



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA INDUSTRIAL

RICARDO NAZARENO COSTA FRANÇA

**CORRELAÇÃO ENTRE PARÂMETROS TÉRMICOS, ESTRUTURA E
PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS LIGAS Al-3%Ni E Al-5%Ni SOLIDIFICADAS
DIRECIONALMENTE**

BELÉM – PA

2019

RICARDO NAZARENO COSTA FRANÇA

**CORRELAÇÃO ENTRE PARÂMETROS TÉRMICOS, ESTRUTURA E
PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS LIGAS Al-3%Ni E Al-5%Ni SOLIDIFICADAS
DIRECIONALMENTE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Industrial do Instituto de Tecnologia da Universidade Federal do Pará como requisito para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Industrial. Área de concentração: Materiais e Metalurgia.

Orientador: Prof. Dr. Laércio Gouvêa Gomes.

BELÉM – PA

2019

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a)
autor(a)**

F814c França, Ricardo Nazareno Costa
Correlação entre parâmetros térmicos, estrutura e
propriedades mecânicas das Ligas Al-3%Ni e Al-5%Ni
solidificadas direcionalmente / Ricardo Nazareno Costa
França. — 2019.
82 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Laércio Gouvêa Gomes
Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Industrial, Instituto de Tecnologia, Universidade
Federal do Pará, Belém, 2019.

1. Ligas Al-Ni. 2. Parâmetros térmicos. 3. Estruturas
solidificadas. 4. Ensaio de tração. 5. Microdureza. I.
Título.

CDD 620.1

RICARDO NAZARENO COSTA FRANÇA

**CORRELAÇÃO ENTRE PARÂMETROS TÉRMICOS, ESTRUTURA E
PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS LIGAS Al-3%Ni E Al-5%Ni SOLIDIFICADAS
DIRECIONALMENTE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Industrial do Instituto de Tecnologia da Universidade Federal do Pará como requisito para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Industrial. Área de concentração: Materiais e Metalurgia.

Orientador: Prof. Dr. Laércio Gouvêa Gomes.

Data de Defesa: 30 de setembro de 2019.

Banca Examinadora:

_____ - Orientador / Presidente
Prof. Dr. Laércio Gouvêa Gomes PPGEI/UFPA

_____ - Membro Interno
Prof. Dr. Alessandro de Castro Corrêa PPGEI/UFPA

_____ - Membro Externo
Prof. Dr. Evaldo Júlio Ferreira Soares PPGEMAT/IFPA

AGRADECIMENTOS

A Deus e Jesus Cristo, pela dádiva da vida e por me permitir realizar mais essa etapa nesta existência. Obrigado por Sua eterna compreensão e tolerância, por Seu infinito amor.

Agradeço a meu orientador Professor Dr. Laércio Gouvêa e aos membros da banca examinadora, Prof. Dr. Alessandro de Castro Corrêa e Prof. Dr. Evaldo Júlio Ferreira Soares, que tão gentilmente aceitaram participar e colaborar com esta dissertação.

Aos professores do Programa de Pós-graduação em Engenharia Industrial, pela dedicação, competência, apoio e todo conhecimento compartilhado.

Ao Professor Washington Rocha do IFPA, por ter sido a pessoa a me aconselhar e direcionar nessa etapa, embora o destino nos tenha traçado caminhos diferentes, ficaram as marcas de competência e respeito.

A todos os demais amigos e amigas do PPGEI, em especial Gregory Miranda e toda equipe do prof. Quaresma. Obrigado pelo convívio, amizade e apoio demonstrado.

Aos meus pais Hélio Nazareno França (em memória) e Maria Ilma Costa França, por não medir esforço para investir em minha educação e formação como pessoa, dedico a eles esse trabalho.

A minha amada esposa Martha Souza França pelo carinho, incentivo e companheirismo demonstrando ao longo de toda essa Jornada. Dedico também a tia Elce Fátima de França (em memória), por todo carinho demonstrado, conselhos e recomendações sobre meu futuro profissional em sua passagem pela terra, e, de forma irrefutável, o quanto vocês são importantes para mim. Obrigado por permanecerem ao meu lado, mesmo sem os carinhos rotineiros, sem a atenção devida e depois de tantos momentos de lazer perdidos. Obrigado pelo presente de cada dia e por saberem me fazer feliz.

Agradecimentos à Universidade Federal do Pará e ao programa de Pós-graduação em Engenharia Industrial pela oportunidade desta formação.

Por fim, a todos aqueles que contribuíram, direta ou indiretamente, para a realização desta dissertação, o meu sincero agradecimento.

RESUMO

As ligas à base de alumínio possuem propriedades de grande interesse para a indústria de fundição, pois possuem massa específica baixa, condutibilidade térmica e elétrica elevadas, boas combinações de propriedades mecânicas, boa trabalhabilidade em processos de usinagem e conformação mecânica. As propriedades finais e o comportamento mecânico do produto fundido dependerão diretamente da estrutura e dos parâmetros térmicos de solidificação. Este trabalho se propôs a analisar a correlação entre os parâmetros térmicos, estrutura e propriedades mecânicas das ligas da família Alumínio-Níquel (Al-3,0%Ni e Al-5,0%Ni) no que diz respeito à evolução da macroestrutura e microestrutura dendrítica. O comportamento mecânico das ligas Al-Ni foi analisado por meio de ensaios de tração e microdureza. Para a produção das ligas binárias, foram utilizados Alumínio e Níquel comercialmente puros. A microestrutura dendrítica é quantificada através de seus espaçamentos primários e secundários, devidamente correlacionados com os parâmetros térmicos da solidificação. São propostas leis experimentais de evolução dos espaçamentos dendríticos como função da taxa de resfriamento (T_R) e da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus (V_L), na forma $(\lambda_1) = C (T_R)^{-0,55}$ e $\lambda_2 = C (V_L)^{-1/3}$, respectivamente, e com propriedades mecânicas representada pela microdureza Vickers (HV), analisando a influência do elemento de liga Ni na matriz de alumínio na formação de ligas Al-Ni. Os valores experimentais dos espaçamentos dendríticos foram comparados com outros trabalhos experimentais de crescimento dendrítico para ligas binárias Al-Ni. Os resultados mostraram que o modelo teórico de crescimento se aproxima bastante do espectro experimental da liga com concentração de Ni. A análise da microdureza das ligas investigadas indicou que a medida em que aumentamos a concentração de Ni na matriz rica em alumínio, maior será a microdureza, influenciou diretamente no aumento da microdureza das ligas Al-Ni analisadas.

Palavras-chaves: Ligas Al-Ni. Parâmetros térmicos. Estruturas solidificadas. Ensaio de tração. Microdureza.

ABSTRACT

Aluminum-based alloys have properties of great interest for the foundry industry, as they have low specific gravity, high thermal and electrical conductivity, good combinations of mechanical properties, good workability in machining and mechanical forming processes. The final properties and mechanical behavior of the molten product will depend directly on the structure and thermal solidification parameters. In this work, it was proposed to analyze the correlation between the thermal parameters, structure and mechanical properties of the aluminum-nickel alloys (Al-3.0% Ni and Al-5.0% Ni) with regard to the evolution of the macrostructure and dendritic microstructure and the mechanical behavior of Al-Ni alloys was analyzed using tensile and microhardness tests. Commercially pure aluminum and nickel were used for the production of binary alloys. The dendritic microstructure is quantified through its primary and secondary spacing, which are properly correlated with the thermal parameters of the solidification. Experimental laws on the evolution of dendritic spacing are proposed as a function of the cooling rate (TR) and the displacement speed of the liquidus isotherm (VL), in the form $(\lambda_1) = C (TR)^{-0.55}$ and $\lambda_2 = C (VL)^{-1/3}$, respectively, and with mechanical properties represented by Vickers microhardness (HV), analyzing the influence of the Ni alloy element in the aluminum matrix in the formation of Al-Ni alloys. The experimental values of the dendritic spacing were compared with other experimental works of dendritic growth for binary Al-Ni alloys. The results showed that the theoretical growth model is very close to the experimental spectrum of the alloy with Ni concentration. The analysis of the microhardness of the investigated alloys indicated that the greater the concentration of Ni in the aluminum-rich matrix, the greater the microhardness, directly influenced the increase in microhardness of the analyzed Al-Ni alloys.

Key-words: Al-Ni alloys. Thermal parameters. Solidified structures. Tensile test. Microhardness.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Modelos teóricos para crescimento dendrítico primários	31
Tabela 2 - Leis experimentais para previsão dos espaçamentos dendríticos primários para ligas binárias à base de alumínio	32
Tabela 3 - Temperaturas de transformação para a liga Al-3%Ni e Al-5%Ni.....	42
Tabela 4 - Composição química da liga Al-3%Ni Al-5%Ni obtida espectrometria por fluorescência de raios X	42

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Inter-relação de eventos durante a solidificação de um metal	17
Figura 2 - Esquema do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente (a) e descendente (b)	19
Figura 3 - Esquemática do dispositivo de solidificação unidirecional horizontal ..	20
Figura 4 - Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde (solidificação horizontal)	21
Figura 5 - Representação esquemática da formação da zona coquilhada.....	22
Figura 6 - Representação esquemática da formação da zona colunar	23
Figura 7 - Representação esquemática da formação da zona equiaxial.....	24
Figura 8 - Representação esquemática da TCE	24
Figura 9 - Macroestrutura resultante da solidificação direcional ascendente transiente da liga Al-15%Mg, sendo destacada a região dos “grãos plumosos” na imagem do lado direito.....	25
Figura 10 - Gradiente de temperatura da linha Liquidus e gradiente de teor de soluto em frente à interface S/L	27
Figura 11 - Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação das microestruturas de solidificação.....	27
Figura 12- Esquema do desenvolvimento de uma interface celular	28
Figura 13 - Esquema do desenvolvimento de uma interface dendrítica	28
Figura 14 - Condições de transição planar/celular/dendrítica pelo efeito de super-resfriamento constitucional.....	29
Figura 15 - Representação esquemática da dendrita mostrando a linha do formato liso assumido pelo modelo de Hunt.....	30
Figura 16 - Vista esquemática do crescimento celular ou dendrítico mostrando o formato hipotético da ponta da dendrita assumido por Hunt	30
Figura 17 - Máquina de ensaios mecânicos AROTEC, modelo WDW-100.....	34
Figura 18 - Fluxograma do processo.....	37
Figura 19 - A) Balança digital B) Cadinho de carboneto de silício e C) Forno elétrico tipo mufla.....	38
Figura 20 - Representação esquemática do processo experimental de obtenção da curva de resfriamento.....	39
Figura 21 - Sistema de aquisição FieldLogger	40

Figura 22 - Rotômetro controlador da vazão de água utilizada nos experimentos....	40
Figura 23 - Diagrama de equilíbrio de fases do sistema Al-Ni.....	41
Figura 24 - Diagrama parcial de equilíbrio de fases do sistema Al-Ni.....	41
Figura 25 - Analisador Químico: espectrômetro de emissão óptica	42
Figura 26 - Representação esquemática do dispositivo de solidificação, mostrando sua interface com o sistema de registro de temperaturas.....	43
Figura 27 - Tratamento dos dados experimentais para obtenção das variáveis térmicas	45
Figura 28 - Amostras embutidas em resina para posterior análise metalográfica e ensaios de microdureza	46
Figura 29 - A localização dos corpos de prova para ensaio de tração perpendicular à direção de extração de calor. (a) Al-3%Ni e (b) Al-5%Ni.....	47
Figura 30 - A) Corpo de prova posicionado na máquina de ensaio. B) Corpos de prova ensaiados da liga Al3%Ni e C) corpos de prova ensaiados da liga Al5%Ni.....	48
Figura 31 - Microdurômetro HV-1000B do GPEMAT/UFPA.....	48
Figura 32 - Macroestruturas das ligas Al-3%Ni e Al-5%Ni com superaquecimento de 10% e chapa molde polida	49
Figura 33 - Macrografia da seção longitudinal do lingote da liga Al-3%Ni e Al-4%Ni com superaquecimento de 10% e chapa molde polida e micrografias obtidas a partir das seções transversais dos corpos de prova.....	51
Figura 34 - Curva de resfriamento para as ligas A) Al 3%Ni e B) Al 5%Ni.....	53
Figura 35 - Perfis térmicos de solidificação para as ligas A) Al 3%Ni e B) Al 5%Ni, para diferentes posições ao longo do lingote solidificado num dispositivo horizontal.....	53
Figura 36 – A) Posição da isoterma liquidus a partir da interface metal/molde em função do tempo para a liga Al-3%Ni	54
Figura 37 - Velocidades da isoterma liquidus em função da posição para as ligas A) Al 3%Ni e B) Al 5%Ni	55
Figura 38 - Taxa de resfriamento em função da posição ao longo do lingote A) Al3%Ni e B) Al5%Ni.....	56
Figura 39 - Micrografias da liga Al-3%Ni com os correspondentes valores de VL, TR e λ_1	57
Figura 40 - Micrografias da liga Al-5%Ni os correspondentes valores de VL, TR e λ_1	59

Figura 41 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al-3%Ni.....	61
Figura 42 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al-3%Ni : $\lambda_1 = f(VL)$	61
Figura 43 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al-3%Ni: $\lambda_1 = f(TR)$	62
Figura 44 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al 5% Ni Eutético: $\lambda_1 = f(P)$	62
Figura 45 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al 5% Ni Eutético: $\lambda_1 = f(P)$	63
Figura 46 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al 5% Ni Eutético: $\lambda_1 = f(P)$	63
Figura 47 - Posições relativas de retiradas de corpos de provas Al3%Ni	65
Figura 48 - Posições relativas de retiradas de corpos de provas Al5%Ni	66
Figura 49 - Resultados de LRT e microdureza para a liga Al 3% Ni	67
Figura 50 - LRT e Microdureza para a liga Al 5% Ni	67
Figura 51 - Diagrama xTensão deformação, demonstrando as regiões de características de cada corpo de prova para a liga Al 5%Ni	68
Figura 52 - Lingote com transição macroestrutural	70
Figura 53 - Comparação dos resultados de LRT para as ligas Al 3% Ni e Al 5% Ni.	71
Figura 54 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para as duas ligas estudadas.....	71

LISTA DE SIGLAS

a, C	Constantes	-
C_o	Composição de soluto na liga	[%]
D_L	Difusividade de soluto no líquido	[m ² /s]
dP	Derivada da posição	-
dt	Derivada do tempo	-
dT	Derivada da temperatura	-
G_L	Gradiente de temperatura frente à isoterma líquidus	[K/mm]
k_o	Coefficiente de partição de soluto	-
L	Calor latente de fusão do material	[J/kg]
m_L	Inclinação da linha líquidus	-
P	Posição dos termopares	-
T_F	Temperatura de fusão	[°C]
T_E	Temperatura no ponto eutético	[°C]
T_V	Temperatura de vazamento	[°C]
T_R	Taxa de resfriamento	[K/s]
T_L	Temperatura líquidus da liga	[°C]
T_S	Temperatura solidus da liga	[°C]
V_L	Velocidade da isoterma líquidus	[mm/s]
V_S	Velocidade da isoterma sólidas	[mm/s]
λ_c	Espaçamento celular	[μm]
λ₁	Espaçamentos dendríticos primários	[μm]
ε	Fator de correção do modelo de Bouchard-Kirkaldy	[ε < 1]
ΔT	Intervalo de solidificação	-
Γ	Coefficiente de Gibbs-Thompson	-

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
1.1 Objetivos	15
1.1.1 Objetivo Geral	15
1.1.2 Objetivos Específicos	15
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
2.1 Variáveis Térmicas e Estruturas de Solidificação.....	16
2.1.1 Variáveis Térmicas	16
2.1.2 Análise Experimental da Solidificação Unidirecional em Condições Transitórias	18
2.2 Macroestruturas de Solidificação	21
2.2.1 Zona Coquilhada	21
2.2.2 Zona Colunar.....	22
2.2.3 Zona Equiaxial.....	23
2.2.4 Transição Colunar-Equiaxial (TCE)	24
2.2.5 Zona “grãos plumosos”	25
2.3 Microestruturas de Solidificação.....	26
2.3.1 Crescimento Dendrítico	27
2.3.2 Leis de Crescimento Celular e Dendrítico	29
2.3.3 Modelos de Crescimento Celular e Dendrítico Primário	30
2.4 Ensaio Mecânicos	33
2.4.1 Ensaio de tração	33
2.4.2 Ensaio de dureza	34
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	36
3.1 Equipamentos e Materiais Utilizados	38
3.2 Descrição do Dispositivo de Solidificação Unidirecional Horizontal	43
3.3 Determinação Experimental das Variáveis Térmicas de Solidificação	44

3.4 Caracterizações Macro e Microestrutural	46
3.5 Ensaio Mecânicos	47
3.5.1 Ensaio de Tração	47
3.5.2 Ensaio de Microdureza.....	48
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	49
4.1 Macroestrutura	49
4.2 Variáveis Térmicas de Solidificação.....	52
4.2.1 Curvas de Resfriamento.....	52
4.2.2 Perfis de Temperatura.....	53
4.2.3 Tempo de solidificação.....	54
4.2.4 Velocidades da Isoterma liquidus.....	55
4.2.5 Taxa de Resfriamento	56
4.3 Microestrutura	57
4.4 Correlação entre Parâmetros térmicos, Estrutura e Propriedades mecânicas das ligas Al-3% e Al-5%Ni solidificadas direcionalmente	60
4.4.1 Correlação entre parâmetros térmicos e microestrutura	60
4.4.2 Correlação entre Parâmetros térmicos, Estrutura e Propriedades mecânicas das ligas Al-3% e Al-5%Ni solidificadas direcionalmente	63
4.4.3 Comparativo zonas de usinagem Liga Al3%Ni e Al5%Ni em relação ao ensaio de tração e Microdureza.....	65
4.4.4 Correlação do Ensaio de Tração e Microdureza.	68
5 CONCLUSÕES	72
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	73
REFERÊNCIAS.....	74

1 INTRODUÇÃO

O fenômeno da solidificação dos materiais metálicos se caracteriza como o mais importante tipo de transformação de fases na cadeia produtiva da moderna indústria de fundição de nossos dias. Inúmeros exemplos de aplicações industriais acompanham a comprovada relevância científica e tecnológica do processamento da solidificação em materiais metálicos.

