses foram transferidos para o software Origin 8. Este programa de computador plota os gráficos necessários para fazer as análises térmicas, a partir dos perfis de temperatura durante solidificação da liga e, por sua vez, determinar os parâmetros térmicos de solidificação, e correlacioná-los com espaçamento dendrítico secundário.

### 3.12. Determinação das variáveis térmicas de solidificação ( $V_L$ e $T_R$ )

A captação da variação de temperatura realizada durante o processo de solidificação experimental compreendeu no registrador de temperaturas exportar para o computador, os dados de temperaturas, adquiridos por cada um dos 7 termopares utilizados. O software FieldLogger foi configurado para registrar variações de temperatura em intervalos de 0,2 segundos, ao final do procedimento de solidificação, este software converte todas as informações em uma planilha em Excel com os devidos pares ordenados de tempo e temperatura. Posteriormente, os dados adquiridos foram exportados para o software de tratamento de dados Origin 8, onde foram plotados os perfis térmicos de solidificação.

Utilizando a temperatura da *isoterma liquidus* do diagrama de fase pseudobinários da liga adquiridos através de simulações utilizando o software Thermo-Calc, que por sua vez foi confirmada através da curva de solidificação experimental, foi traçada uma reta perpendicularmente no valor da  $T_L$  no eixo “y”, eixo de temperatura. Com esta reta traçada, foi possível encontrar os pontos de interseção das curvas de resfriamento ( $P, t$ ), ou seja, o tempo exato em que a isoterma líquidos passou em cada termopar inserido nas suas respectivas posições. Como a posição de cada termopar é conhecida, foram registrados então 7 pares ordenados ( $P, t$ ) referente a posição dos termopares, com isso foi possível plotar um gráfico de posição da  $T_L$  em função do tempo, ou seja,  $P=f(t)$ .

Para determinação da curva de velocidade de solidificação, definida como a velocidade de avanço da ponta da dendritas ao longo do lingote, se aplicou uma curva de ajuste de tipo potência,  $P(t)= a.t^b$ , no gráfico da posição em função do tempo  $P=f(t)$ , para encontrar uma

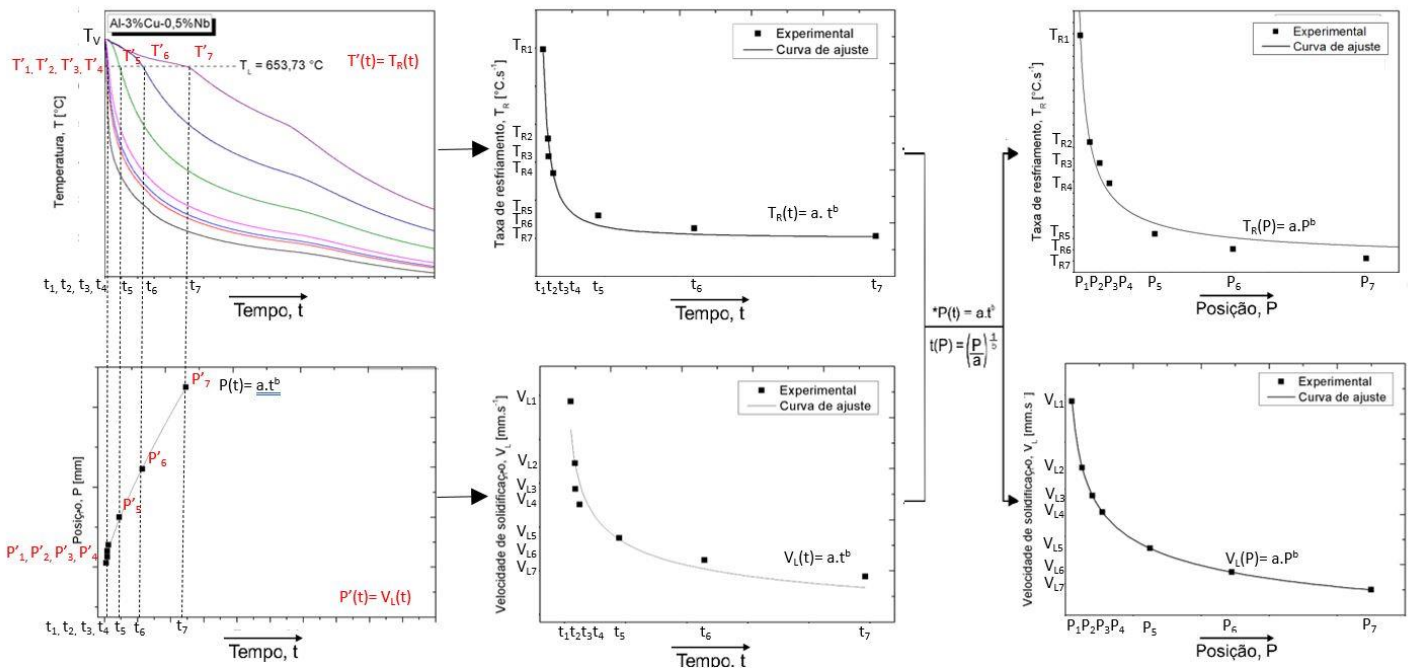
expressão matemática que melhor representaria os pontos de evolução da  $T_L$  ao longo do tempo observadas experimentalmente. Desta forma, sabendo que a primeira derivada da posição em função do tempo é igual a uma equação de velocidade em função do tempo, derivou-se a função  $P=f(t)$ , obtendo então, uma equação para representar a variação da  $V_L$  ao longo do tempo, ou seja,  $V_L=f(t)$ . (GARCIA 2007, AZEVEDO, 2019).

Para a obtenção do gráfico das taxas de resfriamento, se utilizou novamente os perfis térmicos obtidos durante a solidificação direcional. A taxa de esfriamento ( $T_R$ ) para cada posição dos termopares, em todas as posições, foi obtida experimentalmente a partir das interseções das retas da temperatura liquidus ( $T_L$ ) da liga investigada, com os perfis térmicos em cada posição dos termopares, através do resultado da leitura direta do quociente das temperaturas imediatamente antes e depois da  $T_L$  e dos tempos correspondentes. Após aplicada a curva de correção e sabendo que a primeira derivada de uma equação de temperatura em função do tempo resulta em uma taxa, isto é,  $T_R = dT/dt$ , desta forma, foi obtida o gráfico da taxa de resfriamento em função do tempo,  $T_R=f(t)$ , conforme metodologia proposta na literatura (GARCIA, 2007; ROCHA et al., 2003; BRITO, 2016; ROCHA, 2006; COSTA et al., 2016; ARAÚJO et al., 2017).

Por fim, para se ter uma análise da taxa de resfriamento e velocidade de solidificação variando com a posição do lingote, foi realizada a conversão das equações até então obtidas em função do tempo, para o domínio da posição, ou seja,  $V_L=f(P)$  e  $T_R=f(P)$ . Para tanto se utilizou a expressão  $P(t)=a.t^b$ , se isolou a variável tempo e se obteve a expressão  $t=f(P)$ . Com isso, apenas se substituiu a variável tempo, pela variável posição nas equações experimentais já obtidas, e se encontrou os gráficos de  $V_L$  e  $T_R=f(P)$ .

Em resumo é mostrado abaixo na figura 3.13 a sequência dos procedimentos utilizados para a obtenção de cada uma destas importantes variáveis a serem analisadas neste trabalho.

Figura 3.13: Esquema do processo de obtenção dos gráficos de  $V_L$  e  $T_R$ .

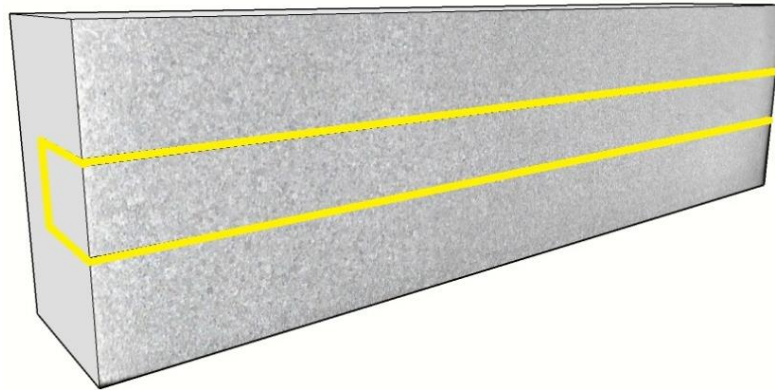


Fonte: Adaptado de Azevedo, 2019.

### 3.13. Caracterização do lingote resultante, em escalas macroestrutural e microestrutural

Após a obtenção do lingote resultante da solidificação horizontal, o lingote foi cortado ao meio no sentido longitudinal e revelado sua macroestrutura. Uma amostra longitudinal, cortada do centro do lingote, foi selecionada para análise microestrutural, como mostrado na Figura 3.7. Para revelação das estruturas típicas de solidificação, utilizou-se de técnicas metalográficas para análise macroestrutural e microestrutural. Para tanto, as amostras foram lixadas utilizando lixas d'água de carbetto de silício com granulometrias crescentes correspondentes a 60, 120, 180, 320, 400, 600 e 1200. Posteriormente, foi feito o ataque químico com um tempo de 30 segundos, utilizando Keller, cuja composição foi de 15ml HNO<sub>3</sub>, 10ml de HCl, 5ml de HF e 70ml de H<sub>2</sub>O e, assim, revelou-se a macroestrutura.

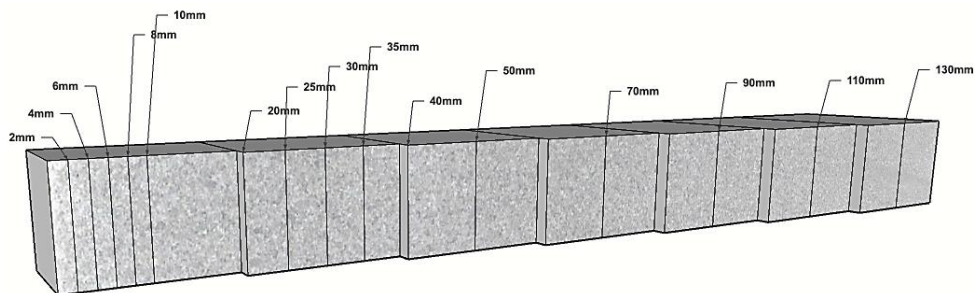
Figura 3.14: Representação dos cortes longitudinais do lingote.



Fonte: Autoria própria.

Em seguida, seguiu-se os procedimentos de análise microestrutural da liga, para a qual foram seccionadas 7 amostras longitudinais de 20mm, polidas a com alumina líquida em suspensão de  $1\mu\text{m}$ , e atacadas com reagente NaOH 5% com tempo até a revelação. Por sua vez, foram feitas capturas de imagens da microestrutura nas posições 2, 4, 6, 8, 10, 20, 25, 30, 35, 40, 50, 70, 90, 110, 130mm a partir da interface metal/molde, como visto na Figura 3.12

Figura 3.15: Representação das amostras retiradas do corte longitudinal e posições de captura de imagens microestruturais medidos a partir da base refrigerada.

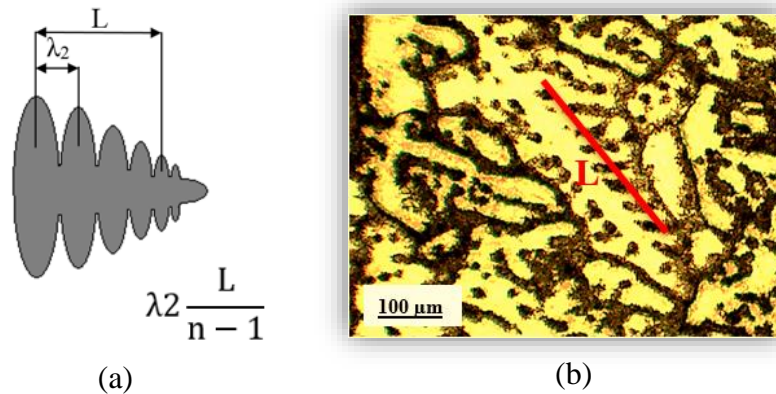


Fonte: Autoria própria.

Para a medição dos espaçamentos dos braços dendríticos secundário ( $\lambda_2$ ) foi utilizado a média da distância entre os ramos laterais na seção longitudinal de um dendrito primário em função da ponta da dendrita. Foi então feita a medida longitudinal do braço dendrítico primário e dividido pela quantidade de braços secundários menos 1 (um) (ROCHA et al., 2003). O

sistema de processamento de imagens MOTIC e o software ImageJ foram usados para medir os espaçamentos dos braços dendríticos secundários. Para cada posição selecionada foram realizadas em medias 20 medidas.

Figura 3.16: (a) Esquema representativo para medida dos espaçamentos dendríticos secundários; (b) microestrutura dendrítica da liga investigada mostrando o comprimento (L) que intercepta o maior número de braços secundários.

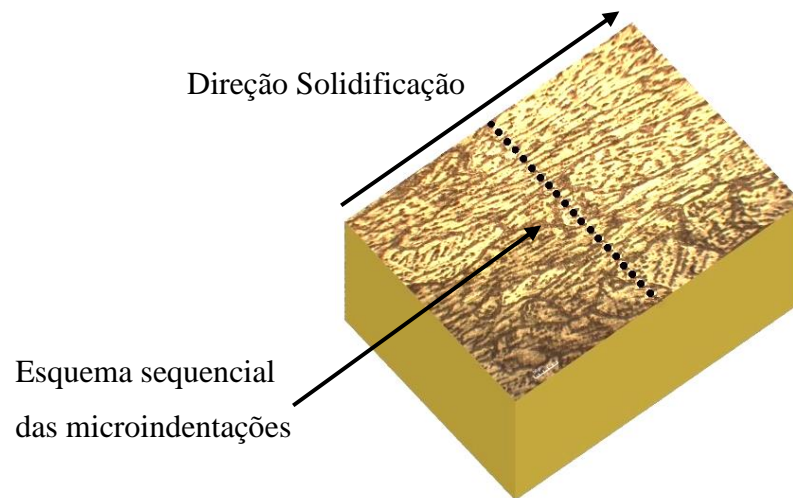


Fonte: Autoria própria.