As propriedades mecânicas dos produtos fundidos são dependentes das condições assumidas durante o processo de solidificação. São objetos de estudos constantes e, atualmente, determinadas pelas propriedades termofísicas do líquido, do molde, assim como pela resistência à transferência de calor na interface metal/molde. Dessa forma, vários estudos (HUNT-LU, 1996; BOUCHARDKIRKALDY, 1997; SIQUEIRA, 2002; ROCHA, 2003; FERREIRA, 2004; PERES, 2005; BOEIRA, 2006; OSÓRIO et al., 2007; CANTÉ, 2009; GOULART, 2010; SILVA, 2011; GOMES, 2012) foram realizados nas últimas décadas com o objetivo de estabelecer uma relação sistematizada da influência dos diversos parâmetros térmicos e operacionais envolvidos no processo de solidificação sobre a estrutura resultante, buscando melhorar as propriedades mecânicas e, conseqüentemente, o desempenho dos materiais solidificados por meio do desenvolvimento de procedimentos experimentais e métodos matemáticos de caráter analítico e/ou numérico.

Vale ressaltar que o alumínio e suas ligas constituem excelentes materiais com diversas aplicações na indústria devido à combinação de suas propriedades que permite a fabricação e utilização em larga escala.

A literatura mostra estudos de ligas de alumínio correlacionando as variáveis de solidificação, macroestruturas e micro resultantes, bem como propriedades mecânicas. Entretanto, são poucos os trabalhos que utilizam como objeto de análise ligas Al-Ni, principalmente com baixo teor de Ni, apesar das ligas com alto teor de Ni serem bastante utilizadas como superligas.

É importante destacar que em estudos com ligas Al-Ni, dentro da faixa de composições hipoeutéticas, a microestrutura de solidificação consiste de uma matriz dendrítica de fase α rica em alumínio, com uma mistura eutética na região interdendrítica formada por (α) , e o composto intermetálico Al_3Ni . Nestes trabalhos, identificou-se que essa mistura eutética cresce de forma cooperativa durante a

solidificação e permanece localizada entre os braços dendríticos (MERTINGER et al., 1996; JUAREZ-HERNANDEZ, 1998; ZHUANG, 2001; JONES, 2005; CANTÉ, 2009).

A pesquisa feita por Mertinger et al. (1996) estudou o efeito da convecção natural na macrossegregação de ligas eutéticas Al-Ni durante a solidificação unidirecional vertical em regime estacionário de troca de calor em forno tipo Bridgman. Os pesquisadores Juarez - Hernandez (1998) e Jones (2005) analisaram a evolução das partículas de Al_3Ni e da mistura eutética em cinco diferentes ligas hipereutéticas do sistema (α) Al - Al_3Ni , solidificadas unidirecionalmente, também mediante técnica Bridgman. Zhuang e colaboradores (2001) analisaram a formação da mistura eutética em condições estacionárias, Canté (2009) em condições transitórias, de fluxo de calor para ligas Al-Ni de composição próxima da eutética, e verificaram a morfologia da mistura eutética presente entre os braços interdendríticos, formada por uma fase (α) rica em alumínio com um entrelaçamento de barras do composto intermetálico Al_3Ni .

São crescentes as exigências da indústria moderna por materiais com propriedades cada vez mais elevadas e, por conseguinte, por controle da cinética do processo de solidificação de metais e ligas metálicas. Ressalta-se que a maioria dos resultados experimentais, envolvendo aspectos macro e microestruturais resultantes do processo de solidificação, presentes na literatura (GARCIA, 2007), utilizam condições estacionárias de troca de calor. Entretanto, a maioria dos processos industriais ocorre em condições transitórias de fluxo de calor.

Por outro lado, poucos trabalhos existentes na literatura visando correlacionar estrutura dendrítica com limite de resistência à tração, alongamento e limite de escoamento foram desenvolvidos (QUARESMA, 2000; GOULART, 2006, SANTOS, 2007; CRUZ, 2008). Deste modo, é essencial a abordagem de alguns princípios básicos que envolvem o processo de solidificação de materiais metálicos e propriedades mecânicas. Portanto, destaca-se neste trabalho a técnica de solidificação unidirecional horizontal que tem sido bastante utilizada no estudo experimental dos fenômenos da solidificação no norte do Brasil (Estado do Pará), assim como a determinação das propriedades mecânicas de tração e microdureza das ligas binárias Al-3%Ni e Al-5%Ni.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo Geral

Correlacionar parâmetros térmicos, macroestruturas, microestrutura e resistência mecânica de ligas binárias Al-3%Ni e Al-5%Ni solidificada direcionalmente.

1.1.2 Objetivos Específicos

- a) Monitorar a evolução térmica durante a solidificação e determinar, com base nos registros térmicos experimentais, os parâmetros térmicos de solidificação como: velocidade de deslocamento da isoterma *Liquidus* (V_L) e taxa de resfriamento (T_R);
- b) Investigar as transições colunares, plumosos e equiaxiais por meio da análise macroestrutural da liga Al-3%Ni;
- c) Correlacionar as variáveis de solidificação e a macroestrutura apresentada pela liga fundida, principalmente no que se refere à região plumonar;
- d) Relacionar os espaçamentos dendríticos primários (λ_1) com os parâmetros térmicos de solidificação (V_L e T_R);
- e) Analisar os ensaios mecânicos de tração e microdureza das ligas propostas (Al-3%Ni e Al-5%Ni).

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Variáveis Térmicas e Estruturas de Solidificação

2.1.1 Variáveis Térmicas

Os processos de fabricação de peças utilizando a solidificação de metais em moldes com forma requerida vêm sendo aplicados há milênios pelo homem (ANDRADE, 2009). Como exemplos históricos, podem ser citadas as ferramentas e peças ornamentais fundidas há cerca de 4000 anos pelos egípcios e assírios, as moedas e obra de arte chinesas de 3000 anos atrás e as esculturas gregas de grandes dimensões fundidas há 2500 anos.

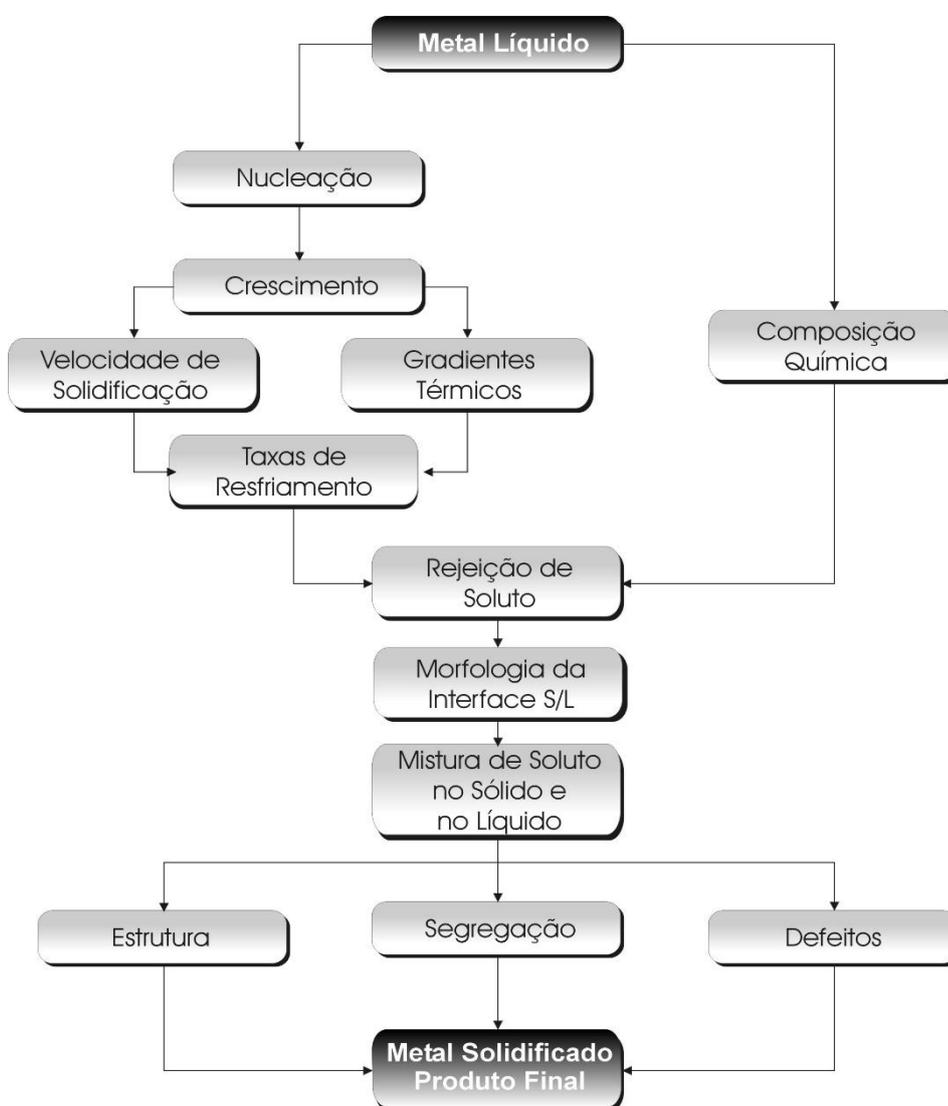
Naturalmente esses processos foram desenvolvidos empiricamente através de tentativa e erro, e esse tipo de desenvolvimento no campo da fundição persistiu, de um modo geral, até bem pouco tempo. No entanto, a crescente utilização de processos de fundição na produção de peças de maior precisão e em maiores quantidades e, sobretudo, o emprego cada vez maior da automação nesses processos têm exigido o desenvolvimento de métodos de análise mais elaborados, que levem a um equacionamento e a um controle mais preciso dos mesmos (ANDRADE, 2009).

De um modo geral, apesar de haver alguns trabalhos anteriores, o início de estudos sistemáticos de análise do fenômeno da solidificação deu-se na primeira metade do século XX, e sua frequência tem aumentado desde então. Esses trabalhos têm visado, através de uma análise teórico/experimental dos processos de solidificação, obter, com maior precisão, parâmetros que atuam efetivamente na transformação líquido sólido, com o objetivo de se exercer um maior controle sobre a estrutura interna e, conseqüentemente, sobre os defeitos e propriedades das peças obtidas através desses processos.

A estrutura que se forma imediatamente após a solidificação determina as propriedades do produto final, não somente no caso de peças de fundição que já apresentam essencialmente a forma definitiva, mas também naqueles produtos que serão trabalhados para produção de chapas, fios ou forjados. Embora acredite-se que eventuais defeitos da estrutura bruta de solidificação sejam eliminados durante a etapa de conformação plástica de lingotes, não ocorre exatamente isso na prática. Mesmo que determinados defeitos desapareçam macroscopicamente com o processo

de conformação, geralmente a maioria deles é conduzida até o produto acabado. As características mecânicas desses produtos dependem do tamanho de grão, espaçamentos dendríticos, espaçamentos lamelares ou fibrosos, das heterogeneidades de composição química, do tamanho, forma e distribuição das inclusões, das porosidades formadas etc. Todos esses aspectos da microestrutura dependem fortemente das condições de solidificação, desde o início do processo com o metal no estado líquido. Uma vez fixada a composição química da liga metálica, a dinâmica do processo de solidificação é que se encarregará de determinar a microestrutura resultante (ANDRADE, 2009).

Figura 1- Inter-relação de eventos durante a solidificação de um metal



Fonte: Garcia (2007).

As pesquisas relacionadas à solidificação, por meio de técnicas experimentais de solidificação unidirecional, podem ser especificadas em dois grupos ou categorias distintas: os que envolvem a solidificação em estado estacionário de fluxo de calor e os que abordam a solidificação em estado transiente.

Na condição estacionária, o gradiente de temperatura (G_L) e a velocidade de solidificação (V_L) são controlados de forma independente e mantidos constantes ao longo do experimento. As técnicas de Bridgman/Stockbarger demonstram bem essa condição (GÜNDÜZ & ÇADIRLI, 2002; KURZ & FISHER, 1981; TAN & ZABARAS, 2007; TRIVEDI, 1984).

Mas sabemos que a condição transitória de fluxo de calor é a que está presente nos processos industriais. Nesta condição, a velocidade de avanço da isoterma e o gradiente térmico irão variar ao longo do tempo e da posição do metal em solidificação (SIQUEIRA, 2002; ROCHA, 2003d; SILVA, 2007; MOUTINHO, 2007; NOGUEIRA, 2011; SILVA, 2011; GARCIA, 2007, DIAS FILHO, 2012; VASCONCELOS, 2013; MAGNO, 2015; BARROS, 2016). Na literatura, ainda são poucos os modelos teóricos que relacionam parâmetros microestruturais com variáveis térmicas de solidificação em condições transitórias de extração de calor, como os de Hunt - Lu (1996) e o de Bouchard - Kirkaldy (1997), com um esforço crescente, por parte de pesquisadores, em validar tais modelos por meio de experimentos em sistemas de configuração horizontal, onde os efeitos convectivos são mais acentuados, devido ao gradiente de temperatura ao longo do processo e à diferença de densidade entre solvente e soluto, o que configura com o vetor gravidade uma convecção termo-solutal. Tais experimentos têm sido realizados para diversos sistemas metálicos binários e em uma ampla faixa de concentração de soluto, sendo elaborados recentemente para a condição direcional horizontal sob condições transitórias de extração de calor.

2.1.2 Análise Experimental da Solidificação Unidirecional em Condições Transitórias

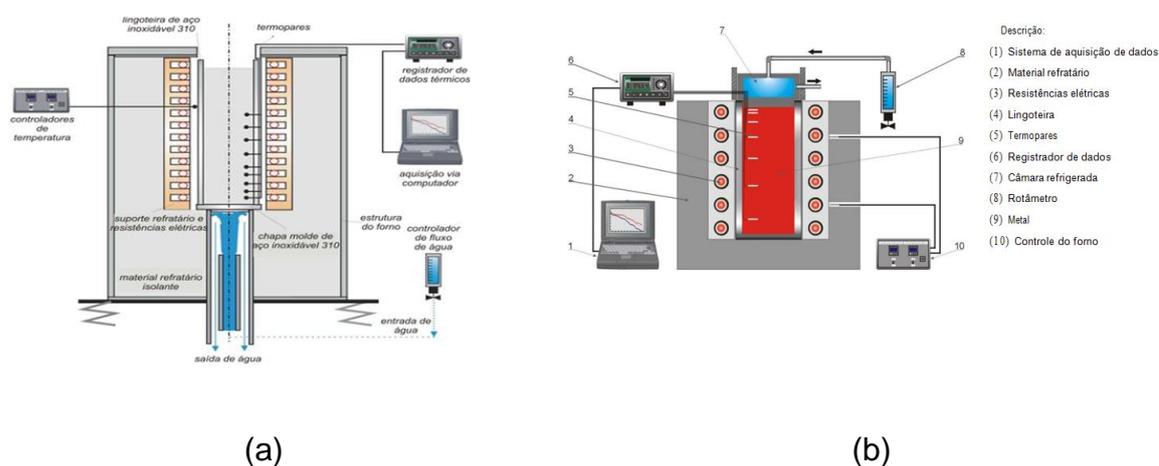
O fator preponderante para a análise da solidificação é a direção de extração de calor, pois esta rege o sentido de avanço da fronteira móvel que separa as duas fases, sólido/líquido. Tal fator é que determinará, inclusive, a configuração do dispositivo, sendo encontrados na literatura dispositivos desenvolvidos para análise da solidificação no sentido vertical, os quais podem ser divididos em vertical ascendente e descendente, e no sentido horizontal.

Nos dispositivos verticais ascendentes, o sentido da frente de solidificação é de

baixo para cima e o fluxo de extração de calor em sentido oposto a este, ou seja, há uma extração de calor direcional a partir da base do dispositivo por meio de uma câmara refrigerada, normalmente a água. Já nos dispositivos verticais descendentes, a extração de calor ocorre a partir da parte superior, ou seja, a câmara refrigerada localiza-se na parte superior do dispositivo, portanto, com sentido da frente de solidificação de cima para baixo.

Uma análise da condição de solidificação vertical ascendente (GOMES, 2012) mostra que, quanto ao comportamento do conjugado soluto/solvente, verifica-se uma rejeição de soluto à frente da interface sólido/líquido e, a depender de diferenças de densidade e solubilidade do soluto no solvente, poderá ocorrer formação de um líquido interdendrítico mais denso do que no restante do volume total do metal líquido, ocasionando uma solidificação com completa estabilidade do processo (GARCIA, 2007). Este autor afirma ainda que o perfil de temperaturas no líquido é crescente rumo ao topo da lingoteira (molde metálico), forçando o soluto a ser empurrado por essa fronteira de transformação sólido/líquido, de forma a minimizar as correntes convectivas tanto por diferenças de temperatura quanto por diferenças de concentração (convecção termo-solutal).

Figura 2 - Esquema do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente (a) e descendente (b)

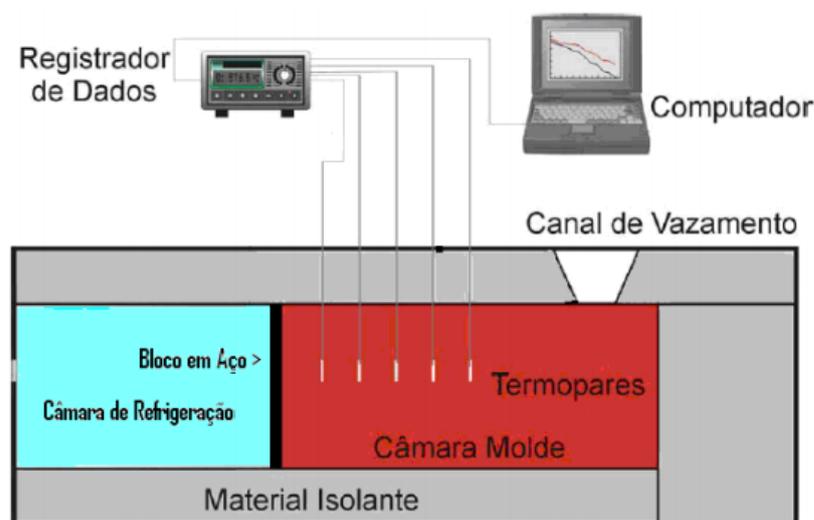


Fonte: Gomes (2012); Spinelli (2005).

O sistema de solidificação horizontal direcional se diferencia do unidirecional por sofrer influência do vetor gravidade no sentido perpendicular à extração de calor, além do efeito convectivo que costuma causar uma inclinação na morfologia da estrutura, por isso, possui uma configuração mais complexa no que concerne à determinação de variáveis térmicas de solidificação (SILVA, 2007; VASCONCELOS,

2013). A Figura 3 ilustra de forma esquemática este dispositivo.

Figura 3 - Esquemática do dispositivo de solidificação unidirecional horizontal



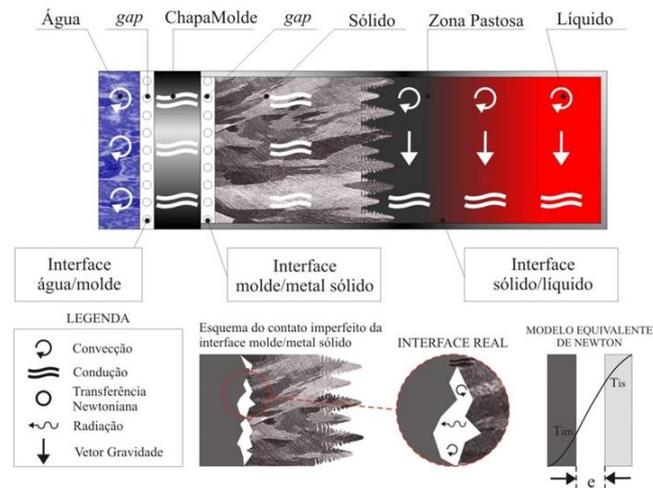
Fonte: Quaresma (1999).

A extração de calor ocorre a partir de uma chapa molde, que é na verdade uma das paredes da lingoteira, sendo as outras paredes isoladas termicamente, acarretando uma extração direcional horizontal. Esta extração pode ocorrer através de uma câmara refrigerada, normalmente à água, ou por meio de um bloco maciço metálico. Este dispositivo pode ser conduzido de dois modos distintos. No primeiro modo, há o vazamento do metal líquido na lingoteira, que provoca uma turbulência, gerando correntes de convecção forçada com intensidades diferentes ao longo do lingote as quais levam algum tempo para se dissipar. No segundo modo, o metal ou liga metálica é fundido no interior da lingoteira, sendo esta 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 (SILVA, 2007; VASCONCELOS, 2013).

Ressalta-se que não é possível assegurar as mesmas variáveis térmicas de solidificação ao longo de diferentes secções horizontais da base refrigerada à extremidade oposta do lingote, visto que, devido à instabilidade térmica e diferenças de massa específica no líquido, ocorrem correntes convectivas diferentes ao longo da solidificação. Logo, o perfil térmico da evolução da solidificação deve ser levantado em uma secção horizontal o mais próximo possível da interface metal/molde, a partir da qual serão retiradas as amostras para análise da estrutura (QUARESMA, 1999).

Os prováveis modos de transferência de calor ao longo do processo de solidificação podem ser sintetizados no esquema ilustrado na Figura 4, por exemplo, convecção forçada na água, transferência newtoniana na interface água/molde, condução no molde, transferência newtoniana na interface molde/metal, condução térmica no metal sólido, convecção e condução térmica no metal líquido.

Figura 4 - Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde (solidificação horizontal)



Fonte: Garcia (2007) e Dias Filho (2012).

2.2 Macroestruturas de Solidificação

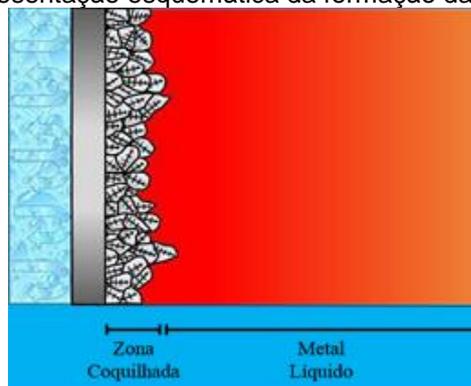
As relações existentes entre as variáveis de solidificação e as estruturas resultantes são essenciais no desenvolvimento de produtos fundidos com qualidade otimizada. A solidificação de ligas envolve troca de calor, fluxo do metal líquido e transporte de soluto, o que influencia o desenvolvimento das macroestruturas. A previsão das diversas estruturas, tais como coquilhadas, colunares e equiaxiais, é de grande interesse na avaliação e projeto de materiais fundidos com qualidades mecânicas específicas. As macroestruturas obtidas para lingotes de ligas em soluções sólidas diferem daquelas para lingotes formados a partir de metais puros.

2.2.1 Zona Coquilhada

É região de pequenos grãos com orientação cristalina aleatória, situada na parede do molde. Próximo à parede, existe maior taxa de extração de calor e, portanto, elevado super-resfriamento, que favorece a formação destes grãos. Os grãos da zona coquilhada tendem a crescer na direção oposta à da extração de calor. Porém, algumas direções cristalinas apresentam maior velocidade de

crescimento que outras. A zona coquilhada, apresentada na Figura 5, é constituída de grãos de dimensões muito pequenas que apresentam direções cristalinas aleatórias, situa-se a partir da superfície da parede do molde e são resultados do primeiro contato do metal líquido com o molde durante o vazamento.

Figura 5 - Representação esquemática da formação da zona coquilhada



Fonte: Garcia (2007).

As altas taxas de resfriamento, oriundas da elevada diferença de temperatura entre o molde e uma fina camada do metal líquido, irão provocar uma rápida diminuição local da temperatura e favorecer uma nucleação intensa de grãos cristalinos nesta região.

Este decréscimo de temperatura ocasionará um super-resfriamento térmico e com isso os primeiros grãos cristalinos começam a se desenvolver, quase sempre uniforme, constituindo uma capa junto às paredes do molde. O tamanho dessa zona depende de uma série de fatores, dentre os quais pode-se citar as propriedades termofísicas do material do molde, o coeficiente de transferência de calor metal/molde e a temperatura de vazamento do metal líquido (GARCIA, 2007).

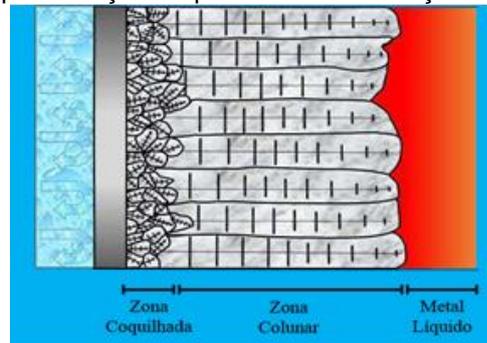
2.2.2 Zona Colunar

Garcia (2007) aborda que a zona colunar é constituída de grãos alongados segundo a direção do fluxo de calor extraído do líquido, isto é, normal às paredes do molde. O metal líquido, ao longo da lingoteira, apresenta-se a uma temperatura acima da temperatura de transformação (temperatura de fusão para metais puros ou temperatura *Liquidus* para sistema de ligas), evitando a formação de grãos nessa região nos instantes iniciais. Portanto, os grãos que tiverem direções de crescimento mais coincidentes com a direção de extração de calor, perpendicularmente à parede do molde, crescerão mais rapidamente que os outros, bloqueando o crescimento dos

demais grãos coquilhados, gerando uma espécie de seleção e dando origem a zona colunar.

Ainda segundo este autor, tais grãos possuem dimensões bastante superiores às dos grãos da zona coquilhada apresentando, portanto, direções cristalográficas fortemente orientadas. A Figura 6 mostra uma representação esquemática do crescimento dos grãos colunares a partir dos coquilhados. Algumas variáveis do processo de solidificação têm influência decisiva sobre o tamanho da zona colunar, que aumenta à medida que maiores temperaturas de vazamento são utilizadas e, como regra geral, diminui com o aumento do teor de soluto da liga.

Figura 6 - Representação esquemática da formação da zona colunar

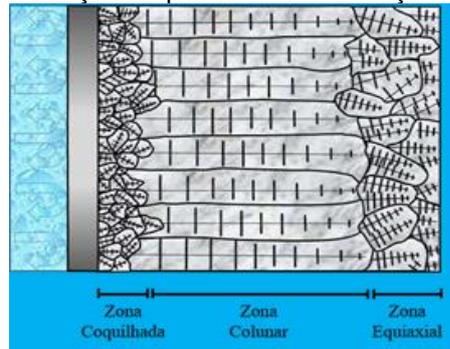


Fonte: Garcia (2007).

2.2.3 Zona Equiaxial

A zona equiaxial é constituída por grãos cristalinos sem orientações preferenciais e de dimensões relativamente grandes quando comparados aos grãos coquilhados, representada na Figura 7. Os núcleos geradores dos grãos equiaxiais têm várias origens, mas só podem crescer após o líquido na lingoteira atingir valores de temperatura menores que a temperatura da *Liquidus*, podendo surgir como decorrência isolada de nucleação, a partir da ruptura da própria zona colunar, ou por crescimento de cristais originados em outras regiões do líquido que seriam arrastados até uma determinada região do lingote onde cresceriam (GARCIA, 2007).

Figura 7 - Representação esquemática da formação da zona equiaxial

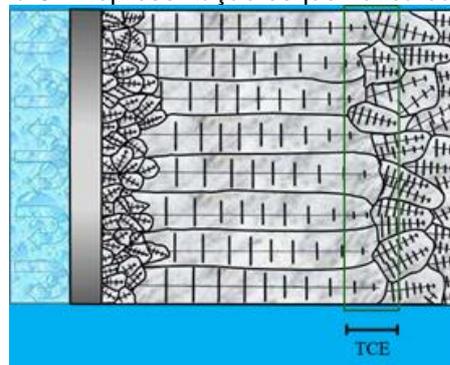


Fonte: Garcia (2007).

2.2.4 Transição Colunar-Equiaxial (TCE)

Dependendo das condições de solidificação e da composição química da liga, os lingotes e peças fundidas podem apresentar macroestruturas completamente colunares ou totalmente equiaxiais (GARCIA, 2007). Todavia, em uma estrutura mais complexa, que geralmente ocorre na solidificação em moldes metálicos, pode coexistir os dois tipos de zonas estruturais. Isto só acontece se for possível nuclear e crescer grãos equiaxiais à frente da interface colunar de crescimento, provocando uma transição colunar/equiaxial (TCE) através de toda extensão do plano paralelo à superfície de refrigeração do molde, conforme mostrado na Figura 8.

Figura 8 - Representação esquemática da TCE



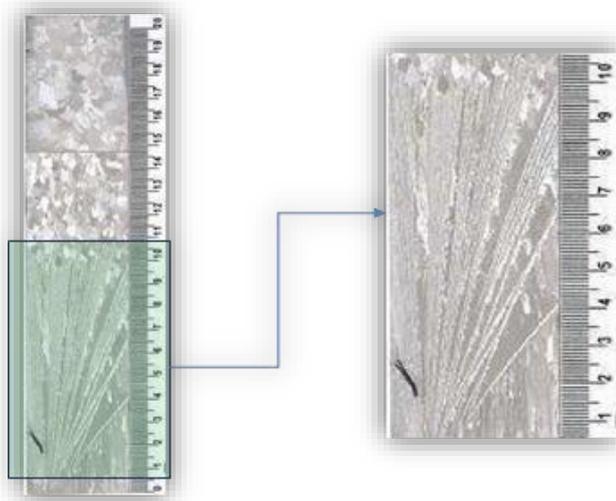
Fonte: Garcia (2007).

Os grãos equiaxiais exercem um crescimento competitivo com a frente colunar de tal forma que, se os cristais equiaxiais forem pequenos, eles serão adicionados a essa frente e passarão a crescer de forma colunar dendrítica. Por outro lado, se a zona super-resfriada à frente da interface colunar for relativamente significativa e com alta densidade de cristais, esses grãos equiaxiais terão tempo suficiente para formar uma fração volumétrica suficientemente elevada a ponto de bloquear o crescimento colunar (GARCIA, 2007).

2.2.5 Zona “grãos plumosos”

A zona “grãos plumosos”, apresentada na Figura 9, é constituída de grãos alongados e apresenta orientação diferente da direção preferencial de crescimento, os quais possuem a forma de “leque” ou “pluma” que exibem diferentes contrastes, nas cores branca e cinza, consistindo de lamelas paralelas separadas com orientações alternadas por contornos retilíneos e ondulados, os quais são denominados por alguns autores de “grãos plumosos”. Apesar desta análise macroestrutural, o mecanismo completo da formação destes grãos ainda é incerto. Acredita-se que o surgimento dos “grãos plumosos” pode ser promovido sob condições específicas, tais como: elevadas taxas de resfriamento nos instantes iniciais do processo de solidificação, presença de convecção e ação de certos elementos de ligas (HENRY *et al.*, 2004; SÉMOROZ *et al.*, 2001; GONZALES, 2006; TURCHIN, 2007; RODRIGUES, 2007).

Figura 9 - Macroestrutura resultante da solidificação direcional ascendente transiente da liga Al-15%Mg, sendo destacada a região dos “grãos plumosos” na imagem do lado direito



Fonte: Rodrigues (2007).

Henry *et al.* (1997/1998A-B/2004) realizaram análise através da técnica de difração de elétrons retroespalhados em diversas ligas de alumínio, como Al-Mg-Si, Al-4,3%Cu-0,3%Mg, Al-5%Cu e Al-9%Si. Os estudos desenvolvidos mostram claramente que os “grãos plumosos” observados nessas ligas de alumínio consistem em um conjunto de lamelas finas, quase paralelas entre si, e exibem um contraste alternado. A alteração das direções de crescimento dendríticos de $\langle 100 \rangle$ para $\langle 110 \rangle$ é atribuída a uma modificação da anisotropia da tensão superficial e/ou da cinética de

ligação induzida por elementos solutos e/ou condições de solidificação (por exemplo, taxa de solidificação elevada). Além da competição que ocorre entre os “grãos plumosos” e os grãos regulares, um processo de seleção também acontece entre os “grãos plumosos” oriundos de nucleações diferentes, quando eles se chocam uns com os outros, podem formar padrões relativamente complexos devido à sua morfologia tridimensional.