#### 3.14. Ensaio de microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados pelo micro durômetro citado nos materiais e métodos que consistiu em realizar indentações com um indentador piramidal de base quadrada com uma carga de 490,5 mN durante um tempo de 10 segundos sobre as superfícies planas e polidas das mostras correspondentes as posições de 2, 4, 6, 10, 15, 30, 50, 60, 80, 110, 130mm de distância cotados a partir da base refrigerada. Para cada amostra foram realizadas 20 indentações (Figura 3.16), as medições foram realizadas para as mostras longitudinais verificando a microdureza nas regiões interdendríticas que são ricas em soluto e na matriz  $\alpha$  região rica em alumínio. Foram realizadas medições tanto para amostras brutas de solidificação quanto para as amostras tratadas termicamente, seguindo as distancias mínimas de indentações conforme orienta a norma ASTM E384.

Figura 3.17- Representação do esquema metodológico de ensaio de Microdureza Vickers (HV).

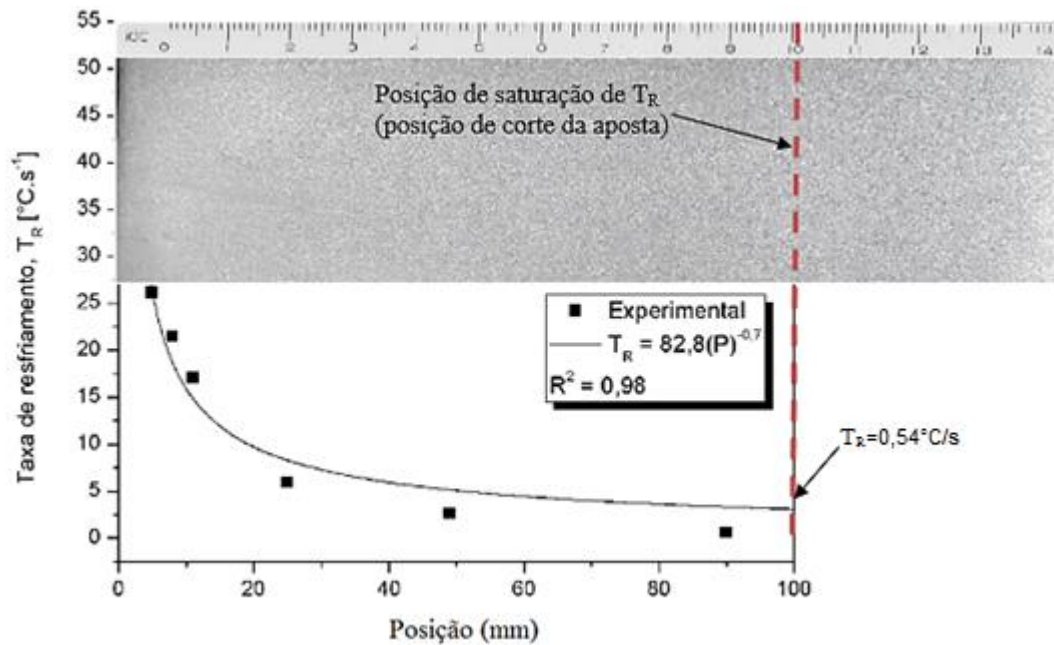


Fonte: Autoria própria.

### 3.15. Tratamento térmico T6 aplicado a liga Al-3%Cu-0,5%Nb

O tratamento térmico T6 (TT-T6) foi realizado nas amostras brutas de solidificação de dimensões 10x10mm e 150mm de comprimento, posteriormente ao tratamento térmico as amostras foram cortadas em 5 amostras de 20mm totalizando uma distância de 100mm da base refrigerada. O comprimento dessas amostras foi determinado em virtude da maior variação dos valores e  $T_R$  ter sido observado até esta posição conforme mostra a Figura 3.17. Tendo em vista que a microestrutura bruta de solidificação é muito sensível a variações das taxas de resfriamento, portanto, os efeitos maiores provenientes ao tratamento térmico se dão nessa faixa de variação de  $T_R$ , tal como ressalta Barros (2018).

Figura 3.18: Critério adotado para corte transversal da amostra após tratamento térmico.



Fonte: Autoria própria

A Tabela 3.2. mostra os parâmetros do tratamento térmico assumidos neste trabalho, definidos a partir de outros estudos realizados com ligas ternárias Al-Cu-Si (MAGNO, 2018; SOUZA et al, 2019; COSTA, 2019; BARROS, 2018). Durante os experimentos, as temperaturas reais das peças foram monitoradas através de um termopar conectado ao um almemo. A tabela 3.3.1 mostra as temperatura e tempos utilizadas em cada etapa do tratamento térmico. Após a realização do tratamento térmico ensaios de microdureza Vickers foram novamente aplicados, como reportados anteriormente.

Tabela 3.2-Tempos e temperaturas utilizados em cada etapa dos tratamentos térmicos.

Liga	Solubilização	Têmpera	Envelhecimento
Al-3%Cu-0,5%Nb	3 Horas a $495 \pm 2^{\circ}\text{C}$	Em água morna a $60^{\circ}\text{C}$	Imediato por 1, 2, 3, 5 e 8h a $155^{\circ}\text{C}$

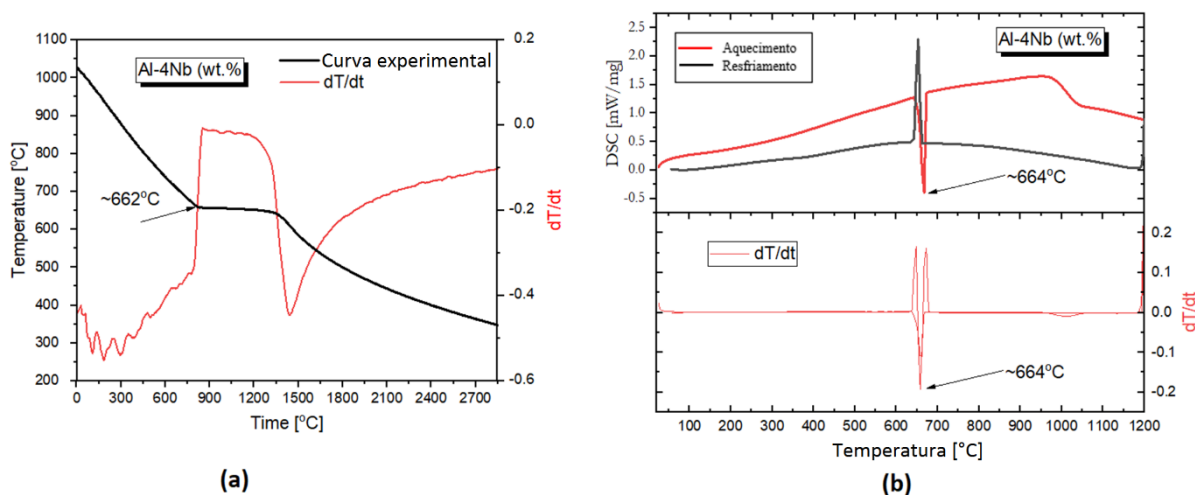
Fonte: Thermo-Calc.

## CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Análise Térmica

A Figura 4.1 mostra os resultados experimentais dos dados térmicos obtidos para a liga base Al-4Nb (% em peso) usada na elaboração da liga multicomponente investigada (Al-3Cu-0.5%Nb) e submetida à solidificação horizontal no presente trabalho. As curvas mostradas na Figura 4.1a representam o resfriamento do metal líquido de uma temperatura acima de 1000°C até aproximadamente 200°C, com uma taxa de resfriamento de  $\sim 27$  °C/min, obtida conforme procedimento mostrado na Figura 3.12, e a primeira derivada indicando o ponto de inflexão de transformação do início da transformação de líquido para sólido ( $T_L \sim 662$  °C), respectivamente. Por sua vez, a Figura 4.1b apresenta os termogramas DSC para as condições de aquecimento e resfriamento, com uma taxa de 5°C/min, muito próxima das condições de equilíbrio. Nota-se, uma boa concordância entre as curvas no que diz respeito à indicação das temperaturas de mudança de fase de líquido para sólido, isto é,  $T_L \sim 662$  °C contra 664°C, respectivamente. Pode-se supor, portanto, que a única fase presente acima de 664°C é a líquida, o que também é consistente com a indicação para a região rica em Al do diagrama de equilíbrio de fases do sistema Al-Nb, mostrado na Figura 2.2. De certo, as características das curvas levam a deduzir a existência de uma única temperatura de transformação de fase líquido em sólido, e que uma reação eutética pode estar ocorrendo, conforme previsto pelos primeiros estudos neste sistema de liga (ZHU et al, 2008). Estudo recente, Coutinho (2019), reportou temperaturas *liquidus* iguais a 645,8 e 665,9 °C para as ligas Al-0,8Nb e Al-1,2Nb (% em peso), respectivamente, em absoluta concorrência com as tendências dos valores esperados com a inclinação da linha *liquidus* indicada na Figura 2.2, ou seja, os valores de  $T_L$  aumentam com o aumento do teor de Nb, apesar das incertezas termodinâmicas.

Figura 4.1: Análise térmica da liga de base Al-4Nb usada na preparação da liga ternária Al-3Cu-0,5Nb: (a) curva de resfriamento com  $\sim 27$  °C / min, e (b) termogramas DSC com taxa de varredura de 5 °C/min.

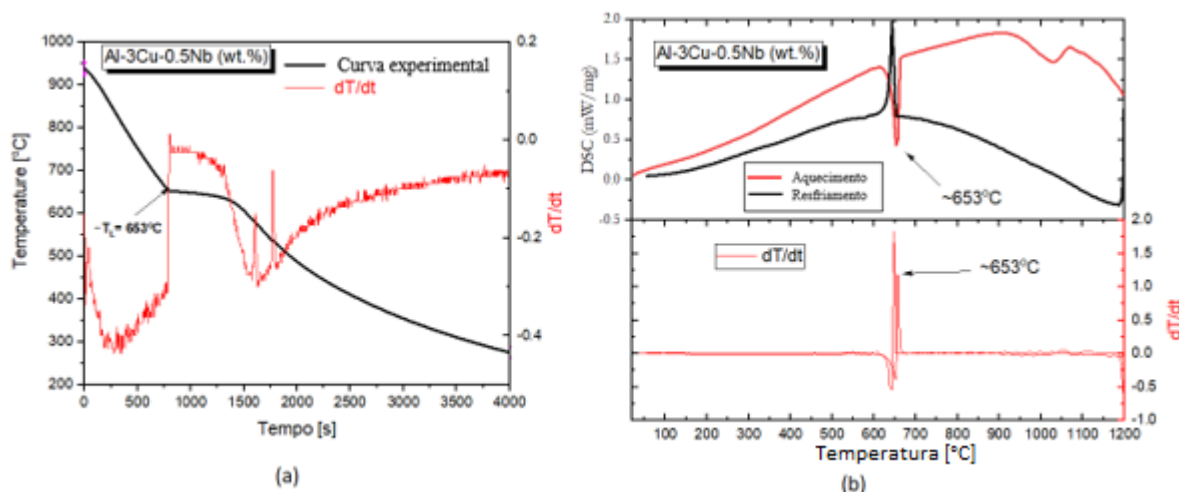


Fonte: Autoria própria.



A partir dos resultados das análises térmicas realizadas para a liga base Al-4Nb, vistas na Figura 4.1, garantiu-se, portanto, o desenvolvimento dos experimento de solidificação horizontal com a liga multicomponente Al-3Cu-0,5Nb (% em peso), uma vez que o valor de  $T_L$  está na faixa de valores comumente observados para ligas à base de Al-Cu, adequadamente às faixas de temperaturas operacionais do dispositivo de solidificação. Visando maior garantia, realizou-se também uma análise térmica para a liga ternária investigada, cujos resultados são mostrados na Figura 4.2, confirmando assim uma  $T_L$  no valor esperado para as ligas Al-Cu, ou seja,  $\sim 653^\circ\text{C}$ . Isso permitiu a aplicação do superaquecimento desejado (10% acima do  $T_L$ ) no experimento de solidificação horizontal.

Figura 4.2: Análise térmica da liga ternária Al-3%Cu-0,5%Nb: (a) curva de resfriamento com  $\sim 27^\circ\text{C}/\text{min}$ , e (b) Termogramas DSC com taxa de varredura de  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ .



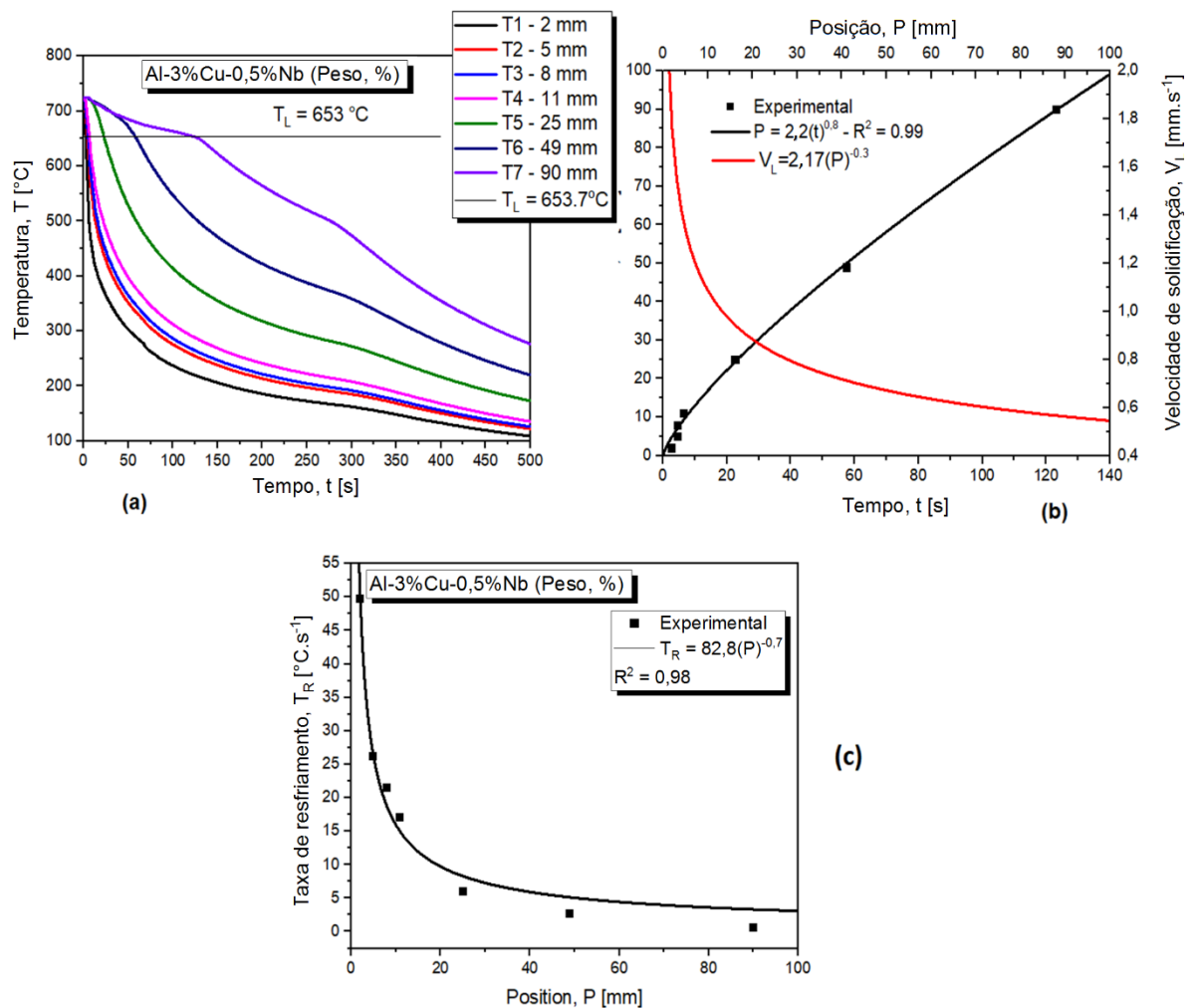
Fonte: Autoria própria.

#### 4.2. Parâmetros Térmicos de Solidificação

A Figura 4.3 mostra os resultados dos dados térmicos obtidos durante a solidificação horizontal transiente da liga Al-3Cu-0.5Nb. As leituras dos termopares, Figura 4.3a, foram usadas para gerar expressões algébricas de posição no lingote a partir da superfície de transferência de calor em função do tempo, ou seja,  $P=f(t)$ , correspondendo à passagem isoterma *liquidus* pelos termopares, conforme mostrado na Figura 4.3b. Os tempos experimentais foram obtidos a partir das interseções da reta representada pela temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) com as curvas de resfriamento, para cada posição dos termopares, o que gerou um conjunto de pares ordenados  $(t,P)$  e, conseqüentemente, plotado os respectivos pontos experimentais. Em seguida, uma técnica de ajuste desses pontos experimentais permitiu obter uma expressão algébrica da posição em função do tempo, representada por  $P=2,22(t)^{0,77}$ . A

velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), em função da posição, ajustada na linha vermelha mostrada na Figura 4b, foi determinada conforme procedimento ilustrativo da figura 3.13, usando a derivada da função  $P=f(t)$ , ou seja,  $V_L = dP/dt$ , que por meio de substituição matemática foi obtida a expressão  $V_L=2,17(P)^{-0,3}$ , mostrada no interior do gráfico da Figura 4.3b. Observa-se que o sistema de refrigeração do dispositivo de solidificação impôs maiores valores de  $V_L$  para posições no lingote ( $P$ ) próximas à interface de transferência de calor (base refrigerada), as quais diminuem gradativamente com o aumento da camada de solidificação, devido aos efeitos da resistência térmica impostos pelo mecanismo de condução de calor. De forma semelhante se observa no interior do gráfico 4.3c, a expressão matemática  $T_R=82,8(P)^{-0,7}$ , que representa a variação da taxa de resfriamento em função da posição relativa à base refrigerada.

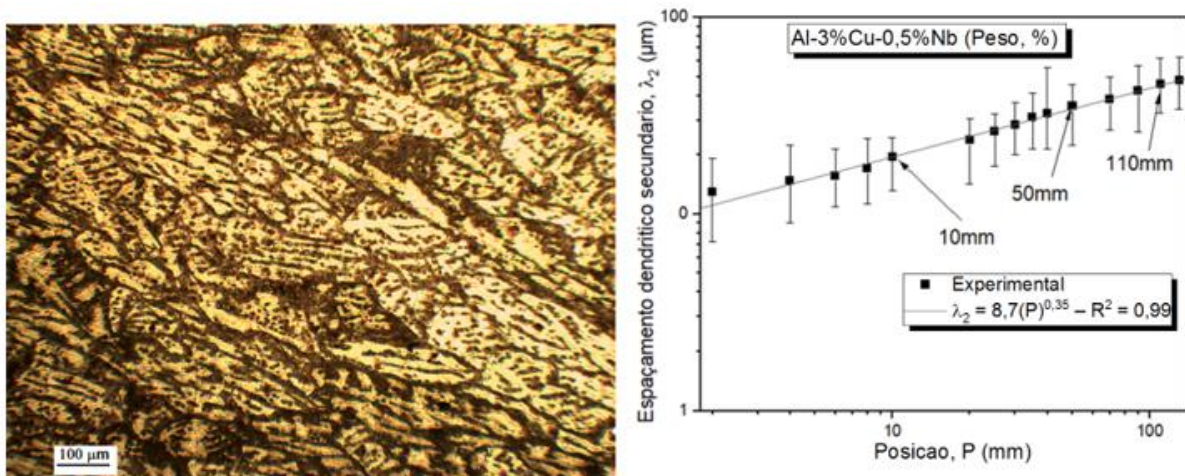
Figura 4.3: Dados térmicos experimentais resultantes da solidificação horizontal da liga investigada: (a) perfis de temperatura para cada termopar, (b) parâmetros térmicos de solidificação: cinética de solidificação representada por  $P = f(t)$  e  $V_L = f(P)$  e (c)  $T_R \times P$ .

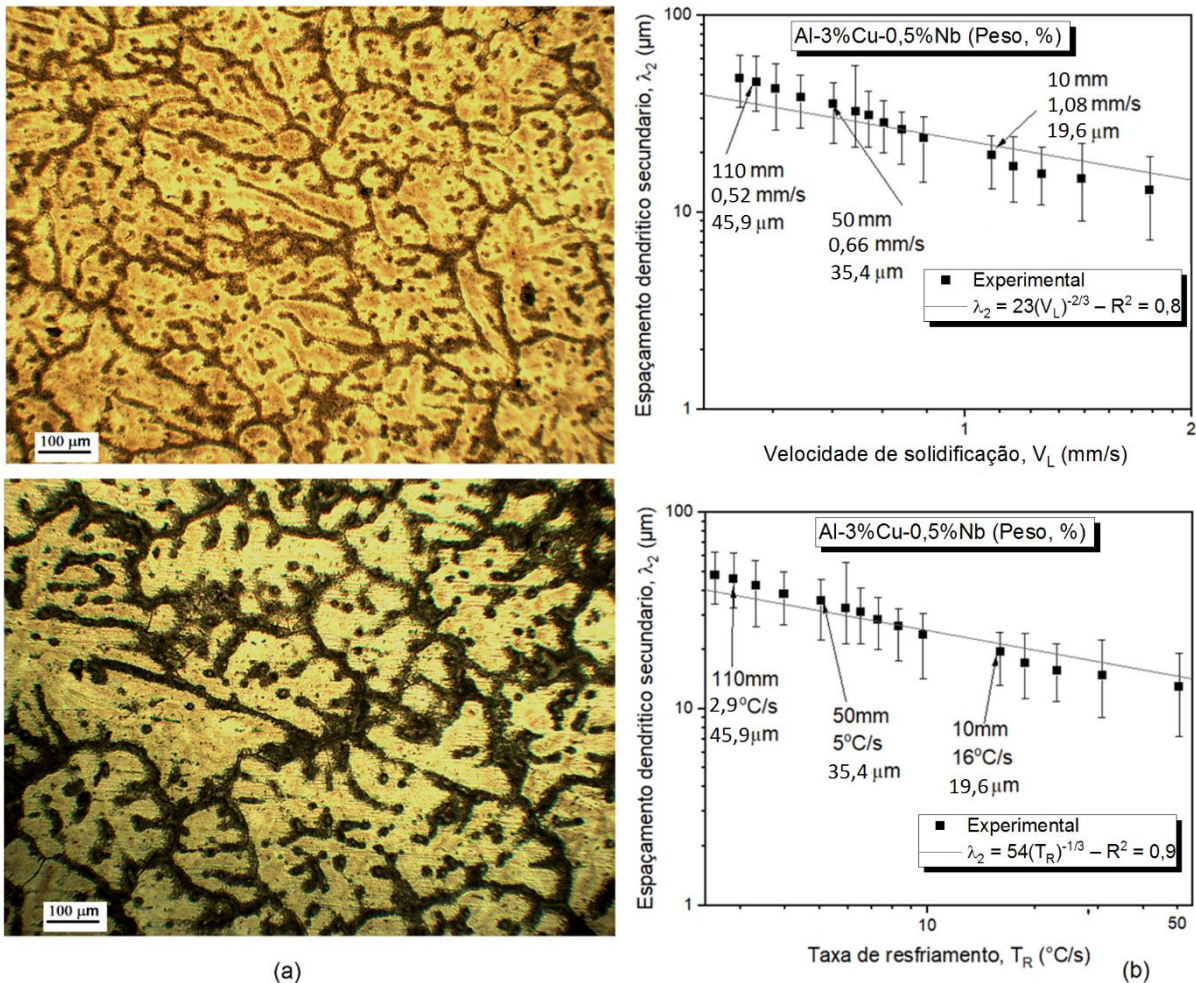


Fonte: Autoria própria

A Microestrutura típica de solidificação observada ao longo do comprimento do lingote, sob as condições assumidas, foi a dendrítica, e confirmada para três posições no lingote a partir da interface de transferência de calor, como pode ser observado na Figura 4.5a. É notório a presença de microestruturas mais refinadas próximas à base refrigerada. A fim de avaliar a influência dos parâmetros térmicos de solidificação, os resultados apresentados na Figura 4.3 foram utilizados para estabelecer uma associação matemática entre os espaçamentos dendríticos secundários com a posição no lingote ( $P$ ), e velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* e taxa de resfriamento ( $V_L$  e  $T_R$ ), como notado na Figura 4.5b. Observa-se que expressões matemáticas dadas pelas fórmulas gerais  $\lambda_2 = Cte.(V_L)^{-2/3}$  e  $\lambda_2 = Cte.(T_R)^{-1/3}$ , cujos expoentes obtidos nessas equações são absolutamente iguais aos propostos por vários estudos experimentais conduzidos para diferentes direções de crescimento para ligas binárias tais como os estudos de Rocha et al (2003). Araújo et al (2017), Barros et al (2016) e ternárias de Azevedo et al (2018), Ferreira et al, (2010) e Costa et al (2015), bem como o expoente  $-2/3$  da relação  $V_L$ - $\lambda_2$  foi também proposto pelo único modelo matemático de crescimento dendrítico secundário desenvolvido para solidificação transiente (BOUCHARD-KIRKALDY, 1997). Como evidenciado, a água de resfriamento durante a solidificação horizontal impôs altos valores de  $V_L$  e  $T_R$  em posições no lingote próximas à superfície de transferência de calor, cumprindo um papel importante na obtenção de menores valores de  $\lambda_2$  próximos à essas posições.

Figura 4.5: Evolução da microestrutura durante a solidificação horizontal: (a) microestrutura dendrítica típica de solidificação e (b) variação de  $\lambda_2$  em função de  $P$ ,  $V_L$  e  $T_R$ .





Fonte: Autoria própria.

Análises por microscopia eletrônica de varredura MEV/EDS foram realizados em várias posições no lingote solidificado, e as Figuras 4.6 a 4.10 mostram resultados para três amostras solidificadas em posições a partir da interface de transferência de calor (4, 30 e 100mm). Observou-se que, para os níveis de taxas de resfriamento alcançados durante a solidificação horizontal transitória, ou seja, 0,6 a 50  $^{\circ}\text{C/s}$ , o elemento Nb adicionado à liga Al3%Cu (0,5% em peso) foi completamente dissolvido na matriz rica em Al, conforme visto nos mapas de varreduras das Figuras 4.6 a 4.8, bem como pelas microanálises pontuais MEV/EDS mostradas nas Figuras 4.9 e 4.10. Observou-se também que fases intermetálicas  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  interdendríticas são predominantes ao longo do comprimento do lingote em morfologias massivas (ou em bloco) e eutéticas. Altas taxas de resfriamento influenciaram a dissolução de Fe na matriz rica em Al, como observado na Figura 4.6 na posição 4mm. Por outro lado, fases intermetálicas de Fe interdendríticas foram notadas para posições mais afastadas da base refrigerada, onde menores valores de  $V_L$  e  $T_R$  são esperadas, como vistas nas Figuras 4.7 e 4.10 para as posições 30 e

100mm. Portanto, assume-se através da análise MEV/EDS que a microestrutura final da liga ternária Al-3Cu-0,5Nb é constituída por uma fase dendrítica primária rica em Al ( $Al\alpha$ ) e por fases intermetálicas de Fe e  $Al_2Cu$  segregadas dentro das regiões interdendríticas, formando a seguinte mistura de fases eutéticas:  $Al\alpha$  + intermetálicos de Fe e  $Al_2Cu$ . Isto foi confirmado pela microanálise dos elementos EDS, mostrado pelas tabelas de composição das Figuras 4.8 a 4.10, tais como os pontos 3 na Figura 4.8 e os pontos 3 e 4 na Figura 4.10.

Figura 4.6: Microestrutura MEV e mapas de elementos por EDS para amostra solidificada na posição de 4 mm da interface de transferência de calor.