Semoroz *et al.* (2001) também cita em seus artigos que o alumínio, por ter uma fraca anisotropia de energia interfacial sólido-líquido, tem direções de crescimento das dendritas sujeitas a mudanças em função da composição da liga e/ou condições de crescimento.

Gonzales *et al.* (2006) concluiu que, quando se adiciona zinco em alumínio, as dendritas crescem ao longo de $\langle 100 \rangle$ até cerca de 20% de zinco, mas à medida que a concentração aumenta, a direção de crescimento é inclinada para $\langle 110 \rangle$ num plano (001) e acima de 60% permanecem $\langle 110 \rangle$. Além disso, perceberam nos seus resultados que a transição de orientação não parece depender da velocidade de crescimento. Segundo eles, isto provavelmente elimina uma competição entre cinética de ligação e anisotropia de energia interfacial sob estas condições. Em relação aos braços dendríticos, analisaram que as direções de crescimento dos braços secundários não são tão bem definidas e são caracterizadas por um ângulo com o braço primário que varia entre 60° e 74° .

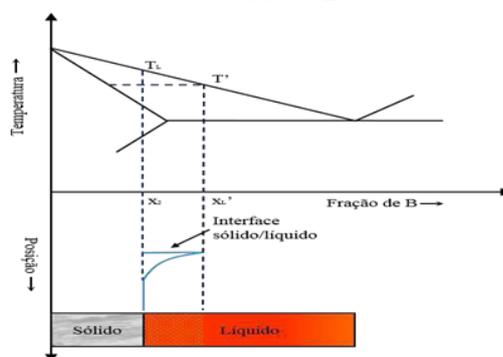
2.3 Microestruturas de Solidificação

Microestruturas de uma liga estão diretamente relacionadas com a morfologia da interface entre o sólido e o líquido (S/L) durante o processo de solidificação. Os metais puros apresentam a frente de solidificação plana e à medida que, por exemplo, são incorporados elementos de liga, ocorrem alterações nos parâmetros constitucionais e térmicos do sistema metal/molde. Neste caso, a interface tende a se tornar instável, dando origem às microestruturas celulares e dendríticas (KONNO, 2015).

O perfil de acúmulo de soluto no líquido corresponderá a um perfil inverso da temperatura *Liquidus* (T_L). Consequentemente, T_L diminui à medida que a concentração de soluto rejeitado aumenta, conforme esquematizado na Figura 10, a qual apresenta uma região compreendida entre a temperatura *Liquidus* e a temperatura real em que o líquido à frente da referida interface encontra-se a

temperaturas reais abaixo do perfil de T_L estando, portanto, super-resfriado pelo efeito constitucional (MOUTINHO, 2012; COSTA, 2013).

Figura 10 - Gradiente de temperatura da linha Liquidus e gradiente de teor de soluto em frente à interface S/L

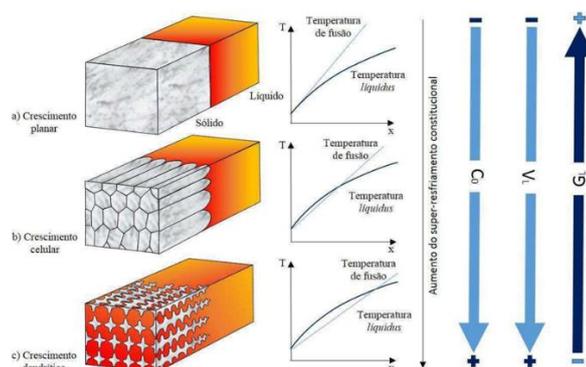


Fonte: Santos (2006).

2.3.1 Crescimento Dendrítico

Dependendo do valor do SRC a instabilidade origina diferentes morfologias que, por ordem crescente de valores, são denominados planar, celular e dendrítica (GARCIA, 2007). Vale ressaltar que, apesar da forte influência do soluto, ele não é o único responsável pelas modificações que ocorrem na interface sólido/líquidos, a (V_L) e o (G_L) assumem também um papel de elevada importância nesse fenômeno, como apresentada de forma esquemática na Figura 11.

Figura 11 - Representações esquemáticas da atuação dos fatores de influência na formação das microestruturas de solidificação

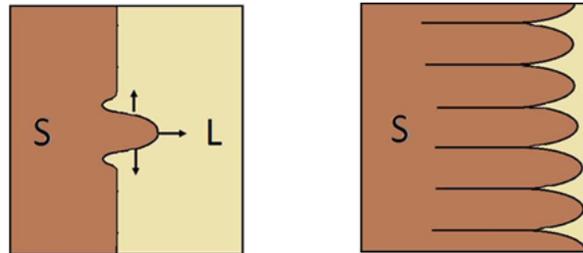


Fonte: Spinelli (2005).

Quando uma liga binária diluída é solidificada na presença de uma pequena quantidade (SRC), a interface sólido/líquido desenvolve geralmente uma morfologia celular. Isto ocorre devido ao valor do (SRC) ser suficiente apenas para iniciar o processo de instabilização desta interface, provocando a formação de uma protuberância que se projeta a partir da mesma região de líquido super-resfriado até

uma distância em que o super-resfriamento é apenas necessário para manter a força motriz do crescimento (GARCIA, 2007).

Figura 12- Esquema do desenvolvimento de uma interface celular

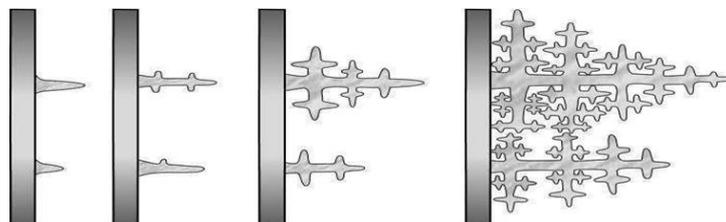


Fonte: Dantas (2014).

O crescimento de células regulares ocorre, portanto, em velocidades baixas e perpendicularmente à interface sólido/líquido e na direção de extração do fluxo de calor, sendo praticamente independente da orientação cristalográfica (ROSA, 2007; GOULART, 2010).

Com o aumento do grau do (SRC), ocorrem instabilidades de maior ordem, e a estrutura celular de forma circular passa para uma estrutura mais ramificada denominada dendrítica, com os ramos cristalográficos primários em direções cristalográficas próximas à direção do fluxo de calor. A rejeição de soluto pelas laterais das protuberâncias promove o aparecimento dos braços secundários em direções perpendiculares aos ramos primários, conforme apresentado na Figura 13 (CHALMERS, 1968; FLEMINGS, 1974; KURZ; FISHER, 1984 e 1992; DING; TEWARI, 2002; GARCIA, 2007).

Figura 13 - Esquema do desenvolvimento de uma interface dendrítica

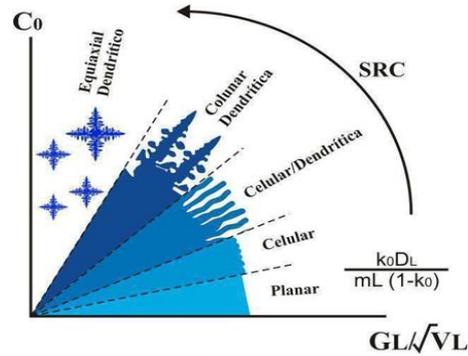


Fonte: Garcia (2007).

Segundo Garcia (2007), outro fator igualmente importante para a transição morfológica da interface planar para dendrítica está fortemente associada à diminuição da razão G_L/V_L , por exemplo, à medida que o valor dessa razão é reduzido devido à diminuição do gradiente de temperatura no líquido ou pela elevação da velocidade de solidificação, a região super-resfriada constitucionalmente é estendida

e o formato da célula começa a ser modificado da forma circular original, passando a apresentar uma configuração denominada de “cruz de malta”, conforme indica a Figura 14.

Figura 14 - Condições de transição planar/celular/dendrítica pelo efeito de super-resfriamento constitucional



Fonte: Souza (2016).

Isso pode acontecer em condições estacionárias de extração de calor, onde a velocidade da isoterma *Liquidus* e o gradiente térmico podem ser controlados independentemente. Por outro lado, para regime transitório, V_L e G_L variam dependentemente e alterações microestruturais só serão possíveis variando também o teor de soluto da liga metálica (SOUZA, 2016).

2.3.2 Leis de Crescimento Celular e Dendrítico

O crescimento de células e dendritas em peças fundidas consiste na análise de estruturas brutas obtidas a partir de sistemas de solidificação unidirecional. Modelos teóricos para ligas binárias (OKAMOTO; KISHITAKE, 1975; HUNT, 1979; KURZ; FISHHER, 1992; TRIVEDI, 1984; HUNT; LU, 1996; BOUCHARD; KIRKALDY, 1997), fundamentados nesses sistemas de solidificação, foram desenvolvidos para examinar a influência dos parâmetros térmicos da solidificação sobre os espaçamentos celulares e dendríticos primários e secundários. Como modelados pela Equação 1.

$$(\lambda_C, \lambda_1, \lambda_2) = C(G_L, V_L, T_R)^{-a} \quad \text{Equação (1)}$$

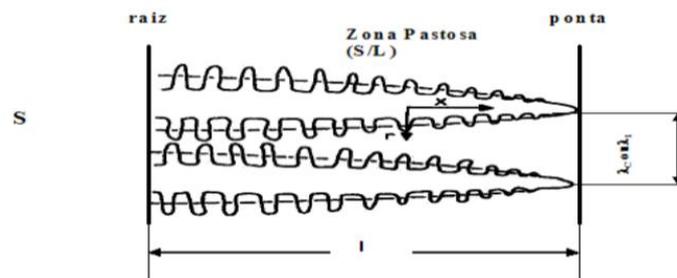
Onde C é uma constante que depende do tipo de liga; o “ a ” é um expoente que tem sido determinado experimentalmente na literatura para uma série de ligas; λ_C , λ_1 e λ_2 são, respectivamente, espaçamentos celulares, dendríticos primários e dendríticos secundários; G_L é o gradiente de temperatura à frente da isoterma *Liquidus*;

V_L é a velocidade de deslocamento da isoterma *líquidus*, e; T_R é a taxa de resfriamento, que pode ser expressa também pelo produto $G_L.V_L$ (SPINELLI, 2005).

2.3.3 Modelos de Crescimento Celular e Dendrítico Primário

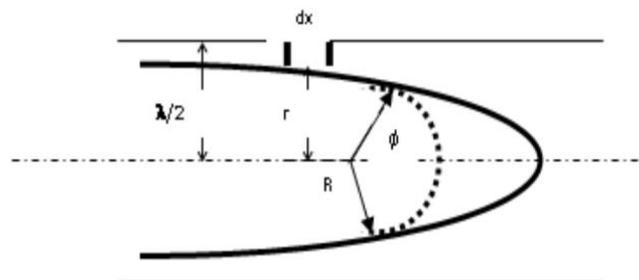
O modelo de Okamoto e Kishitake (OK) é um modelo simplificado, apresentado pela Equação 2, que correlaciona os espaçamentos celulares e dendríticos primários com os parâmetros térmicos de solidificação (OKAMOTO; KISHITAKE, 1975). Consideram o crescimento dos braços dendríticos secundários como placas que se tornam espessas com o decorrer da solidificação, e que não existe difusão no sólido. Esse modelo foi analisado recentemente através de resultados experimentais de solidificação direcional de ligas binárias (Al-Ni) por Canté (2009), e suas previsões teóricas superestimaram os valores experimentais.

Figura 15 - Representação esquemática da dendrita mostrando a linha do formato liso assumido pelo modelo de Hunt



Fonte: Hunt (1979).

Figura 16 - Vista esquemática do crescimento celular ou dendrítico mostrando o formato hipotético da ponta da dendrita assumido por Hunt



Fonte: Hunt (1979).

A expressão mostrada pela Equação 3 define o modelo teórico de Hunt, que correlaciona os espaçamentos celulares e dendríticos primários com os parâmetros térmicos de solidificação. Este modelo, objeto de expressiva comprovação experimental (ÇADIRLI; GUNDUZ, 2000 ; GUNDUZ; ÇADIRLI, 2002, LAPIN *et al.*, 1997 ; ROCHA, 2003), mais recentemente (SPINELLI, 2005 ; BOEIRA, 2006 ; ROSA,

2007 ; CANTÉ, 2009) apresentaram pela primeira vez que, ao contrário do que se admitia até então, os espaçamentos dendríticos primários não são afetados na mesma proporção por G_L e V_L . A Equação 3 mostra que λ_1 é mais sensível às mudanças no gradiente do que na velocidade ou composição, especificamente para ligas binárias de alumínio Al-Cu, Al-Si e Al-Ni, respectivamente. Rocha (2003), Peres (2005) e Canté (2009) validaram o presente modelo com seus resultados experimentais.

Kurz e Fisher (1984/1986/1989/1992) também desenvolveram um modelo teórico - Modelo de Kurz-Fisher (KF) - que permite quantificar os espaçamentos celulares e dendríticos primários em função dos parâmetros térmicos da solidificação, expressado analiticamente pela Equação 4. Para formular essa correlação, os autores, igualmente a Hunt, adotaram o crescimento da ramificação dendrítica com morfologia semelhante a uma elipse. Este modelo foi validado com dados experimentais obtidos para condições de solidificação em regime estacionário para ligas Pb-Sn Çadirli e Gündüz (2000), e em regime transitório para liga Al-Cu Rocha (2003) e, pela primeira vez para solidificação horizontal por Nogueira (2011) para liga Sn - Pb.

O modelo de Trivedi (1984) - Modelo de Trivedi (T) - foi desenvolvido baseado nas considerações assumidas por Hunt.

Tabela 1 - Modelos teóricos para crescimento dendrítico primários

Autor	Modelo Matemático	Regime de Extração de Calor	Equação
Okamoto e Kishitake (1975)	$\lambda_1 = 2\varepsilon \left[\frac{-m_L D_L C_0 (1 - k_0)}{V_L G_L} \right]^{1/2}$	Estacionário	2
Hunt (1979)	$\lambda_C \text{ ou } \lambda_1 = 2,83 [\Gamma m_L C_0 (1 - k_0) D_L]^{1/4} G_L^{-1/2} V_L^{-1/4}$	Estacionário	3
Kurz e Fisher (1981)	$\lambda_1 = 4,3 \left[\frac{\Gamma \Delta T D_L}{k_0} \right]^{1/4} G_L^{-1/2} V_L^{-1/4}$	Estacionário	4
Trivedi (1984)	$\lambda_1 = 2\sqrt{2} [L \Gamma m_L C_0 (1 - k_0) D_L]^{1/4} G_L^{-1/2} V_L^{-1/4}$	Estacionário	5
Hunt e Lu (1996)	$\lambda_C = 4,09 k_0^{-0,745} \left(\frac{\Gamma}{\Delta T} \right)^{0,41} D_L^{0,59} V_L^{-0,59}$	Estacionário e transitório	6
Hunt e Lu (1996)	$\lambda_1' = 0,07798 V'^{(a-0,75)} (V' - G')^{0,75} G'^{-0,6028}$ $a = -1,131 - 0,1555 \log_{10}(G') - 0,007589 [\log_{10}(G')]^2$ $\lambda_1' = \frac{\lambda_1 \Delta T}{\Gamma k_0}, G' = \frac{G_L \Gamma k_0}{\Delta T^2}, \text{ e } V' = \frac{V_L \Gamma k_0}{D_L \Delta T}$	Estacionário e transitório	7
Bouchard e Kirkaldy (1997)	$\lambda_1 = a_1 \left(\frac{16 C_0^{1/2} G_0 \varepsilon \Gamma D_L}{1 - k_0 m_L G_L V_L} \right)^{1/2}$	Transitório	8

Fonte: Adaptado de Nascimento (2017).

(λ_c , λ_1) são, respectivamente, os espaçamentos dendríticos celular e primário; (m_L) é a inclinação da linha líquidus; (D_L) é a difusividade de soluto no líquido; (C_0) é a composição de soluto da liga; (k_0) é o coeficiente de partição de soluto; (V_L) é a velocidade de deslocamento da isoterma líquidus; (GL) é o gradiente de temperatura à frente da isoterma líquidus; ($G_0\epsilon$) é o parâmetro característico $\cong 600 \times 6 \text{ Kcm}^{-1}$ (valor definido para compostos orgânicos); (a_1) é o fator de calibração do modelo; (L) é o calor latente de fusão e (Γ) o coeficiente de Gibbs - Thonson (BOUCHARD; KIRKALDY, 1997).

Os espaçamentos celulares e dendríticos primários são fortemente influenciados pelas condições térmicas e constitucionais. Esses espaçamentos diminuem com o aumento da taxa de resfriamento (TR) e da velocidade de deslocamento da isoterma líquidus (V_L) e aumentam com o tempo local de solidificação (tSL).

Tabela 2 - Leis experimentais para previsão dos espaçamentos dendríticos primários para ligas binárias à base de alumínio

<i>Autor</i>	<i>Liga</i>	<i>Lei de Crescimento</i>	<i>Sistema de Solidificação</i>	<i>Equação</i>
Rocha (2003)	Al-5%Cu	$\lambda_1 = 250(T_R)^{-0,55}$	Vertical Ascendente	9
	Al-8%Cu			
	Al-15%Cu			
Peres (2005)	Al-3%Si	$\lambda_1 = 220(T_R)^{-0,55}$	Vertical Ascendente	10
	Al-5%Si			
	Al-7%Si			
	Al-9%Si			
Cruz (2008)	Al-20%Sn	$\lambda_1 = 70(T_R)^{-0,55}$	Vertical Ascendente	11
	Al-30%Sn			
	Al-40%Sn			
Canté (2009)	Al-1%Ni	$\lambda_1 = 100(T_R)^{-0,55}$	Vertical Ascendente	12
	Al-1,9%Ni			
	Al-3%Ni			
	Al-4,7%Ni			
	Al-5%Ni			
	Al-2,5%Ni	$\lambda_1 = 220(T_R)^{-0,55}$		
Goulart (2010)	Al-0,5%Fe	$\lambda_1 = 95(T_R)^{-0,55}$	Vertical Ascendente	13
	Al-1,0%Fe			
	Al-1,5%Fe			

Carvalho (2013)	Al-3%Si	$\lambda_1 = 240(T_R)^{-0,55}$	Horizontal	13
	Al-7%Si			
	Al-9%Si			
Dias Filho (2012)	Al-6%Cu	$\lambda_1 = 216(T_R)^{-0,55}$	Horizontal	14
Vasconcelos (2014)	Al-5,5%Sn	$\lambda_1 = 144(T_R)^{-0,55}$	Horizontal	15
Barros (2014)	Al-3%Cu	$\lambda_1 = 440(T_R)^{-0,55}$	Horizontal	16

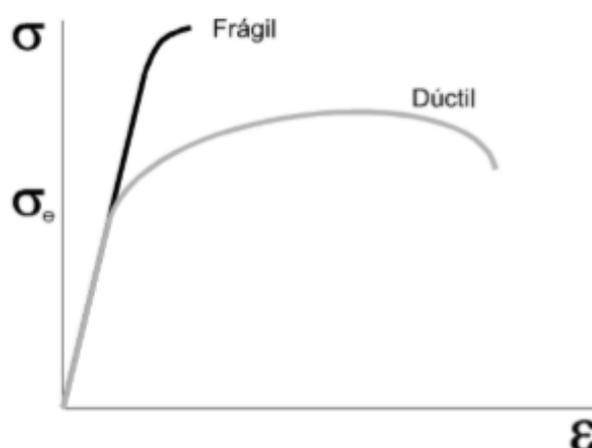
Fonte: Adaptado de Gomes (2012).

2.4 Ensaios Mecânicos

2.4.1 Ensaio de tração

Segundo Bortoli (2007), o ensaio de tração consiste na aplicação de carga de tração uniaxial crescente em um corpo de prova específico até a ruptura. Trata-se de um ensaio amplamente utilizado na indústria de componentes mecânicos, devido às vantagens de fornecer dados quantitativos das características mecânicas dos materiais. Uma boa maneira de observar a diferença no comportamento entre os materiais é submetendo-os a um ensaio de tração. Fazendo-se um gráfico da tensão em função do alongamento, é possível caracterizar um material entre os dois grupos (Figura 17). Materiais frágeis rompem-se com alongamento tipicamente menor do que 5% e mostram maior resistência mecânica.

Figura 17 - Gráfico tensão deformação



Fonte: Próprio Autor

Figura 17 - Máquina de ensaios mecânicos AROTEC, modelo WDW-100



Fonte: Autor, 2019.

Com esse tipo de ensaio, pode-se afirmar que praticamente as deformações promovidas no material são uniformemente distribuídas em todo o seu corpo, pelo menos até ser atingida uma carga máxima próxima do final do ensaio e, como é possível fazer com que a carga cresça numa velocidade razoavelmente lenta durante todo o teste, o ensaio de tração permite medir satisfatoriamente a resistência do material. A uniformidade termina no momento em que é atingida a carga máxima suportada pelo material, quando começa a aparecer o fenômeno da estricção ou da diminuição da secção do corpo de prova, no caso de matérias com certa ductilidade. A ruptura sempre se dá na região mais estreita do material, a menos que um defeito interno no material, fora dessa região, promova a ruptura do mesmo, o que raramente acontece.

2.4.2 Ensaio de dureza

A dureza consiste numa medida da resistência de um material a uma deformação plástica localizada. Os ensaios de dureza são realizados frequentemente uma vez que são simples e baratos, parcialmente não destrutivos (o corpo de prova não é fraturado e nem deformado drasticamente) e permitem determinar outras propriedades do material.

A dureza Rockwell é hoje a técnica de medição de dureza mais utilizada no mundo pela facilidade e rapidez de sua execução, isenção de erros humanos, facilidade de detecção de pequenas diferenças de dureza e pequeno tamanho da

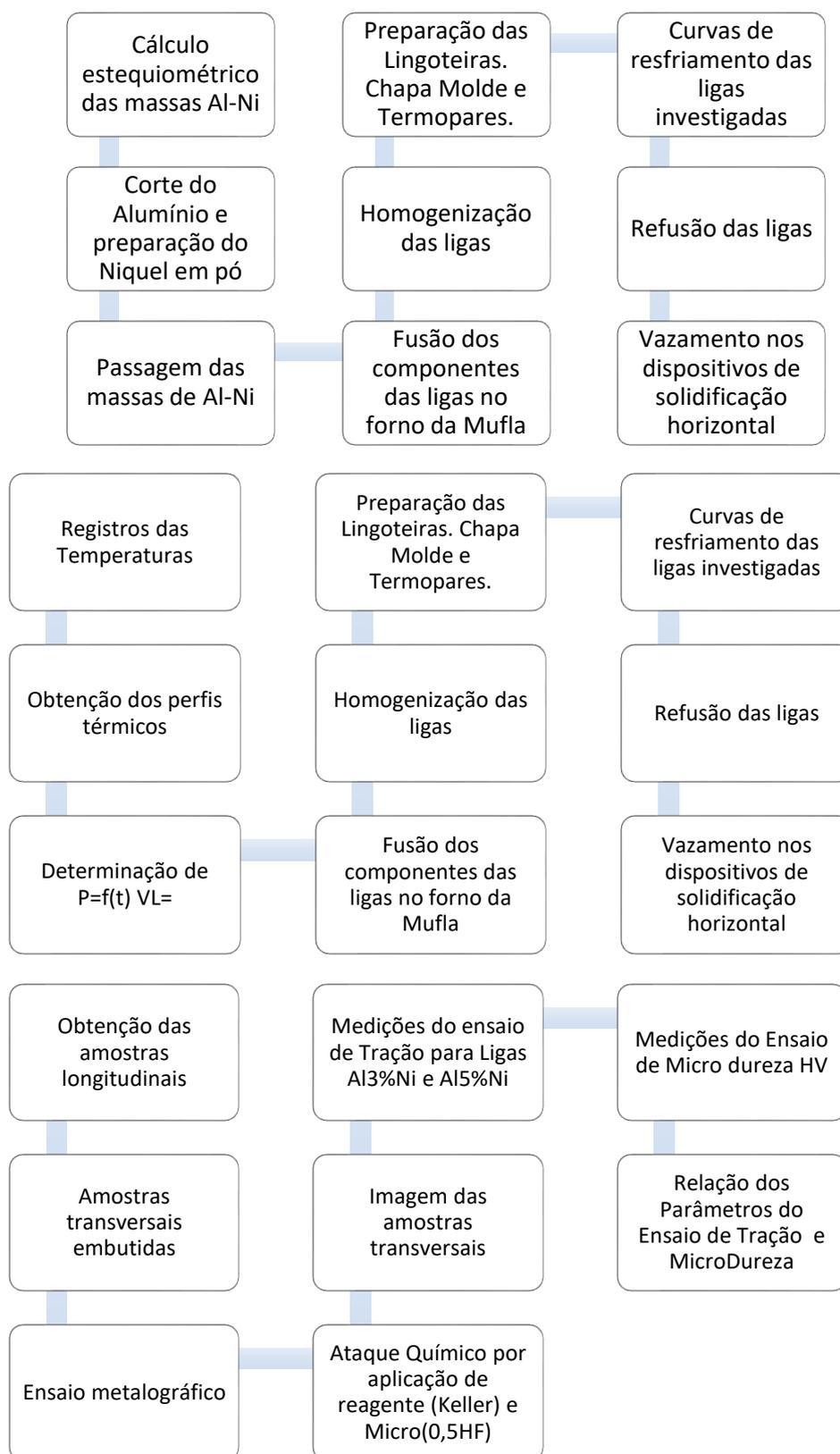
impressão. Inicialmente, aplica-se uma pré-carga para firmar o material e na sequência é imposta a carga propriamente dita. O penetrador pode variar de um cone de diamante (mais utilizado) a uma esfera. A carga é aplicada por um tempo de aproximadamente 10 segundos, de onde é retirada e mede-se, então, automaticamente, a profundidade da impressão gerada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente capítulo tem como objetivo apresentar os equipamentos e materiais empregados nas atividades experimentais bem como a metodologia utilizada durante a execução das mesmas: i) Cálculo estequiométrico, corte e pesagem dos materiais; ii) Fusão, homogeneização e aferição da liga obtida; iii) Montagem da lingoteira com termopares posicionados em pontos estratégicos; iv) Vazamento da liga fundida na lingoteira já posicionada no dispositivo de solidificação ascendente; v) Refusão e estabilização do metal líquido; vi) Início do experimento mediante o acionamento da refrigeração da chapa molde; vii) Cortes do lingote solidificado nos sentidos transversal e longitudinal destinados ao preparo de amostras para análise metalográfica, microscopia óptica e eletrônica de varredura; viii) Corte dos lingotes para preparo de corpos-de-prova para ensaio de tração; ix) Preparo dos lingotes para Ensaio Microdureza; x) Análise e tabulação dos resultados experimentais para posterior interpretação.

O diagrama da Figura 18 ilustra as etapas envolvidas no decorrer do estudo experimental efetuado neste trabalho.

Figura 18 - Fluxograma do processo



Fonte: O Autor (2019)

3.1 Equipamentos e Materiais Utilizados

A liga utilizada foi obtida a partir de alumínio com pureza comercial (98,31%) e níquel com (98,16%) de pureza. O corte do Alumínio foi realizado com o auxílio de uma serra de fita de fabricação Franho, modelo FM-50 e o Níquel foi preparado em forma de limalha. Seguindo o cálculo estequiométrico para liga alvo, os elementos de liga foram pesados em uma balança eletrônica semi-analítica com precisão de 0,01g.

O alumínio foi colocado em um cadinho de carbeto de silício, modelo AS-06 da Carbosil, com capacidade de 1 litro, e em seguida foi levado a um forno tipo mufla, da marca Jung. O cadinho de carbeto de silício foi previamente revestido com uma camada de material refratário (alumina), para aumentar sua durabilidade e evitar a contaminação da liga;

Devido às temperaturas de fusão dos componentes da liga serem muito diferentes, aproximadamente (660°C) para o Al e (1453 °C) para o Ni, a liga foi obtida mediante o mecanismo de difusão do soluto na matriz líquida do solvente, o que ocorreu da seguinte forma: Após a total fusão do alumínio, o cadinho foi retirado do forno, e o níquel na forma de cavacos foi adicionado ao metal líquido. A mistura foi agitada com uma vareta de aço revestida com alumina, com o objetivo de facilitar a incorporação do níquel na matriz do alumínio.

Para garantir a total difusão do soluto na matriz do solvente, a mistura metálica é retornada ao forno e retirada para ser novamente agitada. Esse procedimento repetiu-se até a total dissolução dos cavacos de níquel. A Figura 19 apresenta os principais equipamentos e materiais utilizados no preparo da liga.

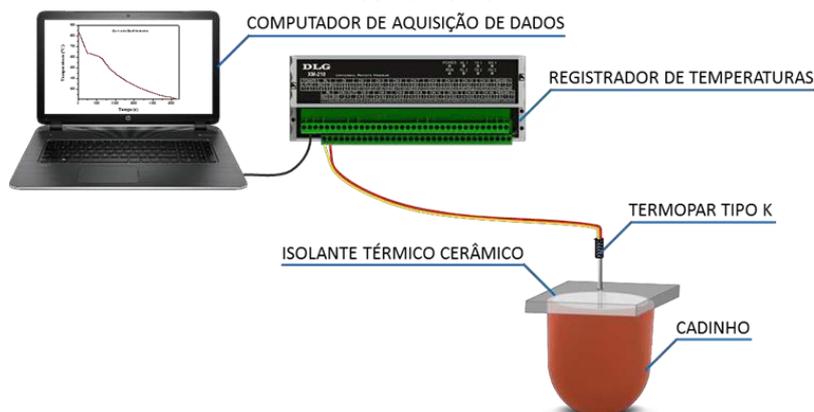
Figura 19 - A) Balança digital B) Cadinho de carboneto de silício e C) Forno elétrico tipo mufla



Fonte: O autor (2018).

Após as etapas descritas, o cadinho foi retirado do forno e a seguir levantou-se a curva de resfriamento característica do material, conforme ilustra a Figura 20.

Figura 20 - Representação esquemática do processo experimental de obtenção da curva de resfriamento



Fonte: Nascimento (2017).

Em seguida, o cadinho retornou ao forno para uma nova fusão. Nesse estágio o metal líquido foi vazado em uma lingoteira, que se encontrava acoplada ao dispositivo de solidificação, ocorrendo a solidificação espontânea do metal. Com o intuito de refundir o material, foi acionado o sistema de aquecimento do dispositivo. Para garantir a total fusão da liga e a estabilização do líquido, aplicou-se um superaquecimento de 10% acima da temperatura *liquidus* (T_L). A partir dessa temperatura, o sistema de aquecimento do dispositivo foi desligado, iniciando-se o resfriamento do metal. No instante em que a temperatura do metal líquido alcançava a estipulada para o início do experimento ($T_i = T_L + 10\%T_L$), era acionada a refrigeração forçada à água na chapa molde. Essa condição de resfriamento permaneceu até a total solidificação. O monitoramento e os registros térmicos foram feitos através de termopares posicionados no interior da lingoteira, conectados a um sistema de aquisição de dados.

Neste trabalho, devido à faixa de temperaturas em que ocorre o processo de solidificação, foram utilizados termopares de Chromel-Alumel do tipo K com diâmetro de 1,5 mm com faixa de utilização até 1260°C para mapear horizontalmente os lingotes. A escolha desse tipo de termopar pode ser justificada em função da grande faixa de utilização de temperaturas. Estes aparelhos foram calibrados com base no ponto de fusão do alumínio indicando flutuações em torno de 1°C e conectados através de cabos coaxiais a um sistema de aquisição de dados em um computador.

No registro dos perfis térmicos, foram utilizados os sistemas de aquisição de dados Fieldlogger, mostrados na Figura 21, devidamente acoplados a um computador e o software do equipamento utilizado para acompanhar, registrar e armazenar os

dados obtidos pelos 8 termopares durante o processo de solidificação direcional horizontal.

Foram utilizados também o Microsoft Excel® para compilar e manipular os dados obtidos e o software Origin Pro 8® para plotagem e ajuste dos gráficos correspondentes aos parâmetros térmicos de solidificação.

Figura 21 - Sistema de aquisição FieldLogger



Fonte: Autor (2019)

O rotâmetro de acrílico, como o mostrado na Figura 22, com quilha flutuadora de aço inoxidável e com faixa de medição de 4 a 36 LPM, foi utilizado para o controle do fluxo de água que escoa através da câmara de refrigeração do dispositivo utilizado, controlando a vazão para todos os experimentos.