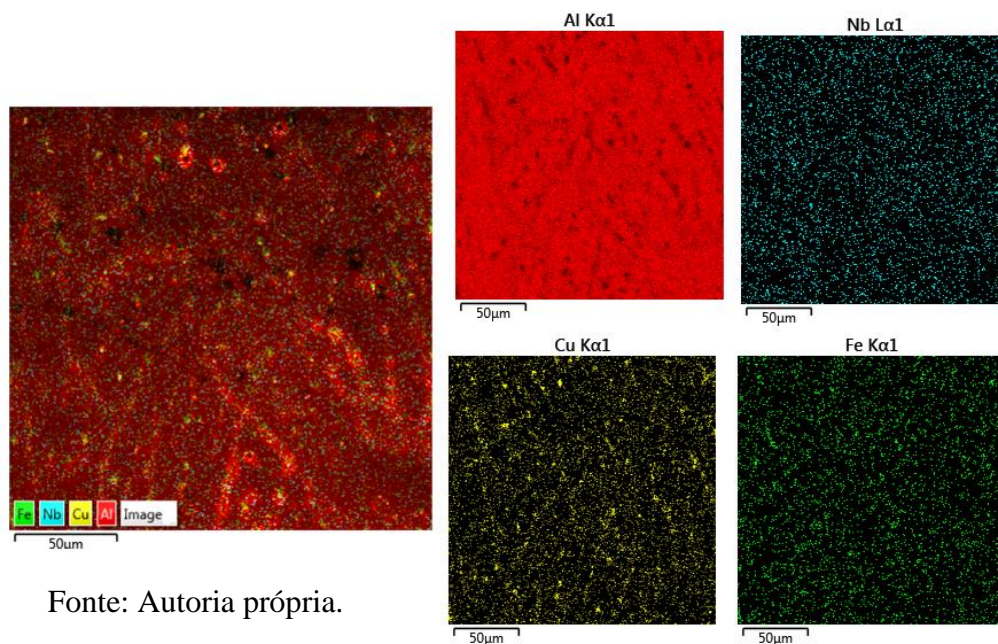


Figura 4.7: Microestrutura MEV e mapas de elementos por EDS para amostra solidificada na posição de 30 mm da interface de transferência de calor.

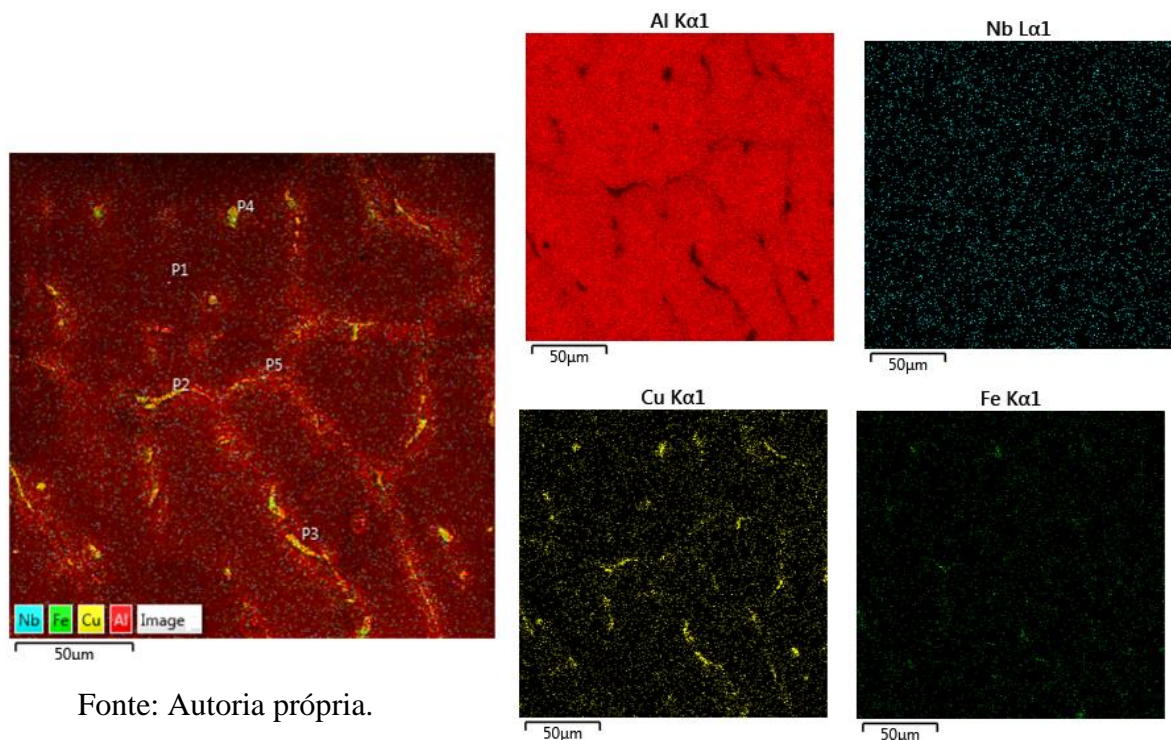
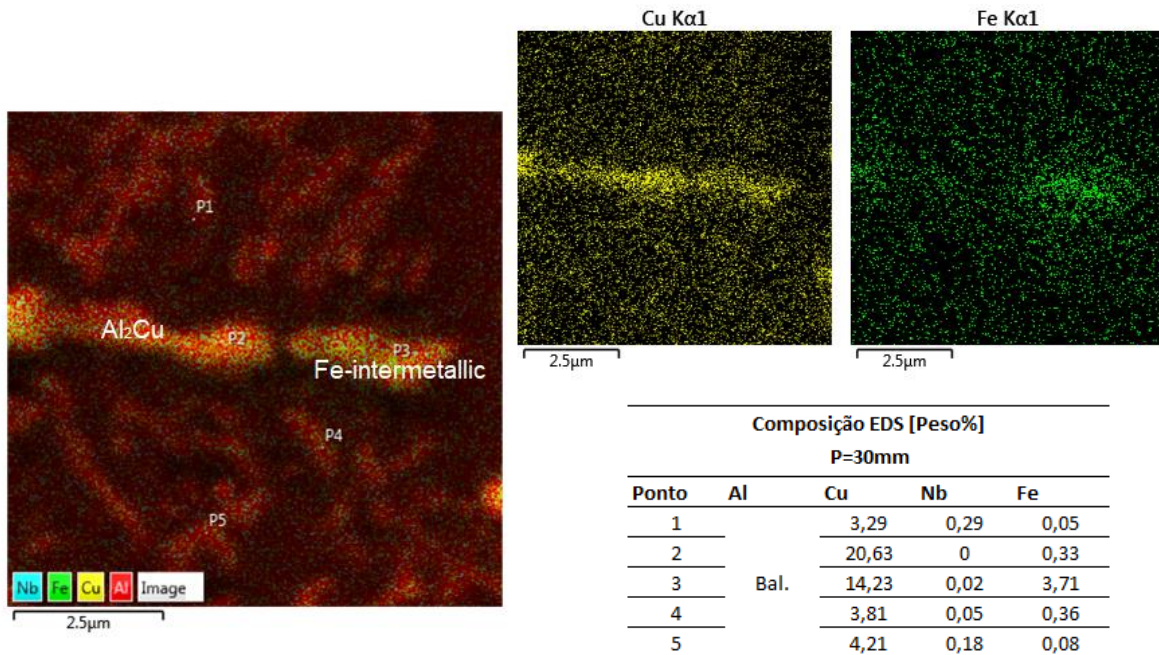
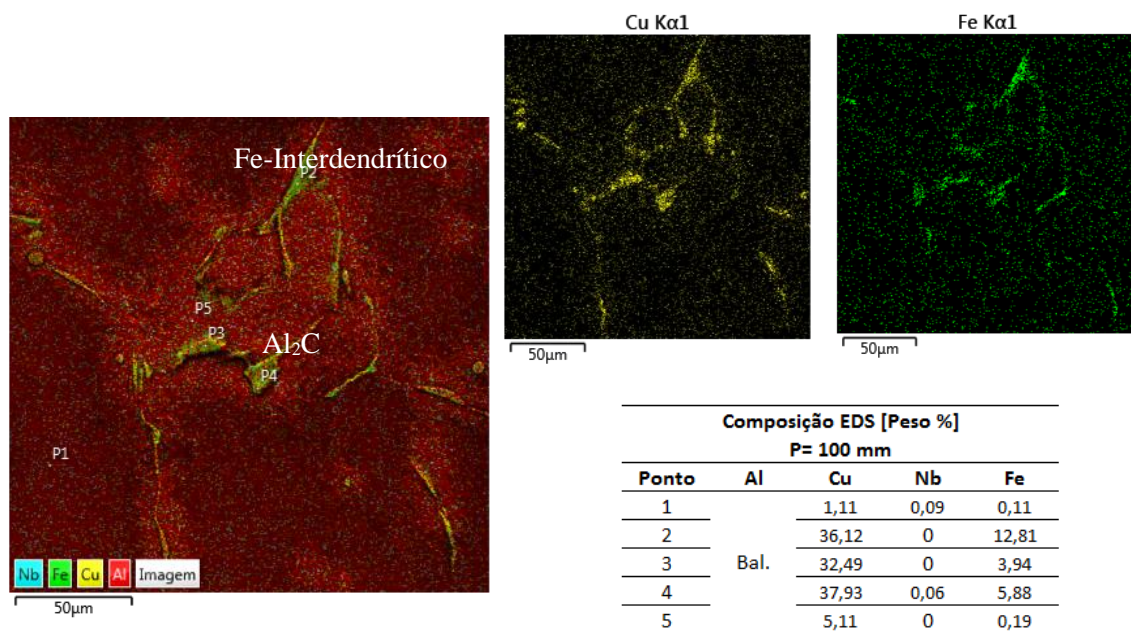


Figura 4.8: Microanálise pontual de elementos por MEV/ EDS para amostra solidificada na posição 30 mm da interface de transferência de calor.



Fonte: Autoria própria

Figura 4.9: Microanálise pontual de elementos por MEV/ EDS para amostra na posição de 100 mm da interface de transferência de calor.

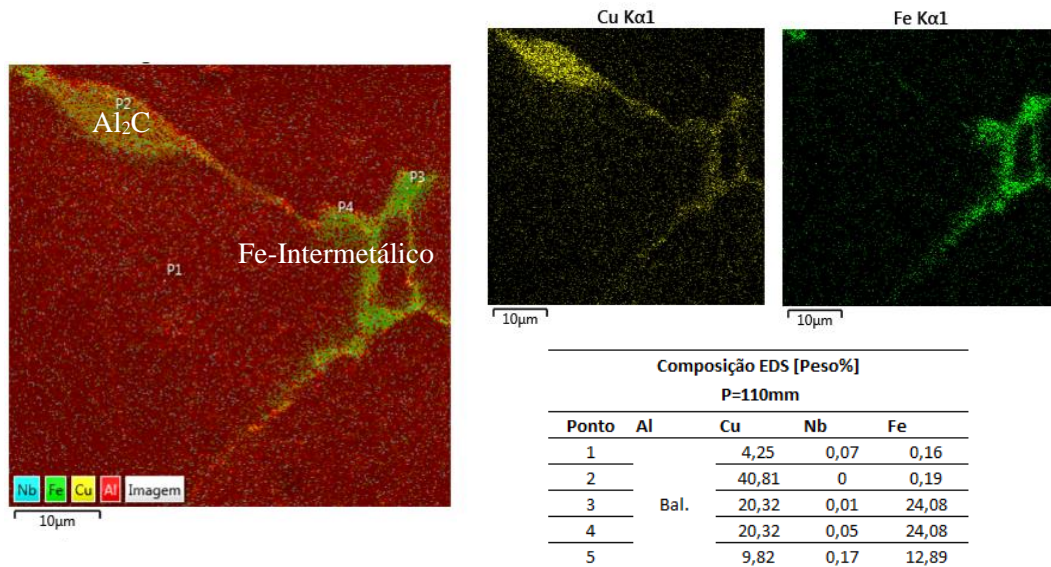


Fonte: Autoria própria.

Visando confirmar a dissolução do nióbio na matriz bruta de solidificação, foi utilizado maiores ampliações através do MEV/EDS para microanálise pontual na região interdendrítica, onde é possível observar que o elemento nióbio não se encontra segregado na região interdendrítica, diferentemente dos demais elementos constituintes da liga, como o

intermetálico  $\text{Al}_2\text{Cu}$  e o intermetálico constituído de Fe. Pode-se concluir que o elemento Nb está disperso na matriz rica em alumínio, conforme pode ser observado no ponto 1 da imagem 4.9 e ponto 1 da imagem 4.10 abaixo.

Figura 4.10: Microanálise pontual de elementos por MEV/ EDS para amostra solidificada na posição 100 mm da interface de transferência de calor, considerando um maior aumento.



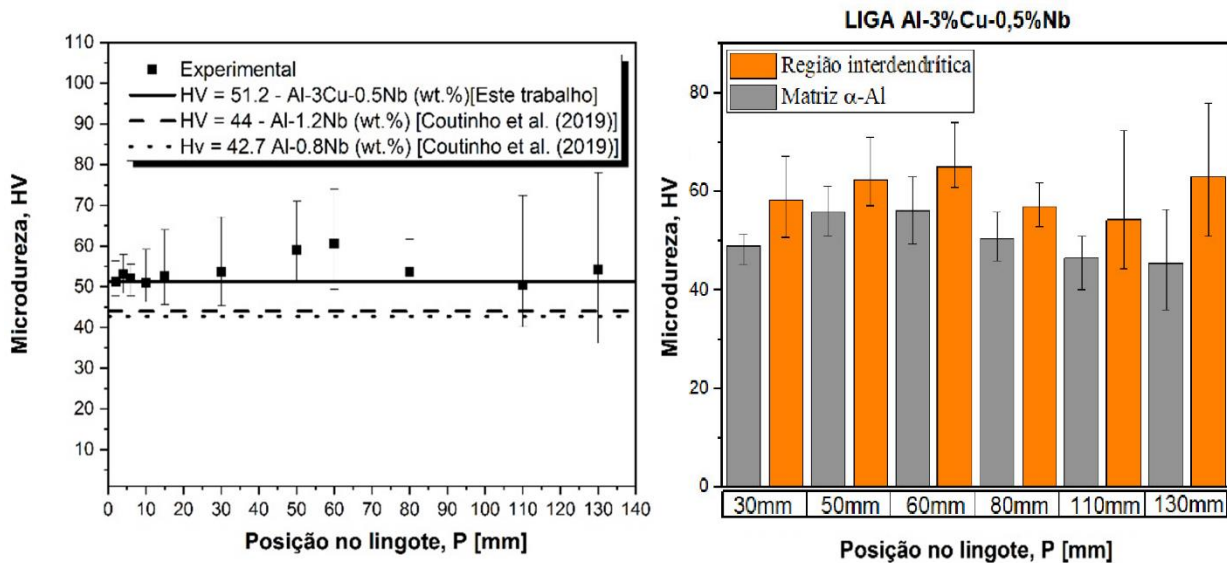
Fonte: Autoria própria.