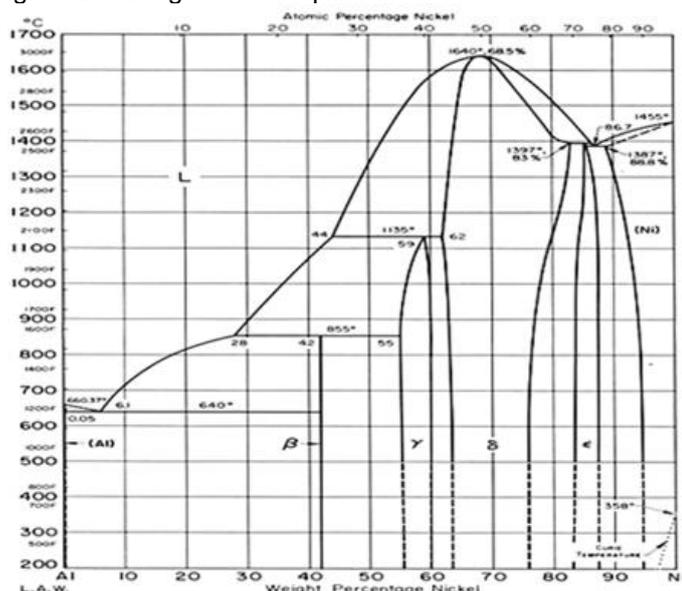
Figura 22 - Rotâmetro controlador da vazão de água utilizada nos experimentos



Fonte: O Autor (2019).

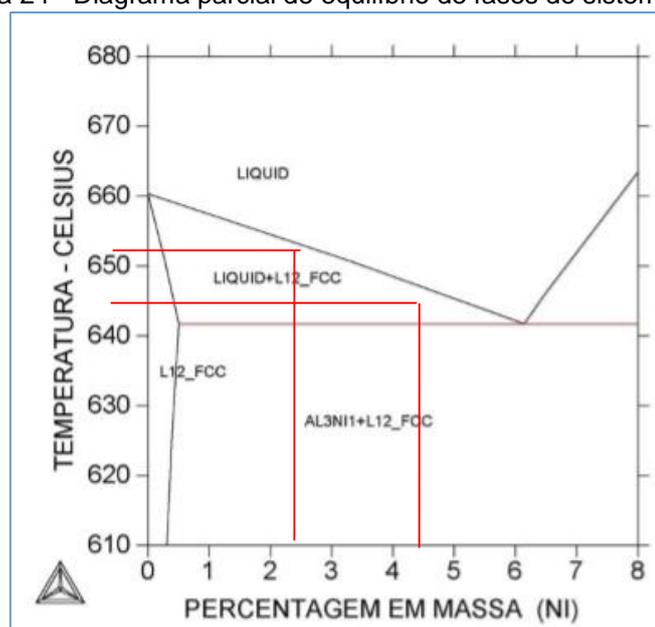
As ligas pertencentes ao sistema Al-Ni, escolhidas como objeto de estudo, apresentam as seguintes concentrações em massa de Ni: (3% e 5%). As Figuras 23 e 24 apresentam os diagramas de equilíbrio de fases do sistema binário Al-Ni, completo e parcial, respectivamente.

Figura 23 - Diagrama de equilíbrio de fases do sistema Al-Ni



Fonte: Infomet (2019).

Figura 24 - Diagrama parcial de equilíbrio de fases do sistema Al-Ni



Fonte: O autor (2019).

As ligas produzidas em laboratório passaram por dois critérios de aferição da composição: uma análise térmica e uma análise química. O primeiro diz respeito à verificação do teor de soluto, obtido tomando como referência a linha de transformação *liquidus* fornecida pelo diagrama de equilíbrio de fases do sistema binário Al-Ni, já apresentados nas Figuras 23 e 24. A Tabela 3 apresenta, por exemplo, a temperatura de transformação obtida por análise térmica da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni, confrontada com o valor de temperatura extraído do diagrama de fases. Levando em conta o erro relativo dos termos sensores utilizados, que é da ordem de 1,0%,

considera-se que a estequiometria da liga é válida. A Análise térmica da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni é apresentada na Figura 25.

Tabela 3 - Temperaturas de transformação para a liga Al-3%Ni e Al-5%Ni

<i>Liga Al-Ni % (Ni)</i>	<i>Temperatura de transformação (°C) (curva de resfriamento)</i>	<i>Temperatura de transformação (°C) (Diagrama de fase)</i>
3	654,8 ± 1,0%	653
5	645,7 ± 1,0%	645

Fonte: O autor (2019).

Para a análise química foi retirada uma amostra da liga produzida experimentalmente e utilizada a técnica de espectrometria de fluorescência de raios X, o que permitiu uma aferição adicional da composição final da liga produzida. A Figura 26 apresenta a ficha fornecida pelo espectrômetro de fluorescência de raios X para a liga Al-3%Ni e Al-5%Ni. Essa análise apresentou valores próximos dos previstos pelo cálculo estequiométrico (C_0), o que possibilita admitir os teores originais como válidos.

Tabela 4 - Composição química da liga Al-3%Ni Al-5%Ni obtida espectrometria por fluorescência de raios X

Composição química [%]				
<i>Mg</i>	<i>Al</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Zn</i>
1,627	94,57	1,065	2,620	0,1186

Fonte: O autor (2019).

A amostra utilizada na análise de Raios X foi lixada sequencialmente nas granulometrias de: 100, 220 e 320, respectivamente. O equipamento utilizado foi o espectrômetro de emissão óptica do LCM (Laboratório de Caracterização de materiais do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará), para identificação das quantidades dos elementos do lingote solidificado, mostrado na Figura 25.

Figura 25 - Analisador Químico: espectrômetro de emissão óptica



Fonte: Acervo do Laboratório de Caracterização de Materiais/IFPA Campus Belém (2019).

3.2 Descrição do Dispositivo de Solidificação Unidirecional Horizontal

O dispositivo de solidificação e o sistema de aquisição de dados empregados nos experimentos são mostrados de forma esquemática na Figura 28. Utilizado pela primeira vez por Silva (2007), integrante do Grupo de Pesquisa em Metalurgia (GPM) do IFPA, foi projetado de tal maneira que o calor do metal líquido fosse extraído somente através de um sistema refrigerado à água, localizado em uma das extremidades do molde, promovendo assim a solidificação direcional horizontal. A lingoteira de aço inoxidável utilizada possui 160 mm de comprimento, 60 mm de largura, 60 mm de altura e 3 mm de espessura. As superfícies laterais internas da mesma foram revestidas com camadas de alumina e a parte superior foi isolada com material refratário para evitar perdas de calor para o meio ambiente.

Figura 26 - Representação esquemática do dispositivo de solidificação, mostrando sua interface com o sistema de registro de temperaturas



Fonte: Adaptado de Araújo (2015).

Primeiramente, a liga estudada foi fundida no dispositivo de solidificação e, em seguida, teve sua temperatura elevada (10%) acima de sua temperatura *líquida*, visando garantir a formação da zona colunar, uma vez que os espaçamentos primários devem ser quantificados na referida região (GÜNDÜZ *et al.*, 2002; ROCHA *et al.*, 2003a; 2003b).

Depois de atingido o nível de superaquecimento desejado, as resistências elétricas do dispositivo foram então desligadas e, imediatamente, acionado o sistema de refrigeração à água. Os jatos do fluido refrigerante, direcionados tão somente a uma das paredes laterais do molde, induziram uma extração de calor no sentido longitudinal, ou seja, apenas na direção horizontal conforme estabelecido neste estudo. Esse mesmo dispositivo possui uma haste metálica munida de orifícios

passantes de diâmetros de 2 mm e que podem ser ajustados para fixação de nove termopares. Neste trabalho foram utilizados oito termopares tipo K (com diâmetro de 1,5 mm) e posicionados em relação à chapa molde nas seguintes distâncias: 5, 10, 15, 20, 30, 50, 70 e 90 mm e ajustados no centro da lingoteira, medidas essas confirmadas através de um paquímetro; entretanto, o termopar de posicionamento sexto apresentou problemas e esta posição foi descartada.

A escolha desse tipo de termopar deve-se ao fato da grande faixa de utilização de temperaturas (0 a 1260°C). Depois de fixados e posicionados adequadamente, os termopares foram conectados a um registrador de dados interligado a um computador para acompanhar, registrar e armazenar os dados que serão obtidos durante o processo de solidificação, além de possibilitar um monitoramento em tempo real dos dados medidos. Os termopares foram calibrados com base no ponto de fusão do alumínio, indicando flutuações em torno de 1°C e conectados através de cabos coaxiais a um sistema de aquisição de dados em um computador.

As principais características dos termopares utilizados são as seguintes: diâmetro igual a 1,5 mm; faixa de utilização até 1260 °C (0,000 a 50,990) mV; potência termoelétrica: 4,04 mV (100 °C). O AMR-Software foi o software utilizado para acompanhar, registrar e armazenar os dados obtidos pelos termopares durante o processo de solidificação, além de possibilitar um monitoramento on-line dos dados medidos.

As variáveis térmicas experimentais como velocidade de deslocamento da isoterma *líquidus* (V_L) e a taxa de resfriamento (T_R) foram determinadas a partir dos perfis de temperaturas obtidos para as sete posições dos termopares, utilizando-se da técnica detalhada por Rocha *et al.* (2003a; 2003b; 2000).

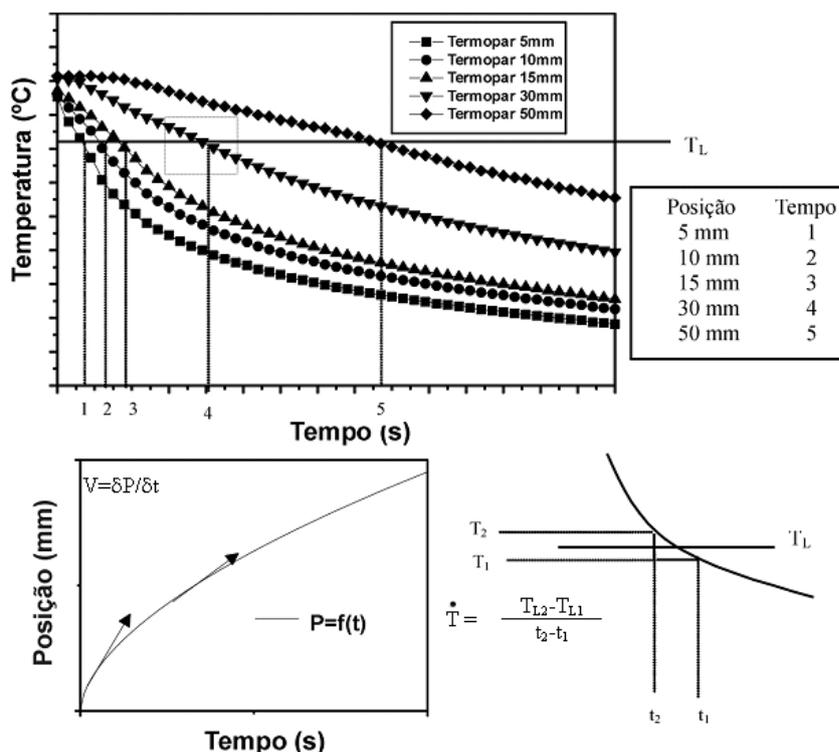
3.3 Determinação Experimental das Variáveis Térmicas de Solidificação

As curvas experimentais da variação de temperatura com o tempo, obtidas para diferentes posições de termopares, foram armazenadas no registrador de temperatura e posteriormente processadas no programa Origin 8.0, o qual gera curvas que representam perfis de temperatura para cada termopar, conforme esquema mostrado na Figura 27. A metodologia esquemática do procedimento utilizado para os cálculos de V_L e T_R foram utilizados nos procedimentos adotados nos trabalhos de Rocha (2003), Gomes (2012), Vasconcelos (2013), Magno (2015), Barros (2016) e Souza (2016).

A partir dessas curvas, podem ser determinadas as variáveis térmicas de solidificação. As velocidades experimentais para a isoterma *líquidus* (V_L) são determinadas a partir da derivação da função $P=f(t)$, ou seja, $V_L=dP/dt$, onde a função $P=f(t)$ foi obtida experimentalmente pela interseção da reta da temperatura *líquidus* (T_L) com os perfis térmicos em cada posição dos termopares, ou seja, a partir da T_L da liga traça-se uma reta paralela ao eixo do tempo indicado no gráfico que representa o perfil térmico, conforme esquema indicado na Figura 27. A partir das interseções dessa reta com os perfis térmicos, obtém-se o tempo correspondente, que pode ser definido como sendo o tempo(t) de passagem da isoterma *líquidus*, T_L , para cada posição do termopar. Então, os resultados dos pares ordenados posições, P , e os tempos, t , (P , t) obtidos a partir do procedimento, permitem que seja traçado um gráfico experimental da posição da isoterma *líquidus* com o tempo.

A taxa de resfriamento (T_R) foi obtida experimentalmente para cada posição dos termopares, através das interseções das retas de cada temperatura *líquidus* (T_L) com os perfis térmicos em cada posição dos termopares, e a partir do resultado da leitura do quociente das temperaturas imediatamente antes e depois da T_L e dos tempos correspondentes, isto é, $dT_R=dT/dt$.

Figura 27 - Tratamento dos dados experimentais para obtenção das variáveis térmicas



Fonte: Gomes (2012).

3.4 Caracterizações Macro e Microestrutural

Na macroestrutura, pode-se analisar a precisão dos experimentos de solidificação quanto à direcionalidade em que o processo ocorreu. Com relação à microestrutura, esta permite investigar a influência das variáveis de solidificação na constituição estrutural da liga metálica. As microestruturas foram examinadas em um Microscópio esteoscópico Olympus-Arotec SZ-61 com luz refletida acoplada com câmera UC-30 a partir do software analisador de imagens AnalySIS 5.1 da Olympus.

As amostras para análise microestrutural foram obtidas do centro do lingote. Posteriormente, a superfície da amostra foi atacada com um reagente cuja composição foi 15 ml de HNO_3 , 10 ml de HCl , 5 ml de HF e 70 ml de H_2O (solução de Keller), conforme Gomes (2012). O ataque químico foi realizado por imersão da superfície da peça durante aproximadamente vinte segundos, tempo suficiente para que as macroestruturas de solidificação das ligas fossem perfeitamente reveladas.

Em seguida, iniciou-se o procedimento para obtenção das peças correspondentes à caracterização microestrutural, para posterior caracterização e quantificação dos espaçamentos dendríticos terciários. Assim, foram retirados transversalmente do lingote, da região compreendida somente por grãos colunares, oito corpos de prova de cada liga estudada, nas posições correspondentes a 5 mm; 10mm; 15 mm; 20 mm; 25 mm; 30 mm, 35 mm, 40 mm, 45 mm e 50 mm em relação à interface metal/molde. Os corpos de prova foram devidamente identificados de acordo com suas respectivas posições, embutidos a frio (Figura 28) e posteriormente lixados com lixas de granulação de 100 a 1200 mesh e polidos com solução de Alumina $1,0\mu\text{m}$.

Figura 28 - Amostras embutidas em resina para posterior análise metalográfica e ensaios de microdureza



Fonte: O Autor (2019).

3.5 Ensaios Mecânicos

3.5.1 Ensaio de Tração

Com o objetivo de estabelecer correlações entre as variáveis de solidificação e as propriedades mecânicas das ligas do sistema Al-Ni, foram efetuados ensaios para determinar os limites de escoamento e de resistência à tração. Para esse propósito dois lingotes para cada uma das seguintes concentrações de níquel 3% e 5 % foram seccionados perpendicularmente à direção de solidificação, conforme a Figura 29. Essas secções foram posteriormente usinadas originando os corpos de provas utilizados nos ensaios de tração como ilustrado na Figura 30.

Figura 29 - A localização dos corpos de prova para ensaio de tração perpendicular à direção de extração de calor. (a) Al-3%Ni e (b) Al-5%Ni

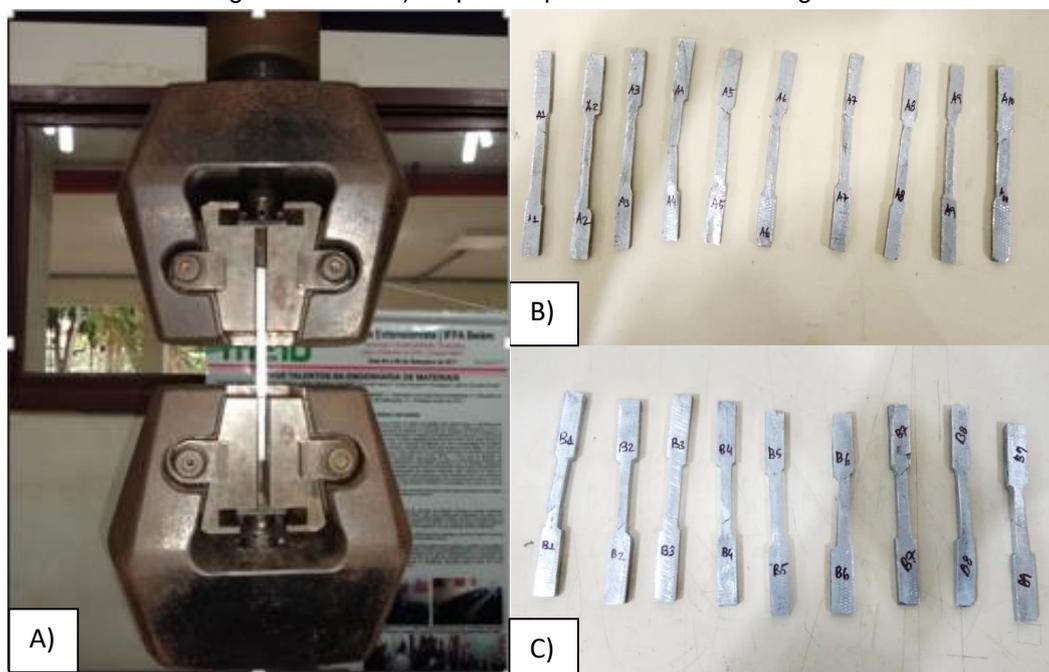


Fonte: O autor (2019).