A Figura 4.11 apresenta os resultados experimentais das medições de microdureza Vickers (HV) para amostras solidificadas em várias posições da interface de transferência de calor. Observou-se que não houve variação da HV ao longo do comprimento do lingote, assumindo-se um valor médio igual a 55 HV, como mostrado na Figura 11a. A Figura 4.11b mostra os valores de HV medidos nas fases rica em Al (centro das dendritas) e sobre as fases interdendríticas. Como esperado, devido à presença de fases duras que constituem a mistura eutética interdendrítica, foram alcançados maiores valores de HV sobre as fases intermetálicas Fe e  $\text{Al}_2\text{Cu}$ .

Uma análise comparativa com resultados da literatura elaborada para ligas binárias de  $\text{Al-xNb}$  ( $x = 0,8$  e  $1,2\%$  em peso) foi realizada neste estudo, e os resultados também são mostrados na Figura 4.11a (COUTINHO et al, 2019). Claramente, maiores valores de HV foram alcançados para a liga ternária  $\text{Al-3\%Cu-0,5\%Nb}$  investigada na presente investigação. Isso pode ser devido à presença da fase intermetálica  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  de alta dureza segregada nas regiões interdendríticas. Por outro lado, Sousa (2019) elaborou estudos sobre a evolução da microestrutura bruta de fusão de ligas eutéticas  $\text{Al-xCu-0,4\%Nb}$  ( $x=6$  e  $8$ ) solidificadas unidirecionalmente e os valores de HV variaram em média de 80 a 110 HV, superior aos valores

encontrados no presente trabalho. É importante entender que as frações de fases da mistura eutética constituídas de alta dureza ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) são superiores às da liga investigada no presente trabalho. Isto provavelmente pode estar influenciando nos maiores valores de HV encontrado por Sousa (2019).

Figura 4.11: Resultados das medidas da microdureza Vickers (HV): (a) comparação com a literatura e (b) medição HV nas fases primárias ricas em Al e região interdendrítica.



Fonte: Autoria própria.

#### 4.4. TRATAMENTO TÉRMICO T6

##### 4.4.1. Caracterização microestrutural

Na Figura 4.12 abaixo evidencia-se a microestrutura resultante de uma amostra da liga  $\text{Al3\%Cu0,5\%Nb}$  após tratamento térmico T6 para três diferentes posições a partir da base de extração de calor. Observou-se, para todas as amostras tratadas termicamente, que o referido tratamento térmico aplicado nas amostras solidificadas, sob as condições assumidas em ambos processos, não teve influência significativa sobre os espaçamentos dendríticos secundários, uma vez que os valores médios de  $\lambda_2$  encontrados nas amostras tratadas por T6 encontram-se os valores mínimos e máximos obtidos para as amostras solidificadas, como pode ser observado pelas análise comparativa concomitante entre a Figura 4.5 e 4.12 como por exemplo para a posição de 50mm, onde em amostras brutas de solidificação foi obtido valores  $35,4\mu\text{m}$  e para tratadas termicamente valores de  $30,6\mu\text{m}$ . Nas condições dos resultados da Figura 4.12, foram utilizados tempos de solubilização de 3 horas e envelhecimento artificial de 1 horas.



Figura 4.12: Microestruturas da liga Al3%Cu0,5%Nb após tratamento térmico T6 com Solubilização de 3 Horas a  $495 \pm 2^\circ\text{C}$  e envelhecimento artificial de 1h.



**P = 2 mm**

**Solubilização = 3 Horas a  $495 \pm 2^\circ\text{C}$ .**

**Envelhecimento a  $155^\circ\text{C}$  por 1 hora**

**$\lambda_2 = 21,08 \mu\text{m}$**

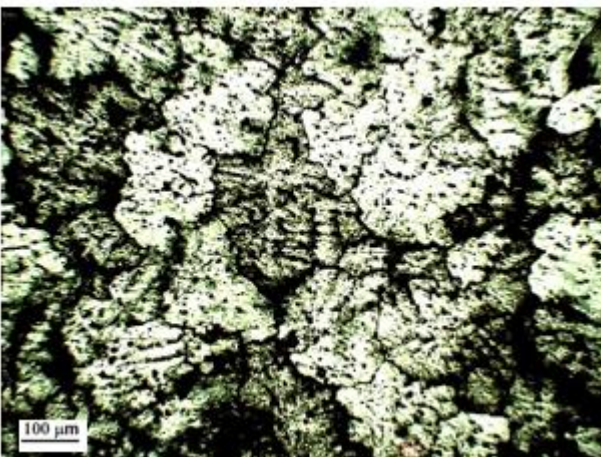


**P = 50 mm**

**Solubilização = 3 Horas a  $495 \pm 2^\circ\text{C}$ .**

**Envelhecimento a  $155^\circ\text{C}$  por 1 hora**

**$\lambda_2 = 30,6 \mu\text{m}$**



**P = 100 mm**

**Solubilização = 3 Horas a  $495 \pm 2^\circ\text{C}$ .**

**Envelhecimento a  $155^\circ\text{C}$  por 1 hora**

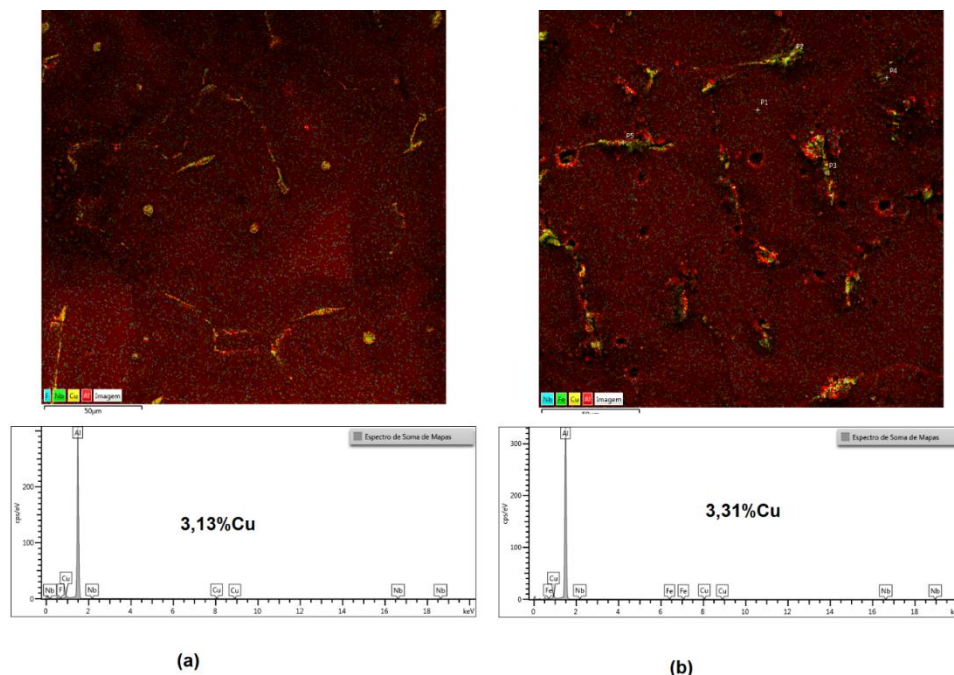
**$\lambda_2 = 73,3 \mu\text{m}$**

Fonte: Autoria própria

As Figuras 4.13 e 4.14 mostram duas imagens obtidas através do microscópio eletrônico de varredura (MEV/EDS) para duas diferentes posições da base refrigerada, uma mais próxima,

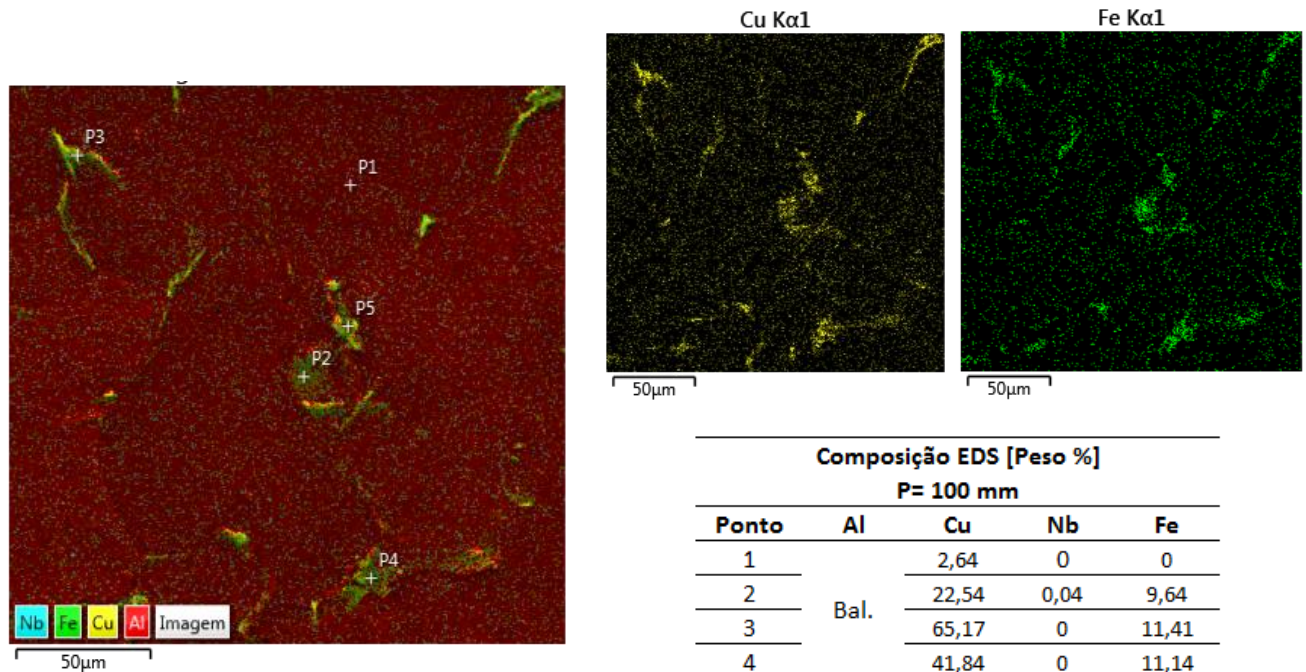
ou seja, 50mm (solidificada e tratada termicamente) e outra na posição de 100 mm (tratada por T6), sendo que as amostras tratadas termicamente foram com solubilização de 3 horas a 495°C e envelhecimento artificial de 1 hora. Na Figura 4.13, observa-se o aumento do teor de Cu de 3.13% para 3,33% quando aplicado o referido tratamento, indicando a dissolução de Cu na matriz de Al da amostra tratada termicamente durante a etapa de solubilização. De uma forma mais acentuada pode ser observado quando se compara as Figuras 4.9 e 4.14, nas quais foram realizadas microanálises pontuais por MEV/EDS em amostras solidificadas e tratadas termicamente, respectivamente, a partir das quais verifica-se um aumento do teor de Cu de 1,1% para 2,64%. Observa-se, portanto, que o constituinte eutético  $Al_2Cu$  foi solubilizado na matriz rica em alumínio. Por outro lado, as demais fases presentes nas regiões interdendríticas de ambas as imagens representadas pelas figuras em análise, são compostos intermetálicos binários e ternários à base de Fe, uma vez que as análises pontuais de elementos mostram ao mesmo tempo as presenças Cu, Al e Fe (BARROS, 2018, LIMA, 2018).

Figura 4.13: Microanálise de elementos de área por da liga Al-3%Cu-0,5%Nb para amostras na posição 50mm: (a) solidificada e (b) tratadas por T6.



Fonte: Autoria própria

Figura 4.14: Análise pontual de EDS e mapas composicionais em micrografias longitudinais da posição de 100mm obtidas por MEV da liga Al-3%Cu-0,5%Nb após a solubilização.



Fonte: Autoria própria.

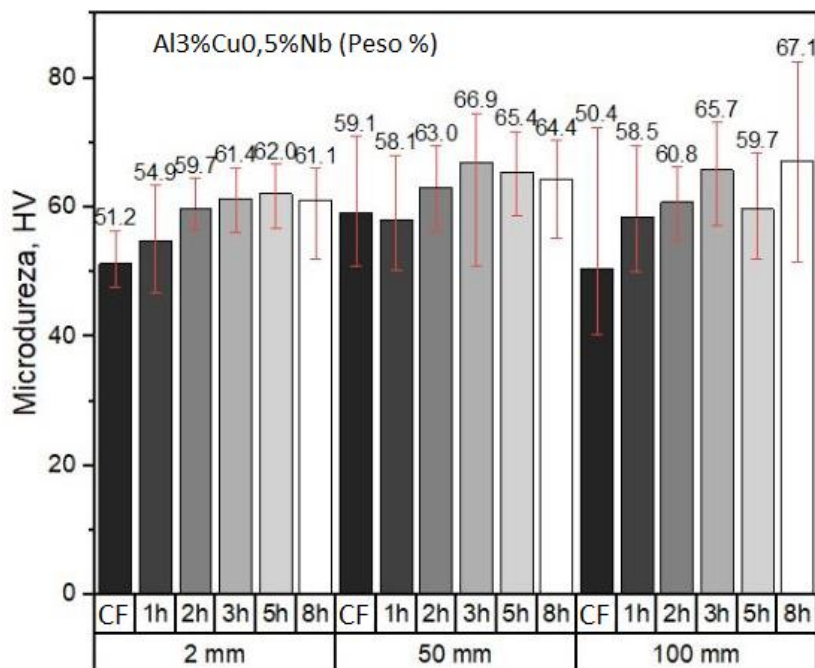
#### 4.5. Resultados microdureza após T6

A Figura 4.15 evidencia a análise comparativa dos valores de microdureza em ambas as amostras solidificadas e tratadas termicamente nas posições de 2, 50 e 100 mm. Nota-se o endurecimento após o tratamento térmico nas condições assumidas, sendo que os maiores níveis de endurecimento foram alcançados para tempos mais longos de envelhecimento. Sabe-se que no processo de solubilização, na temperatura correspondente aos campos monofásicos do diagrama de equilíbrio de fases, as fases  $\theta$ - Al<sub>2</sub>Cu interdendríticas típicas de solidificação da liga Al-3%Cu-0.5%Nb, encontra condições termodinâmicas favoráveis para migrarem para a matriz rica em alumínio (Al $\alpha$ ) e, assim, solubilizam-se por mecanismos de difusão. Nessas condições, a microestrutura resultante dessa etapa é constituída por uma matriz metaestável saturada, com o composto Al<sub>2</sub>Cu completamente dissolvido Al $\alpha$ . Por sua vez, com o envelhecimento artificial inicia uma sequência de precipitação com a fase  $\theta$ - Al<sub>2</sub>Cu dispersa finamente na matriz, a qual com o decorrer do envelhecimento as fases  $\theta$  coalescem e crescem,

distorcem a rede cristalina da matriz, criando campos de tensões, e endurecendo-a., como observado pelo comportamento de HV com aumento de  $t_{env}$  na Figura 4.16.

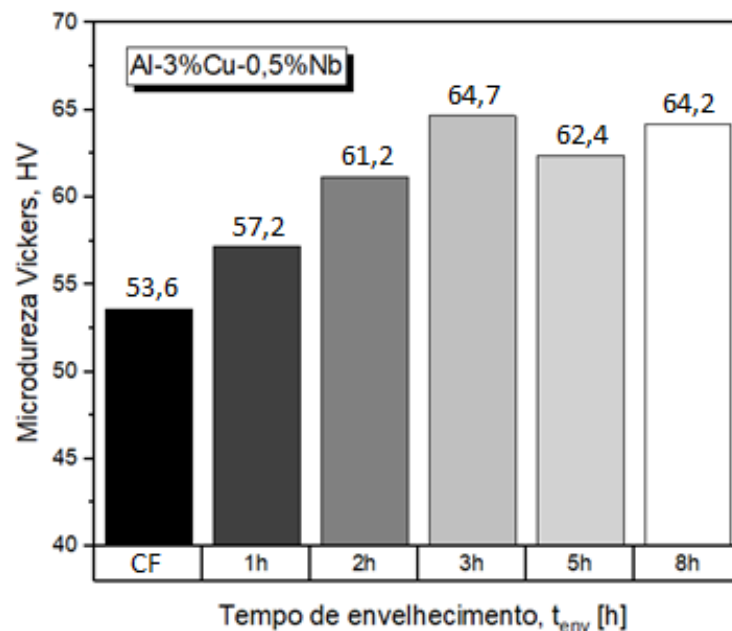
Os resultados mostrados na Figura 4.16 representam os valores médios para ambas as amostras solidificadas e tratadas termicamente para todos os tempos ( $t_{env}$ ) assumidos, mostrando a microdureza HV aumentando com o decorrer do tratamento térmico, alcançando o endurecimento máximo para o  $t_{env} = 3h$ , ou seja, um aumento de 17% da dureza nas amostras como fundidas (CF).

Figura 4.15: Análise comparativa de HV entre amostras solidificadas e tratadas termicamente por T6.



Fonte: Autoria própria.

Figura 4.16: Médias dos valores de HV calculadas a partir da Figura 4.15.



Fonte: Autoria própria.

### 4.3. Análise Teórico-Experimental de Crescimento Dendrítico Secundário.

Como observado na Figura 4.4 a macroestrutura da liga investigada foi constituída em toda extensão do lingote resultante por grãos equiaxiais e refinados, cujos núcleos dendríticos crescem de forma isotrópica e controlados pelos parâmetros térmicos, sem uma direção preferencial de crescimento, e todas a microestrutura da fase primária é composta por dendritas equiaxiais.

Bouchard e Kirkaldy (BK) [1997] derivaram uma expressão matemática, que é muito semelhante à fórmula do comprimento de onda marginal independente do gradiente de temperatura de Mullins e Sekerka [1964], para aplicação em ligas binárias, recomendada de forma calibrada para futuras previsões de espaçamentos dendríticos secundários em condições de solidificação sob regime transitório de extração de calor. O referido modelo, como observado na Equação 4.1, associa  $\lambda_2$  como uma função da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ).

$$\lambda_2 = 2a_2\pi \left[ \frac{4\Gamma/T_m}{c_0[(1-k_0)/D_L]^2} \right]^{\frac{1}{3}} (V_L)^{-2/3} \quad (4.1)$$

onde  $a_2$  é o fator de calibração, e  $T_m$  é a temperatura de fusão do solvente, mas assumido neste trabalho como  $T_L$  da liga investigada,  $D_L$  é o coeficiente de difusão no líquido, assim como  $\Gamma$  é o coeficiente de Gibbs Thomson, e  $V_L$  é a velocidade de crescimento da isoterma *liquidus*. Os valores dessas propriedades termofísicas, usada, para simular os valores teóricos a partir do modelo matemático de BK, encontram-se apresentadas na Tabela 4.1.

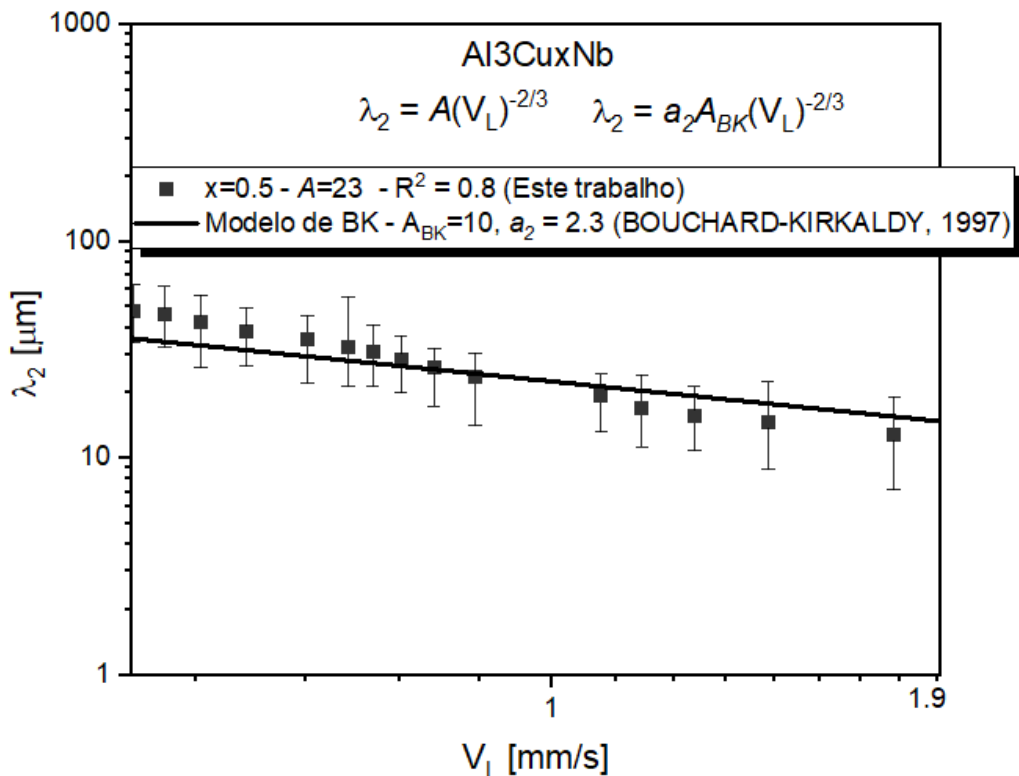
Tabela 4.1: Propriedades termofísicas da liga investigada usada para simular o modelo de Bouchard-Kirkaldy.

Propriedades	Símbolo	Unidade	Valor	Autores
<i>Coeficiente de difusão no líquido</i>	$D_L$	$m^2s^{-1}$	$3.5 \times 10^{-9}$	[BOUCHARD-KIRKALDY, 1997]
<i>Coeficiente de partição de soluto</i>	$k_o$	-	0.14	[BOUCHARD-KIRKALDY, 1997]
<i>Composição Eutética</i>	$C_E$	Wt. %	33.4*	
<i>Coeficiente de Gobbs Thomson</i>	$\Gamma$	$K.m$	$\cong 2.41 \times 10^{-7}$	[GÜNDÜZ E. ÇADIRLI, 2002]

Fonte: Autoria própria.

Visando validar os resultados experimentais do presente trabalho bem como ajustar os valores simulados pelo modelo de BK, os valores de  $\lambda_2$  ambos experimentais e teóricos foram comparados e os resultados mostrados na Figura 4.17. Embora o supramencionado modelo matemático tenha sido desenvolvido para ligas binárias sob condições solidificação direcional de extração de calor, no presente trabalho o teor de Nb assumido na composição final da liga ternária Al-3%Cu-5%Nb investigada encontrou-se completamente na matriz formando uma solução sólida com o binário Al-Cu e com fases intermetálicas  $Al_2Cu$  segregadas nas regiões interdendríticas, assumiu-se nesta comparação as propriedades termofísicas do sistema binário Al-Cu, como apresentadas na Tabela 4.1. Observa-se que os valores simulados de  $\lambda_2$  para a liga multicomponente deste trabalho, ajustam-se muito bem para um fator de correção  $a_2=2.3$ . Bouchard-Kirkaldy (1997) propuseram um valor de  $a_2=5$  para ligas binárias Al-Cu.

Figura 4.17: Análise teórico-experimental de modelos de crescimento de braços dendríticos secundários.



Fonte: Autoria própria.

## CONCLUSÕES

Os experimentos de solidificação horizontal e o tratamento térmico realizados com a liga Al-3%Cu-0,5%, sob as condições operacionais assumidas, bem como os resultados encontrados e análise correspondentes, permitiram extrair as seguintes conclusões:

- (1) As análises de Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC) concluíram que os valores de temperatura liquidus da liga binária Al-4Nb e ternária Al-3%Cu-0,5%Nb são respectivamente 664°C e 653°C. Isto permitiu viabilizar os experimentos de solidificação horizontal.
- (2) As características das curvas de resfriamento e aquecimento obtidas por DSC em condições próximas do equilíbrio (5°C/min) e por outra obtida experimentalmente com taxa de resfriamento igual a 27°/min para a liga base Al-4Nb, mostraram ser típicas de uma reação eutética, uma vez que somente uma temperatura de mudança de estado físico foi notada.
- (3) Para os níveis de taxas de resfriamento (0,6 a 50 °C/s) obtidos durante a solidificação horizontal transiente da liga Al-3%Cu-0,5%Nb, observou-se o elemento Nb completamente dissolvido na matriz, formando uma solução sólida. Foi possível, portanto, deduzir para a liga investigada e sob as condições de solidificação assumidas no presente trabalho, que para teores de Nb <0,5 (% em peso) podem ser encontrados em solução sólida com a matriz de Al.
- (4) Como esperado, os parâmetros térmicos  $V_L$  e  $T_R$  diminuem com o avanço da solidificação, devido ao aumento da camada de solidificação que atua como resistência térmica por condução à extração de calor. Foram obtidas expressões matemáticas de potências que relacionam  $V_L=2,17(P)^{-0,3}$  e  $T_R=82,8(P)^{-0,7}$  de forma inversa com a posição no lingote, cujos expoentes -2/3 e -1/3 e estão absolutamente concordantes com a literatura. Logo, a adição de Nb na liga Al-3%Cu não influenciou nas leis matemáticas de potência que predizem o crescimento dendrítico secundário com a variação de  $V_L$  e  $T_R$ .
- (5) A microestrutura final das amostras da liga Al-3%Cu-0,5%Nb, resultante da solidificação horizontal transitória, foi composta por uma fase primária constituída de

uma rede dendrítica e por segundas fases intermetálicas formando a seguinte mistura eutética:  $Al\alpha_{\text{eutética}} + \theta-Al_2Cu$  + compostos intermetálicos de Fe.

- (6) Convencionalmente, as análises mecânicas por meio dos resultados do ensaio de microdureza Vickers (HV), mostraram que HV não variou ao longo do comprimento do lingote, assumindo um valor médio igual a  $55 \text{ kg/mm}^2$ . Como esperado, verificou-se maiores valores de HV sobre as fases duras interdendríticas ( $\theta-Al_2Cu$  + compostos intermetálicos de Fe) quando comparados com as medidas sobre a fase  $Al\alpha$  (matriz).
- (7) As análises comparativas de HV deste trabalho com resultados da literatura para ligas binárias Al-Nb solidificadas direcionalmente, indicaram que a fase  $\theta-Al_2Cu$  assume papel fundamental nos maiores valores de HV encontrados na liga ternária Al3%Cu-0,5%Nb.
- (8) Observou-se que o tratamento térmico T6 aplicado nas amostras solidificadas, sob as condições assumidas em ambos os processos, não afetou significativamente os espaçamentos dendríticos secundários;
- (9) Observou-se endurecimento por precipitação após o tratamento térmico T6, e aumento máximo de 17% dos valores de HV com a sequência de precipitação da fase  $\theta-Al_2Cu$  com o decorrer do envelhecimento, para o tempo de 3h..
- (10) Finalmente, a análise teórico-experimental realizada neste trabalho sobre modelos de crescimento de espaçamentos dendríticos secundários, permitiram admitir que embora os valores de  $\lambda_2$  experimentais, obtidos neste trabalho para as condições assumidas, crescem como dendritas equiaxiais, o modelo matemático de Bouchard-Kirkaldy, apesar de desenvolvidos para ligas binárias, representaram muito bem os dados experimentais deste trabalho e, assim, deduz-se que o mesmo pode ser usado para ligas ternárias quando o terceiro elemento for bem diluído na matriz.



## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- (1) Investigar a evolução microestrutural e seus efeitos na microdureza para outras composições de Nb em ligas Al-3%Cu-xMg solidificadas nas mesmas condições deste trabalho;
- (2) Estudar os efeitos da adição de Nb nas resistências ao desgaste e corrosão eletroquímica em ligas Al-3%Cu-xNb solidificadas e tratadas termicamente por T6;
- (3) Avaliar o papel do Nb na condutividade elétrica de ligas Al-3%Cu-xNb solidificadas e tratadas termicamente por T6.
- (4) Aplicar o tratamento térmico T6 para outras composições de Nb em ligas Al-3%Cu-xNb solidificadas horizontalmente, nas mesmas e diferentes condições assumidas neste trabalho.