O lingote Al3%Ni originou dez corpos de provas e Al5%Ni nove distribuídos ao longo do eixo longitudinal, totalizando 19 corpos de provas para todas as 2 ligas investigadas, sendo 2 lingotes por liga investigada.

Após a usinagem dos corpos de prova em conformidade com a norma ASTM E8M, eles foram submetidos aos ensaios de tração, efetuados segundo a norma NBR 6152 e ASTM E8M. O equipamento utilizado foi a máquina de ensaios MTS – Test Star II (Figura 30), com uma velocidade de ensaio em torno de 10 mm/s.

Figura 30 - A) Corpo de prova posicionado na máquina de ensaio. B) Corpos de prova ensaiados da liga Al3%Ni e C) corpos de prova ensaiados da liga Al5%Ni



Fonte: O Autor (2019)

3.5.2 Ensaio de Microdureza

Os ensaios de microdureza Vickers (HV) foram realizados de acordo com o método proposto por Dias Filho (2013). Foram realizadas 3 medidas para cada posição analisada ao longo do comprimento dos corpos de prova. Os testes foram divididos em grupo A que se refere as ligas de Al3%Ni e B referente as ligas de Al5%Ni. Nesse ensaio, foi utilizada uma carga de 300 gf e um tempo de 13 segundos. O equipamento utilizado foi um microdurômetro modelo HV-1000B, com penetrador piramidal de diamante. A Figura 31 apresenta o microdurômetro utilizado neste trabalho, com um corpo de prova sendo ensaiado.

Figura 31 - Microdurômetro HV-1000B do GPEMAT/UFPA



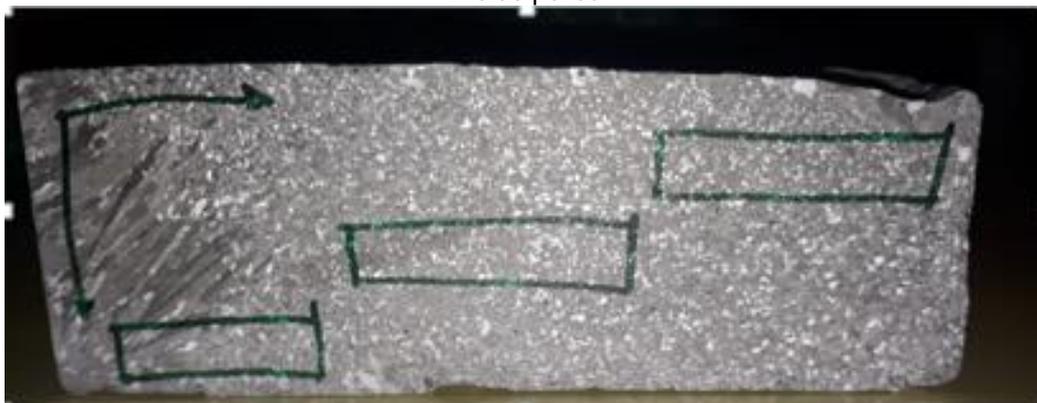
Fonte: O Autor (2019)

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Macroestrutura

A macroestrutura resultante do corte longitudinal após a realização do ataque químico com superaquecimento de 10% e que teve a superfície da chapa molde polida é apresentada na Figura 32. Essa liga, solidificada horizontalmente em condições transitórias de extração de calor, foi analisada com o intuito de verificar as regiões e as zonas de transições mediante a interface metal/molde, a influência do grau de superaquecimento, e do teor de soluto no mecanismo de formação da morfologia estrutural.

Figura 32 - Macroestruturas das ligas Al-3%Ni e Al-5%Ni com superaquecimento de 10% e chapa molde polida



Fonte: O autor (2019).

Nota-se nessa liga o crescimento de grãos colunares com extensão predominante até 40 mm em relação interface metal/molde, ocorrendo paralelamente à direção do fluxo de calor desde o início do lingote, o que ratifica a existência de fluxo de calor perpendicular à superfície de refrigeração e a direcionalidade do processo de solidificação.

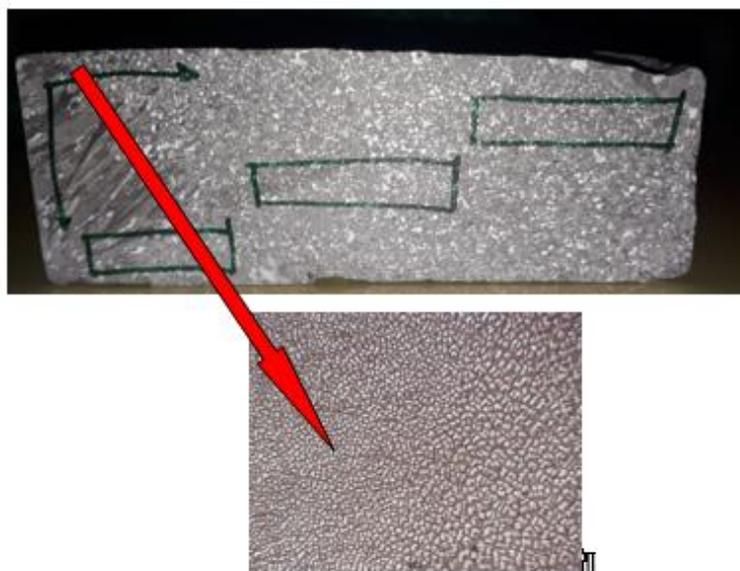
Em seguida, observa-se o surgimento de grãos alongados e com direção diferente do crescimento preferencial, os quais são denominados “grãos plumosos” e que serão detalhados mais a frente, em seguida com parte dominante no final do lingote têm-se grãos equiaxiais. Além disso, verificou-se, com auxílio de uma régua, que as transições não ocorreram em um plano paralelo à parede refrigerada. O surgimento da zona de transição colunar/plumosos (TCP) aconteceu numa faixa de 5 a 40 milímetros e da zona de transição plumosos/equiaxial (TPE) numa faixa de 5 a 120 milímetros.

Esses desvios na zona de transição indicam que correntes convectivas estão presentes nessa configuração e, como consequência deste escoamento natural de fluido, ocorrem perturbações que geram tais desvios nessas regiões. Vale ressaltar que, para o caso de um dispositivo de solidificação direcional horizontal, o efeito da convecção termossolutal é intensificado pela ação da gravidade, uma vez que a gravidade age perpendicularmente à direção da frente de solidificação da liga (KONNO, 2015).

Nas posições mais próximas à interface de resfriamento até 5 mm, o crescimento colunar prevaleceu. Em seguida, da posição de 5 mm até 120 mm, percebe-se a existência de grãos que crescem com orientação diferente da direção preferencial de crescimento e que possuem a forma de “leque”, os quais são chamados por alguns autores de “grãos plumosos” ou “Grãos de pena”. Como observado nesta macroestrutura, a literatura destaca que estes grãos impedem o crescimento regular dos demais grãos colunares e exibem diferentes contrastes, nas cores branca e cinza, consistindo de lamelas separadas paralelamente por contornos retilíneos e ondulados com orientações alternadas (HENRY et al., 2004; TURCHIN, 2007). Posteriormente, nas posições finais do lingote, é observado que o crescimento desses “grãos plumosos” é interrompido com o surgimento dos grãos equiaxiais principalmente no final do processo de solidificação, isto é, estes grãos de orientação cristalina aleatória impedem o avanço dos “grãos plumosos”.

A Figura 33 apresenta com mais detalhes a região de “grãos plumosos” a partir do corpo de prova localizado na posição de 60 mm ao longo da seção longitudinal do lingote da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni. E mostra o surgimento de braços dendríticos primários desalinhados em relação à direção de evolução da taxa de resfriamento, além de apresentar braços dendríticos secundários com inclinação de aproximadamente 45° em relação aos braços dendríticos primários (RODRIGUES, 2007).

Figura 33 - Macrografia da seção longitudinal do lingote da liga Al-3%Ni e Al-4%Ni com superaquecimento de 10% e chapa molde polida e micrografias obtidas a partir das seções transversais dos corpos de prova



Fonte: O autor (2019).

Embora existam estudos sobre o crescimento de “grãos plumosos”, este assunto abrange vários questionamentos sobre as causas que proporcionam a sua nucleação na macroestrutura de uma liga. Segundo Garcia (2007), uma das causas para esse tipo de desvio nos grãos é um movimento lateral brusco da lingoteira durante a solidificação. Esta interferência externa pode ser suficiente para mudar a direção do crescimento colunar.

Por outro lado, Henry et al. (1998) cita em seus artigos que, além das ligas metálicas, esse fenômeno já foi demonstrado em sistema transparentes, como é o caso de soluções químicas de $\text{NH}_4\text{Cl-H}_2\text{O}$ e SCN-acetona , sem que ocorra a possibilidade de movimentos bruscos durante o processo de solidificação. Além disso, Henry e outros autores acreditam que o surgimento dos “grãos plumosos” pode ser promovido sob condições específicas, tais como: elevadas taxas de resfriamento nos instantes iniciais da solidificação, presença de convecção e ação de certos elementos de ligas.

Essas condições induzem a combinação de dois mecanismos que ocorrem na escala atômica: No primeiro mecanismo, sucede uma alteração nas propriedades anisotrópicas da liga (tensão superficial e/ou uma cinética de ligação átomos) que muda as direções de crescimento preferencial de $\langle 100 \rangle$ para $\langle 110 \rangle$. No segundo mecanismo, uma simetriação das direções de crescimento dos braços dendríticos na área de convecção por uma operação de maclação iniciada pelas falhas de

empilhamento no metal durante a solidificação (HENRY et al., 2004; TURCHIN, 2007; RODRIGUES, 2007).

Neste trabalho, nota-se na macroestrutura da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni que os “grãos plumosos” nucleiam a partir dos grãos colunares. Tal observação contraria a tese de que os “grãos plumosos” sejam apenas o desvio de crescimento dos grãos colunares. Aventa-se então a possibilidade de que estes grãos não sejam apenas estruturas colunares com orientação refletida por alguma perturbação física, mas trata-se de uma macroestrutura que possui suas características particulares, como condições de nucleações, direção de crescimento e morfologia dendrítica. Vale ressaltar que, neste experimento, a configuração do dispositivo de solidificação e a forma como o experimento é realizado, além da quantidade de experimentos realizados impede que haja movimentações bruscas da lingoteira durante a solidificação, o que reforça a tese de Henry et al. (1998).

Alguns autores chamam atenção quanto à formação dos “grãos plumosos”, pois, segundo eles, esses elementos comprometem drasticamente as propriedades da estrutura solidificada por fundição e até por soldagem, afetando a deformabilidade do material e dificultando mudanças na microestrutura por meio de tratamentos térmicos, sendo, portanto, importante se estabelecer controles no processo de solidificação para evitar sua formação (RODRIGUES, 2007; TURCHIN et al., 2007).

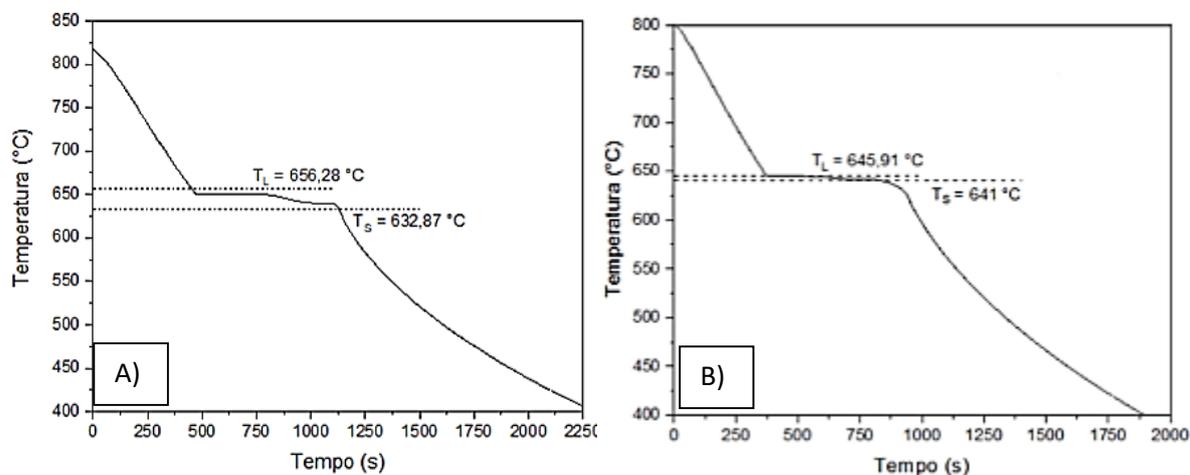
4.2 Variáveis Térmicas de Solidificação

4.2.1 Curvas de Resfriamento

A Figura 34 apresenta a curva de resfriamento obtida a partir das condições de solidificação assumidas neste trabalho. Os resultados mostram uma temperatura *liquidus* (T_L) de 652,3°C, sendo observado um patamar de temperatura *solidus* (T_S) de 639,5°C na curva. Dessa forma, pode-se verificar termicamente a exata composição da liga por meio da comparação de T_L e de T_S obtidas experimentalmente com aquelas indicadas teoricamente pelo diagrama de equilíbrio de fases do sistema Al-Ni. O caminho de solidificação da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni gerado a partir do software Origin Pro 8[®]. Destaca-se que este caminho de solidificação foi gerado a partir de quatro pressupostos básicos do modelo de Scheil: (1) as interfaces estão em equilíbrio; (2) não há difusão na fase sólida; (3) as composições são homogêneas através de toda a fase líquida; e (4) as densidades são iguais para a fase sólida e

líquida (FLEMINGS, 1974; BARROS, 2016).

Figura 34 - Curva de resfriamento para as ligas A) Al 3%Ni e B) Al 5%Ni



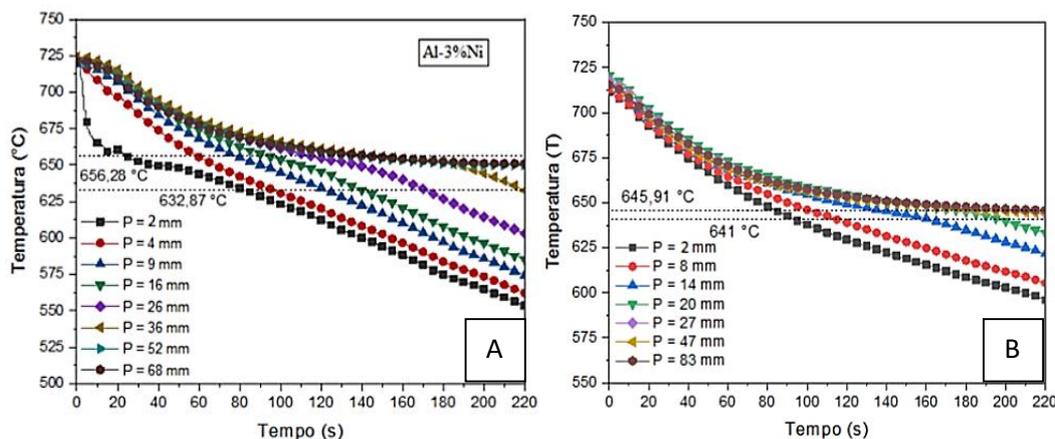
Fonte: O autor (2019).

4.2.2 Perfis de Temperatura

A Figura 35 mostra os perfis térmicos da liga obtida experimentalmente, possibilitando assim determinar os parâmetros térmicos envolvidos no sistema. As retas paralelas ao eixo x indicam a temperatura *liquidus*, início da liberação de calor latente de fusão, e a temperatura *solidus*, logo em seguida na solidificação.