## REFERÊNCIAS

ALVES, A. R.; COUTINHO, A. dos R. **The Evolution of the Niobium Production in Brazil. Materials Research**, v. 18, n. 1, p. 106–112, 2015.

ARAUJO, Fernando L. G. U. **Avaliação do diagrama de fases Ni-Al-Nb e obtenção da estrutura eutética NiAl-NiAlNb**. Dissertação (Mestrado em engenharia mecânica) – Unicamp, Campinas, 2002.

ARAUJO, R. L. M. **Interrelação entre variáveis térmicas, espaçamentos dendríticos primários e microdureza durante a solidificação direcional de um aliga multicomponente Al-Cu-Si**. Dissertação (Mestrado em engenharia industrial) UFPA, Pará, 2015.

ARAÚJO, E.C.; BARROS, A.S.; KIKUCHI, R.H., SILVA, A.P.; GONÇALVES, F.A.; MOREIRA, A.L.; ROCHA, O.L. **The Role of Si and Cu Alloying Elements on the Dendritic Growth and Microhardness in Horizontally Solidified Binary and Multicomponent Aluminum-Based Alloys**. *Metall Mater Trans A*; v. 48, p.1163-75, 2017.

AZEVEDO, H. M; MACHADO, G. H.; BARBOSA, C. R. ROCHA, F. S; COSTA, R. B.; COSTA, T. A.; ROCHA, O. L. **Microstructural Development of an AlNiBi Alloy and Influence of the Transient Horizontal Solidification Parameters on Microhardness**. *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*, 2018.

AZEVEDO, Hugo André Magalhães. **Efeito dos parâmetros térmicos e microestruturais na Resistencia ao desgaste micro-abrasivo da liga Al-7%Si-0,3%Mg**. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia de materiais) -Instituto federal do Pará, Belém, Pará, 2019.

BARBOSA C. R. **Inter-relação entre solidificação, tratamento térmico, corrosão eletroquímica, microestrutura, e propriedades mecânicas de uma liga automobilística AlSiMg**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de materiais) – IFPA, Belém, Pa, 2019.

BARROS A., CRUZ C. SILVA A.P., ET A.L. **Horizontally Solidified Al–3 wt%Cu–(0.5 wt%Mg) Alloys: Tailoring Thermal Parameters, Microstructure, Microhardness, and Corrosion Behavior**. *Acta Metall Sin-Engl*, v.32, p.695–709, 2019.

BARROS A.S, MAGNO I.A, SOUZA F.A, MOTA C.A, MOREIRA A.L, SILVA M.A, ROCHA O.L. **Measurements of microhardness during transient horizontal directional solidification of Al-Rich Al-Cu alloys: Effect of thermal parameters, primary dendrite arm spacing and Al<sub>2</sub>Cu intermetallic phase**. *Met Mater Int*. v.21, p. 429-39, 2015.

BARROS A.S.; SILVA A.P.; FERREIRA I.L, ROCHA O.L.; MOREIRA A.L. **Effect of Interfacial Heat Transfer Coefficient on Dendritic Growth and Microhardness during Horizontal Directional Solidification of an Aluminum-Copper Alloy**. *Defect Diffus Forum*. v. 367, p.10-17, 2016

BARROS A.S.; SILVA M.A.P.S.; ROCHA O.F.L.; MOREIRA, A.L.S. **Thermal Parameters, Tertiary Dendritic Growth and Microhardness of Directionally Solidified Al-3wt%Cu Alloy**. *Mater Sci Forum*. v. 869, p. 452-457,2016.



BARROS, A. S. **Solidificação horizontal das ligas Al-3%Cu e Al-3%Cu-0,5%Mg: estrutura dendrítica, microdureza, resistência à corrosão e aplicação do tratamento térmico T6 na liga ternária.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Pará, Belém, Pará, 2018.

BOAS, G. P. V.; FERREIRA, V. O.; CARDOSO, I. T. A. P.; ASSUNÇÃO, P. D. C. **Caracterização de nióbio metálico através de microscópio eletrônico de varredura (MEV).** CONEM, Fortaleza-Ceará, 2015.

BOUCHARD, D; KIRKALDY, J.S. **Predition of dendrite arm spacings in unsteady-and steady-state heat flow of unidirectionally solidified binary alloys.** Metall. Mater. Tans. B. v. 28, p651-663, 1997.

BRITO, C. C. **Parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação transitória de Ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e correlação com resistências mecânicas e à corrosão.** Tese (Doutorado em engenharia Mecânica) -Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2016.

BOLZONI, L.; NOWAK, M.; HARI BABU, N. **Assessment of the influence of Al-2Nb-2B master alloy on the grain refinement and properties of LM6 (A413) alloy.** Materials Science & Engineering A, V. 628, P. 230-237, 2015.

ÇADIRLI E. **Effect of solidification parameters on mechanical properties of directionally solidified Al-Rich Al-Cu alloys.** Met Mater Int. v.19, p. 411-22, 2013.

CAR, T.; SALAMON, K.; RADIC, N.; IVKOV, J. **Elastic Energy Fraction as the Phenomenological Connection Between Electrical, Mechanical and Thermal Properties of the Al-(Nb, Mo, Ta, W) Amorphous Thin Films.** Metals and Materials International, v. 25, p. 1227-1234.

CASTILHO, W. S. **Influência do tempo de imersão em nitrogênio líquido nas propriedades mecânicas da liga Ni 55 Ti 44 com efeito.** Revista Liberato, v. 17, n. 2178-8820, p. 119-252, 2016.

CBMM - Companhia Brasileira de Mineração e Metalurgia. Disponível em:  
<<http://www.cbmmtech.ch/Paginas/biblioteca-tecnica-do-niobio.aspx>>.

COCHARD, A.; ZHUB, K.; JOULIÉA, S.; DOUINA J.; HUEZB, J.; ROBBIOLAC, L. SCIAUA, BRUNETA, M. **Natural Aging on Al-Cu-Mg Structural Hardening Alloys – Investigation of Two Historical Duralumin for Aeronautics.** Materials Science and Engineering A, v. 690. p. 259-269, 2017.

COLINET, C.; PASTUREL, A.; NGUYEN MANH, D.; PEPITTIFO. D. G.; MIODOWNIK, P. **Phase-stability study of the Al-Nb system.** Physical Review B, v. 56, n. 2, p. 552- 565, 1997.

COSTA, M. O. **Solidificação horizontal de uma liga ternária duralumínio AlCuSi: análise térmica, microestrutura e microdureza.** Dissertação (Mestrado engenharia mecânica) - UFPA, PA, 2020.



COSTA, T.A.; DIAS, F. M.; GOMES, L.G.; ROCHA, O.L.; GARCIA, A. **Effect of solution time in T6 heat treatment on microstructure and hardness of a directionally solidified Al-Si-Cu alloy**. *J. Alloy Compd.* V. 683, p. 485-94, 2016.

COSTA, Thiago Antonio Paixão de Sousa. **Microestruturas de Solidificação e Resistência ao Desgaste de Ligas Monoteicas Al-Bi-Sn**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo/Campinas, 2016.

COSTA, Thiago Antonio Paixão de Sousa. **Influência dos parâmetros térmicos na formação da microestrutura de ligas ternárias Al-Cu-Si solidificadas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) -UFPA, PA, 2013.

COSTA, T. A.; MOREIRA, A. L.; MOUTINHO D. J.; DIAS, M.; FERREIRA, I. L.; SPINELLI, J. E.; ROCHA, O. L.; GARCIA, A. **Growth direction and Si alloying affecting directionally solidified structures of Al-Cu-Si alloys**. *Mater Sci Technol.* v. 31, p. 1103-1112, 2015.

COUTINHO, M. M. **Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga Al0,4%Nb em diferentes condições de solidificação**. Dissertação (Mestrado em Integridade de materiais da engenharia) - Faculdade UnB, Universidade de Brasília, DF, 2018.

COUTINHO, M. M.; SILVA, J. I.; SOUSA, T. P.; ROSA, D. M. **Upward Unsteady-State Solidification of Dilute Al-Nb Alloys: Microstructure Characterization, Microhardness, Dynamic Modulus of Elasticity, Damping, and XRD Analyses**. *Metals.* v.9, p.713, 2019.

CURY, Paula Leticia Correa de Toledo. **Processamento e caracterização de novas ligas a base de Nb-Ti para aplicações de turbinas aeronáuticas**. Dissertação (Mestrado em engenharia de materiais) – Universidade de São Paulo, 2017.

DIAS, F., J. M. KIKUCHI, R. H., COSTA, T. A. P. S., MOREIRA, A. L. S., ROCHA, O. F. L. **Influência das Variáveis Térmicas Sobre os Espaçamentos Dendríticos Terciários durante a Solidificação Direcional Horizontal da Liga Al-6%Cu**. *Revista Matéria.* p.47-63,2015.

DJURDJEVIC, M.; STOCKWELL, T.; SOKOLOWSKI, J. **The effect of strontium on the microstructure of the aluminium-silicon and aluminium-copper eutectics in the 319 aluminium alloy**. *International Journal of Cast Metals Research*, v. 12, n. 2, p. 67–73, 1999.

DNPM - Departamento Nacional de Produção Mineral. Disponível em:  
<<http://www.anm.gov.br/dnpm/sumarios/aluminio-sumario-mineral-2014/view>>.

ELLIOTT, R.; SHUNK, F. The Al-Nb system. **Bulletin of Alloy Phase Diagrams**, v. 2, n. 1, p. 75–81, 1981.

FERREIRA, I. L.; SIQUEIRA, C.; SANTOS, C. A.; GARCIA, A. **Theoretical and Experimental Analysis of Inverse Segregation During Unidirectional Solidification of an Al6.2wt%Cu alloy**. *Scripta Materialia*, v.49, p. 339 - 344, 2003.



FERREIRA I.L.; MOUTINHO D.J.; GOMES L.G.; ROCHA O.L.; GOULART, P.R.; GARCIA, A. **Microstructural Development in a Ternary Al-Cu-Si Alloy during Transient Solidification.** Mater Sci Forum. v.636-637, p.643-50, 2010.

FERREIRA, I. L.; SPINELLI, J. E.; NESTLER, B.; GARCIA, A. **Influences of Solute Content, Melt Superheat and Growth Direction on the Transient Metal/Mold Interfacial Heat Transfer Coefficient During Solidification of Sn-Pb Alloys.** Materials Chemistry and Physics. v.111, p. 444-454, 2008.

FERREIRA, I. L.; MOREIRA, A.; AVIZ, J.; COSTA, T.; ROCHA, O. L.; BARROS, A.; GARCIA, A. **On Na expression. For the growth of secondary dendrite arm spacing during non-equilibrium solidification of multicomponent alloy: Validation against ternary aluminum-based alloys.** J. Manuf. Process. v. 35, p. 634-650, 2018.

FETZER, R. S. **Al-Cu-Nb (Aluminium - Copper - Niobium).** SpringerMaterials, v. 11A2, p. 98-103, 2005

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações.** 2. Ed. São Paulo: Unicamp, 2007.

GARCIA, U.; BATISTA, W. W.; CARAM, R. **Modificação da Microestrutura do Composto Intermetálico NiAl pela Adição de Nb.** 14º CBECIMAT, São Paulo-SP, 2020.

GOMES, Laércio Gouveia. **Microestrutura dendrítica, microsegregação e micro porosidade na solidificação de ligas ternárias Al-Si-Cu.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade de Campinas, Campinas, 2012.

GRILL, R.; GNADENBERGER, A. **Niobium as mint metal: Production–properties–processing.** International Journal of Refractory Metals & Hard Materials. v. 24, 275-282, 2005.

GÜNDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. **Directional solidification of aluminum–copper alloys.** Materials Science and Engineering A. v. 327, p. 167–185, 2002.

HE, C.; STEIN, F.; PALM, M. **Thermodynamic description of the systems Co–Nb, Al–Nb and Co–Al–Nb.** Journal of Alloys and Compounds, v. 637, p. 361-375, 2015.

JESUS, Emerson. **Influência da granulometria de Nióbio e tempo de moagem na obtenção da liga Al1,2%Nb via metalurgia do Pó.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade de Brasília, 2018.

JORDA, J. L.; FLÜKIGER, R.; MULLER, J. **A new metallurgical investigation of the niobium-aluminium system.** Journal of the Legs-common Metals, v. 75, p. 227-239, 1980.

KAKITANI, R.; GOUVEIA G. L.; GARCIA, A.; CHEUNG, N.; SPINELLI, J. E. **Thermal analysis during solidification of an Al–Cu eutectic alloy: interrelation of thermal parameters, microstructure, and hardness.** J Therm Anal Calorim. p.1-14, 2019.

KAYGISIZ, Y.; MARAŞLI, N. **Microstructural, Mechanical, and Electrical Characterization of Directionally Solidified Al-Cu-Mg Eutectic Alloy.** Materials Science & Engineering A. v. 690, pp. 259-269, 2017.



KOUTNA, N.; ERDELY, P.; ZOHRER, S.; FRANZ, R.; DU, Y.; LIU, S.; MAYRHOFER, P. H.; HOLEC, D. **Experimental Chemistry and Structural Stability of AlNb<sub>3</sub> Enabled by Antisite Defects Formation**. *Materials*, v. 12, p. 1104, 2019.

LETAKO, J.; MORAWIEC, H. **High temperature Cu-Al-Nb - based shape memory alloys**. *Institute of Physics and Chemistry of Metals*, v. 11, n. PR8, p. 487-492.

LIMA, José O. M. **Efeito dos parâmetros térmicos na microestrutura e microdureza da liga Al<sub>7</sub>Si<sub>0,3</sub>Mg (0,15Fe) via solidificação horizontal transiente**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Instituto de Tecnologia da Universidade Federal do Pará, 2018.

LUCENA, João M. C. **Mercado de nióbio**. TCC (Bacharelado em Geologia) – UFRJ, RJ, 2010.

MAHDOUK, K.; GANCHON, J. C.; BOUIRDEN, L. **Enthalpies of formation of the Al-Nb intermetallic compounds**. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 268, p. 118–121, 1998.

MAGNO I.A., SOUZA F.A., COSTA M.O., NASCIMENTO J.M., SILVA A.P., COSTA T.S., ROCHA O.L. **Interconnection between the solidification and precipitation hardening processes of an AlSiCu alloy**. *J Mater Sci Technol*. v.57, 91-806, 2019.

MAGNO, I. A. B. **Efeito do tratamento térmico T6 na microestrutura e microdureza de zuma liga de alumínio 319.1 solidificada horizontalmente**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará, Belém, 2018.

MATTOS, M. V. R. et al. **A influência do nióbio na microestrutura de propriedades mecânicas do alumínio: uma revisão. Engenharia na prática: importância teórica e tecnológica** / Organizadora Franciele Braga Machado Tullio. – Ponta Grossa, PR: Atena, p. 14-21, 2020.

Metais mais raros da Terra entram para "lista de risco". Meio ambiente. *Inovação Tecnológica*. 15 de setembro de 2011. Consultado em 21 de dezembro de 2018.

MORRIS, D.G.; REQUEJO, L.M.; MUÑOZ-MORRIS, M.A. **A study of precipitation in DO<sub>3</sub> ordered Fe-Al-Nb alloy**. *Intermetallics*, v. 13, p. 862–871, 2005.

MOTA, Marilsa Aparecida. **Microestrutura de solidificação e propriedades de ligas eutécticas no sistema Fe-Al-Nb**. Tese (Doutorado em engenharia mecânica) – Unicamp, 2002.

MOUTINHO, D. J. C. **Análise da Evolução Microestrutural e da Formação de Macrosegregação e Microporosidade na Solidificação Unidirecional Transitória de Ligas Ternárias Al-Cu-Si**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade de Campinas, Campinas, 2012.

MUNITZ, A.; GOKHALE, A. B.; ABBASCHIAN, R. **The effect of supercooling on the microstructure of Al-Nb alloys**. *Journal of materials Science*, v.35, p.2263 – 2271, 2000.

MULLINS, W. W.; SEKERKA, R. F. **Stability a planar interface during solidification of a dilute binary alloy**. *Journal of applaide physics*, v. 33, n. 2, p. 444-451, 1964.



NASCIMENTO, Luciano; MELNYK, Anastasiia. **Propriedade microestrutural do refinamento da liga amorfa Al<sub>154</sub>Nb<sub>45</sub>B<sub>5</sub> por moagem mecânica.** Ver. Cubana de Quím. v.29, n.2, Cuba, ago, 2017.

NOVAKOVIC, R. **Thermodynamics, surface properties and microscopic functions of liquid Al–Nb and Nb–Ti alloys.** Journal of Non-Crystalline Solids, v. 356, p. 1593–1598, 2010.

NOWAK, M.; YEOH, W. K.; BOLZONI, L.; HARI BABU, N. **Development of Al–Nb–B master alloys using Nb and KBF<sub>4</sub> Powders.** Materials and Design, v. 75, p. 40-46, 2015.

OSÓRIO W. R.; MOUTINHO D. J.; PEIXOTO L. C.; FERREIRA I. L.; GARCIA, A. **Macrosegregation and microstructure dendritic array affecting the electrochemical behaviour of ternary Al–Cu–Si alloys.** Electrochimica Acta, v. 56, p. 8412-8421, 2011.

OSÓRIO, W. R.; SIQUEIRA, C. A.; SANTOS, C.A.; GARCIA, A. **The correlation between electrochemical corrosion resistance and mechanical strength of As-cast Al-Cu and Al-Si alloys.** International Journal of Electrochemical Science. v. 6, p. 6275-6289, 2011.

OSÓRIO, Wislei Riuper Ramos. **Análise da Influência de Parâmetros Estruturais da Solidificação de Metais e Ligas na Resistência à Corrosão.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) -Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, Campinas, São Paulo. 2004.

PAPADIMILTRIOU, I.; UTTON, C.; TSAKIROPOULOS, P. **Phase Equilibria in the Nb-Rich Region of Al-Nb-Sn at 900 and 1200 °C.** Materials, v. 12, p. 2759, 2019.

PERES, M. D.; SIQUEIRA C. A.; GARCIA A. **Macrostructural and microstructural development in Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions.** J Alloys Compd. v. 3811, p.68-81, 2004.

PISCH, A. PASTUREL, A. **On the partial enthalpy of mixing of Nb in liquid Al.** Thermochemica Acta, v. 671, p. 103-109, 2019.

POLMEAR, I. **Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals.** 4 ed. Oxford, Burlington, MA, USA: Butterworth-Heinemann, 2006.

QUADRO, A. L.; RAPOSO, M. T.; SABARIZ, A. L. R.. **Uso do nióbio como refinador de grão para ligas de alumínio-silício.** Cadernos UniFOA, Volta Redonda, n. 30, p. 37-45, abr. 2016.

RAPPAZ, M.; BOETTINGER.; W.J. **On dendritic solidification of multicomponent alloys with unequal liquid diffusion coefficients.** Acta Materialia. v. 47, ed. 11, p. 3205-3219, 1999.

REIS B. P. **Influência da estrutura de solidificação nas condições de solubilização da liga Al-4,0%Cu.** Dissertação (Mestrado em Engenharia e tecnologia de Materiais), Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2009.

RINGER, S.; HONO, K.; POLMEAR, I.; SAKURAI, T. **Nucleation of Precipitates in Aged Al-Cu-Mg-(Ag) Alloys with High Cu:Mg Ratios.** Acta Materialia. 1996, v. 44, p.p. 1883-1898.



RIOS, Carlos. **Obtenção, Crescimento Direcional e Caracterização das Estruturas Eutéticas  $Al_3Nb-Nb_2Al$  e  $Al_3Nb-Nb_2Al-AlNbNi$** . Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, 2000.

ROCHA O. L.; COSTA, T. A.; DIAS, M.; GARCIA, A. **Cellular/dendritic transition, dendritic growth and microhardness in directionally solidified monophasic Sn-2%Sb alloy**. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. v. 28, p. 1679–1686, 2018.

ROCHA O.L, SIQUEIRA C.A, GARCIA A. **Heat flow parameters affecting dendrite spacings during unsteady-state solidification of Sn-Pb and Al-Cu alloys**. *Metall Mater Trans A*. v. 34, p. 995-1006, 2003.

ROCHA, O.F.L. **Análise Teórico-Experimental da Transição Celular/Dendrítica e da Evolução da Morfologia Dendrítica na Solidificação Unidirecional em Condições de Fluxo de Calor Transitório**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Faculdade de engenharia mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 2003.

ROCHA, Vinicius da Silva. **Correlação da força de corte no processo de usinagem com as microestruturas brutas de fusão diluídas alumínio-nióbio**. Dissertação (mestrado em integridade de materiais da engenharia) -Faculdade UnB, Universidade de Brasília, DF, 2018.

RODRIGUES, A.; LIMA, T.; VIDA, T.; BRITO, C.; GARCIA, A.; CHEUNG, N.. **Microstructure and Tensile/Corrosion Properties Relationships of Directionally Solidified Al-Cu-Ni Alloys**. *Metals and Materials International*. 2018.  
<https://doi.org/10.1007/s12540-018-0116-5>.

ROSA D.M.; SPINELLI J.E.; GARCIA A. **Tertiary dendrite arm spacing during downward transient solidification of Al-Cu and Al-Si alloys**. *Mater. Lett.* v.60, p.1871-1874, 2006.

SÁ, F.; ROCHA, O.L.; SIQUEIRA, C.; GARCIA, A. **The effect of solidification variables on tertiary dendrite arm spacing in unsteady-state directional solidification of Sn-Pb and Al-Cu alloys**. *Mater Sci Eng A*. v. 373, p.131-138, 2004.

SAMUEL, F. H.; SAMUEL, A. M.; DOTY, H. W. **Factors Controlling the Type and Morphology of Cu-Containing Phases in 319 Al Alloy (96-30)**. *Transactions of the American Foundrymen's Society*. v. 104, p. 893–902, 1996.

SANTOS, R. G. **Transformações de Fases em Materiais Metálicos**. Campinas-SP: Editora da Unicamp, 2006.

SANTOS, J. C. P.; et al. **Experimental Investigation of Phase Equilibria at 1200 °C in the Al-Nb-V System**. *J. Phase Equilib. Diffus.*, v. 41, 172–180, 2020.

SANTOS, R. **Transformação de fases em materiais metálicos**. 1. ed. São Paulo: Unicamp, 2006.

SILVA, Antonio A. A. P., et al. **Nb-Al Binary System: Reevaluation of the Solubility Limits of the (Nb),  $Nb_3Al$ ,  $Nb_2Al$  and  $NbAl_3$  Phases at High Temperatures**. *Materials Research*, v.5, p. 22, 2019.





SILVA, José I. S. **Caracterização microestrutural e mecânica de ligas diluídas de alumínio-nióbio. Dissertação (Mestrado em integridade de materiais da engenharia)** – Faculdade UnB, Universidade de Brasília, 2017.

SILVA, José Wilson de Jesus. **Novos Materiais e Tecnologias Sociais.** DI Factum, Lorena, v. 1, n. 1, p. 37-43, 2016.

SILVA, Marcos Brabo. **Interrelação entre parâmetros térmicos, espaçamentos dendríticos terciários e microdureza da liga Al-3%Cu-5,5%Si solidificada direcionalmente.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal do Pará, Belém, 2015.

SOARES, D. C. B. L.; BARROS, A. S.; DIAS, M.; MOREIRA, A. L. S.; CARDOSO, J. C. SILVA, A. P. ROCHA, O. L. **The role of thermal and microstructural parameters on corrosion resistance of unsteady-state horizontally solidified aluminum-copper hypoeutectic alloys.** International Journal of Electrochemical Science. v. 12, pp. 413-428, 2017.

SOUSA, Raquel; FERNANDES, Lucianno E.; GUERRA, Wendell. **Nióbio,** Revista Química Nova na Escola. v. 35, n 1. P. 68-69, fev. 2013.

SOUZA F, LIMA J, RIZZIOLLI C, MAGNO I, BARROS A, MOREIRA A, ROCHA O. **Microstructure and microhardness in horizontally solidified Al-7Si-0.15Fe-(3Cu; 0.3Mg) alloys.** Mater. Sci. Technol. v.34, p. 1252-1264, 2019.

SOUSA, Thiago Primo. **Evolução da microestrutura bruta de fusão de ligas Al-Cu-Nb solidificadas unidirecionalmente.** Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama. Programa de Pós-Graduação em Integridade de Materiais da Engenharia, 2019.

SOUZA, F. A. et al. **Unsteady-State Horizontal Solidification of an Al-Si-Cu-Fe Alloy: Relationship Between Thermal Parameters and Microstructure with Mechanical Properties/Fracture Feature.** Met Mater Int, v.25, p. 18-33, 2019.

SOUZA, F. A.; COSTA, M. O.; MAGNO, I. A.; NASCIMENTO, J. M.; SILVA, A. P.; COSTA, T. S.; ROCHA, O. L. **Investigation on microstructural and microhardness evolution in as-cast and T6/heat-treated samples of a horizontally solidified AlSiCu alloy.** J. Mater. Res. Technol. v.8, n. 5, p. 5046-5052, 2019.

TIAN, J.; ZHAO, Y.; HOU, H.; HAN, P. **First-Principles Investigation of the Structural, Mechanical and Thermodynamic Properties of Al<sub>2</sub>Cu Phase Under Various Pressure and Temperature Conditions.** Solid State Communications, v. 268, p. 44-50, 2017.

TILLER, W. A. **The redistribution of solute during the solidification of metals.** Acta Metallurgica. 1953, v.6, pp.428-437.

TIRYAKIOGLU, M. **A simple model to estimate solidification time-dendrite arm spacing relationships in cast aluminum alloys with two major alloying additions: application to the Al-Si-Cu system.** Metall. Mater. Trans A. v. 50, p. 2020-3032, 2019.

TOTTEN, G.E.; MACKENZIE, D.S. **Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Process.** New York: Marcel Dekker, v. 1, 2003.



UMIT BAYRAM and NECMETTIN MARALS. **Influence of Growth Rate on Eutectic Spacing, Microhardness, and Ultimate Tensile Strength in the Directionally Solidified Al-Cu-Ni Eutectic Alloy.** Metallurgical and materials transactions B. 2012.

VASCONCELOS, A. J.; KIKUCHI, R.H.; BARROS, A.S.; COSTA, T. A.; DIAS, M.; MOREIRA, A.L.; SILVA, A.P.; ROCHA, O. L. **Interconnection between microstructure and microhardness of directionally solidified binary Al-6wt.%Cu and multicomponent Al-6wt.%Cu-8wt.%Si alloys.** An Acad Bras Ciênc. v.88. pp.1099-111, 2016.

VILAR, R.; CONDE, O.; FRANCO, S. **Crystallographic structure of Al<sub>3</sub>Nb in laser-processed Al-Nb alloys.** Intermetallics, v. 7, p. 1227-1233, 1990.

WANG, H.; LI, C.; LI, J.; WEI, X.; MEI, R. "Effect of Deformation and Aging on Properties of Al-4.1%Cu-1.4%Mg Aluminum Alloy", International Scholarly Research Notices, vol. 2013, ArticleID 902970, 8 pages, 2013.

WANG, X. L., ZHANG, K. F. **Mechanical alloying, microstructure and properties of Nb-16Si alloy.** Mechanical alloying, microstructure and properties of Nb-16Si alloy, Journal of Alloys and Compounds, v. 490, p. 677-683.

WINEGARD, W. A.; CHALMERS, B. **Supercooling and Dendritic Freezing in Alloys:** Transactions of American Society for Metals. v.46, 1214-1223, 1954.

WITUSIEWICZ, V. T.; BOMDAR, A. A. HECHT, U. VELIKANOVA, T. Y. . **The Al-B-Nb-Ti system IV. Experimental study and thermodynamic re-evaluation of the binary Al-Nb and ternary Al-Nb-Ti systems.** Journal of Alloys and Compounds, v. 472, p. 133-161.

ZHU, Z.; DU, Y.; ZHANG, L.; CHEN, H. XU, H; TANG, C. **Experimental identification of the degenerated equilibrium and thermodynamic modeling in the Al-Nb system.** Journal of Alloys and Compounds, v. 460, p. 632-638, 2008.

ZLATICANIN, S.; DJURI, B.; JORDOVIC, B.; RADONJIC, B. **Characterization of Microstructure and Properties of AlCuMg Alloys.** Journal of Mining and Metallurgy, Section B: Metallurgy. v. 39, p.509-526, 2003.