Nota-se que quanto mais distante estiver posicionado o termopar da interface metal/molde, maior será o tempo de registro térmico, isto é, para o intervalo entre a T_L e a T_S , a variação da temperatura registrada é cada vez menor nos termopares mais afastados da chapa molde. Este comportamento pode ser justificado pela maior resistência térmica durante a transferência de calor conforme o aumento da camada solidificada ao longo do processo de solidificação.

Figura 35 - Perfis térmicos de solidificação para as ligas A) Al 3%Ni e B) Al 5%Ni, para diferentes posições ao longo do lingote solidificado num dispositivo horizontal.

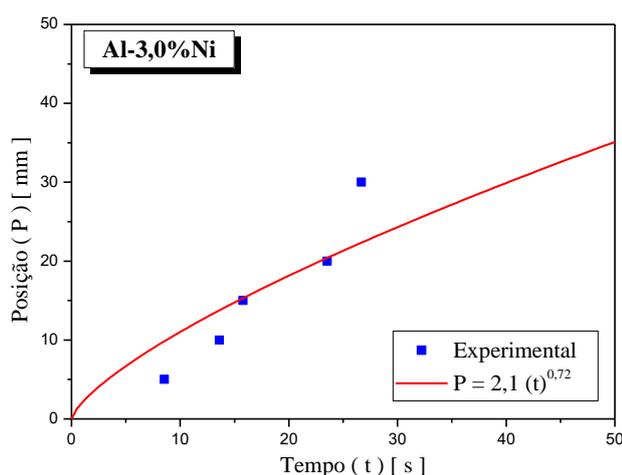


Fonte: O autor (2019).

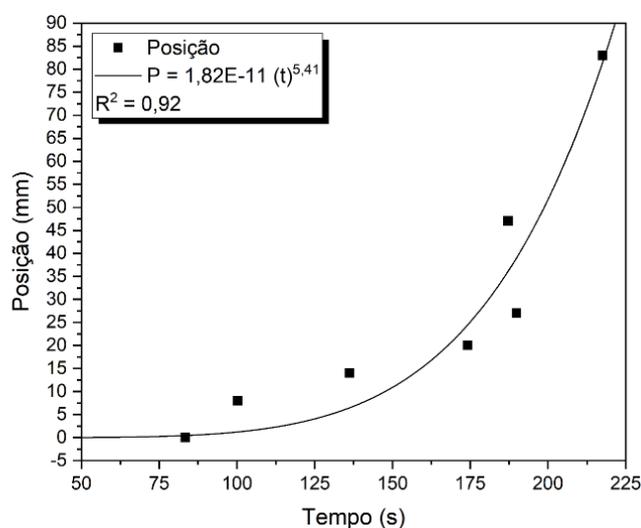
4.2.3 Tempo de solidificação

Para a determinação dos valores dos parâmetros térmicos de solidificação V_L e T_R , que variam tanto em função do tempo como da posição durante a solidificação, as leituras dos termopares (Figura 35) foram utilizadas para gerar um gráfico da posição da interface metal/molde em função do tempo correspondente à passagem da frente *liquidus* pelos termopares. Os tempos experimentais foram obtidos a partir das interseções das retas de cada temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento, para cada posição dos termopares. Uma técnica de ajuste por curva a esses pontos experimentais gerou uma expressão algébrica da posição em função do tempo, conforme apresentado na Figura 36.

Figura 36 – A) Posição da isoterma liquidus a partir da interface metal/molde em função do tempo para a liga Al-3%Ni



B) Posição da isoterma *liquidus* a partir da interface metal/molde em função do tempo para a liga Al-5%Ni

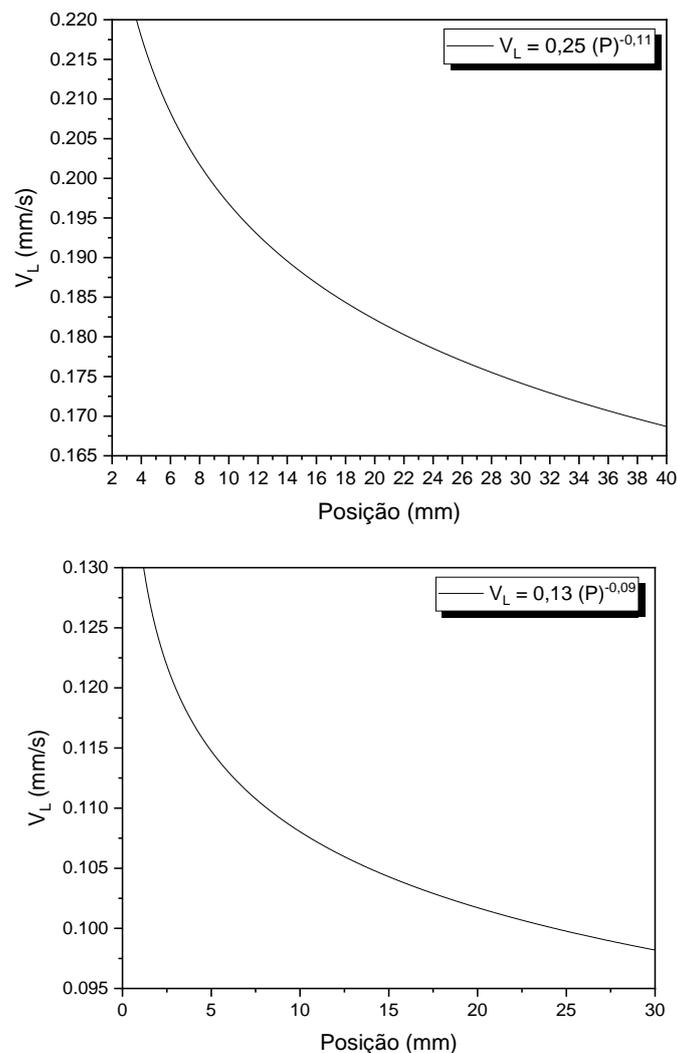


Fonte: O autor (2019).

4.2.4 Velocidades da Isoterma liquidus

A velocidade de deslocamento da frente de solidificação é determinada por meio da derivada da equação posição em função do tempo ($P = a.(t)^b$), que após breve manipulação analítica, pode-se chegar à equação da velocidade da isoterma *liquidus* em função da posição ($V_L \times P$). Os resultados gerados são mostrados na Figura 37. Como esperado, estes resultados mostram que os valores de V_L mais elevados estão nas regiões próximas à chapa molde. Com o decorrer da solidificação, os valores de V_L tornam-se menores e esse decaimento vai se tornando gradual ao fim do processo de solidificação.

Figura 37 - Velocidades da isoterma liquidus em função da posição para as ligas A) Al 3%Ni e B) Al 5%Ni

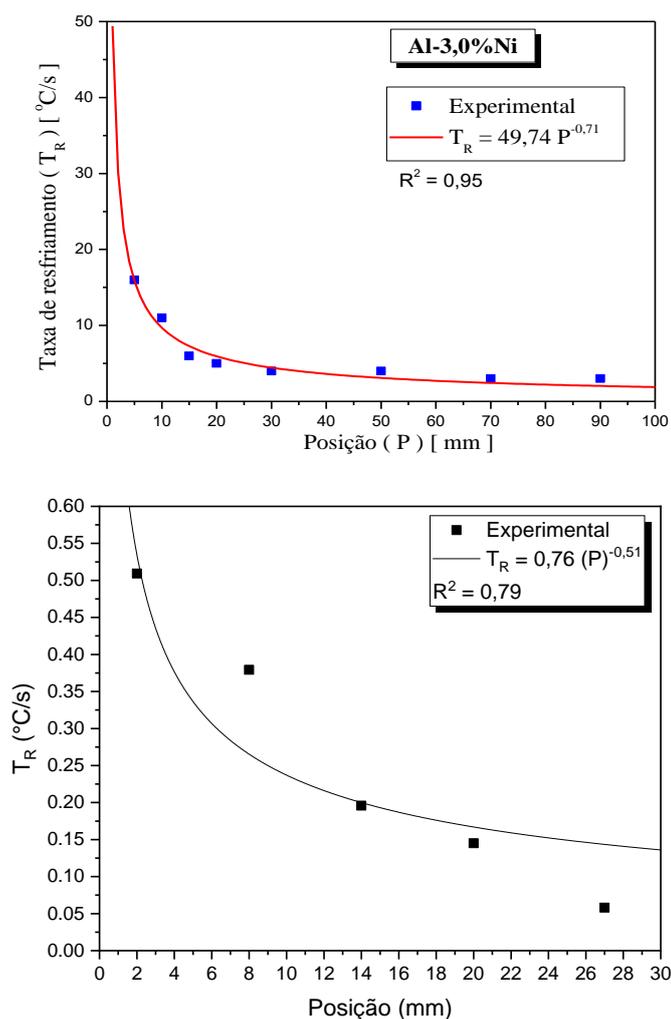


Fonte: O Autor (2019).

4.2.5 Taxa de Resfriamento

A taxa de resfriamento foi determinada considerando-se os dados térmicos coletados imediatamente antes e outra imediatamente depois da passagem da isoterma liquidus por cada termopar e seus respectivos tempos. A Figura 38 mostram as consolidações das curvas experimentais das taxas de resfriamento em função da posição, as quais são representadas pelas equações na forma de potência, definidas respectivamente por $T_R = 1,98 (P)^{-0,6}$ para a liga Al3%Ni e $T_R = 4,18 (P)^{-1,16}$ para a liga Al-Ni Eutético. Como esperado, os valores de TR diminuem progressivamente para as posições mais afastadas da interface metal/molde. Pode-se justificar o comportamento de VL e TR, os quais diminuem com o avanço da frente de solidificação, pelo aumento da resistência térmica à extração de calor ao longo da solidificação, ocasionado pela progressiva formação do metal sólido.

Figura 38 - Taxa de resfriamento em função da posição ao longo do lingote A) Al3%Ni e B) Al5%Ni



Fonte: O autor (2019).

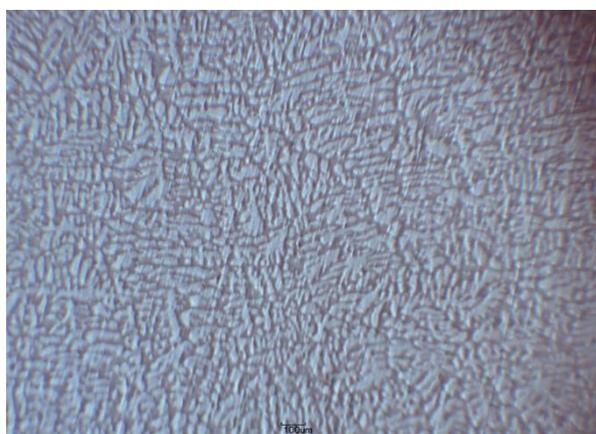
4.3 Microestrutura

As microestruturas observadas ao longo das seções transversais da liga estudada apresentaram morfologia dendrítica para todas as composições examinadas. As referidas microestruturas, conforme citado anteriormente foram obtidas nas posições correspondentes a 3, 5, 7, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130 e 140 mm em relação à superfície de extração de calor. Nas Figuras 39 e 40, são apresentadas micrografias da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni os correspondentes valores de V_L , T_R e λ_1 em seis diferentes posições do lingote de modo a permitir representar e comparar a evolução das microestruturas dendríticas, bem como as condições locais de solidificação, parametrizadas pelas variáveis térmicas. Sendo assim, foram selecionadas as microestruturas nas seguintes posições: próxima à base refrigerada (3 mm e 5mm), na região central do lingote (50mm e 60mm) e na região final do lingote (130mm e 140mm), considerando o centro do produto fundido.

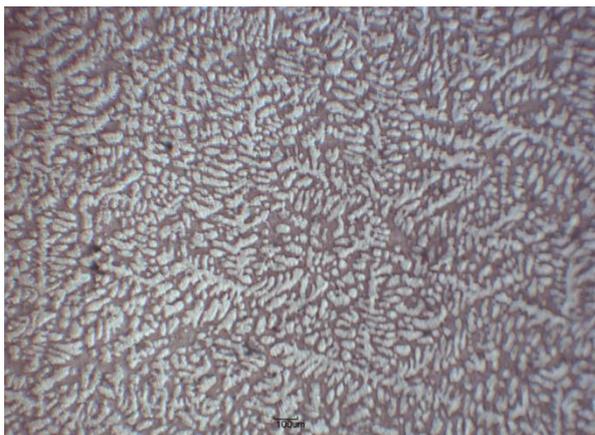
Figura 39 - Micrografias da liga Al-3%Ni com os correspondentes valores de V_L , T_R e λ_1



P = 5 mm
 $V_L = 0,21 \text{ mm/s}$
 $T_R = 0,75 \text{ °C/s}$
 $\lambda_1 = 104 \text{ }\mu\text{m}$



P = 10 mm
 $V_L = 0,19 \text{ mm/s}$
 $T_R = 0,50 \text{ °C/s}$
 $\lambda_1 = 130 \text{ }\mu\text{m}$

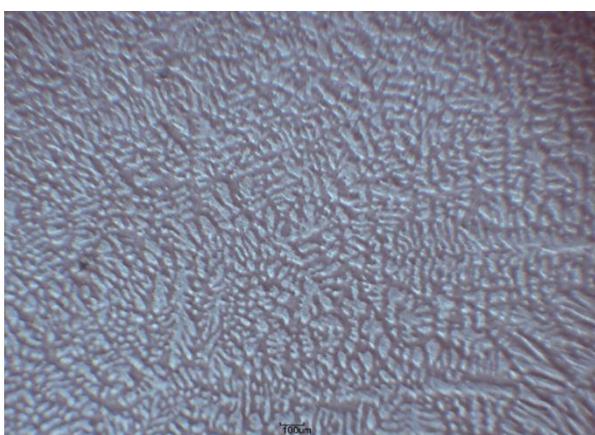


P = 25 mm

V_L = 0,17 mm/s

T_R = 0,30°C/s

λ₁ = 173 μm

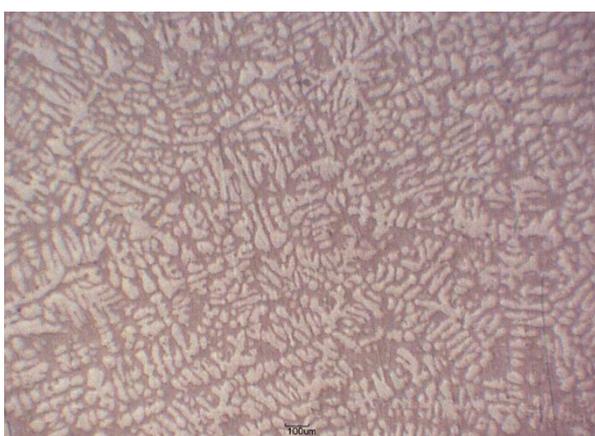


P = 45 mm

V_L = 0,16 mm/s

T_R = 0,21°C/s

λ₁ = 210 μm



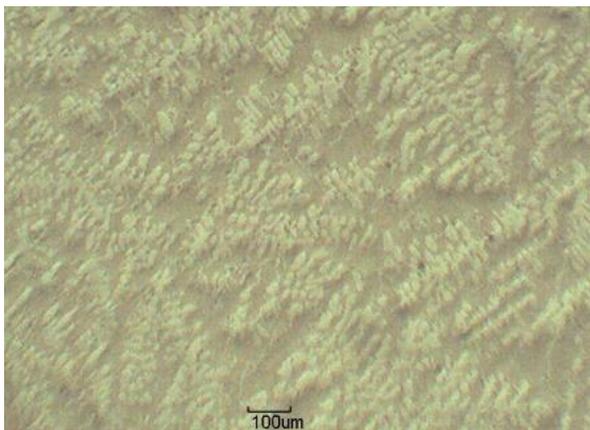
P = 50 mm

V_L = 0,16 mm/s

T_R = 0,20°C/s

λ₁ = 211 μm

Fonte: O autor (2019).

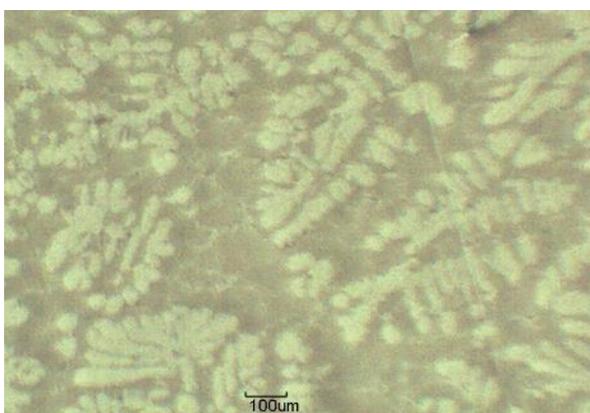
Figura 40 - Micrografias da liga Al-5%Ni os correspondentes valores de VL, TR e λ_1 

P = 5 mm

V_L = 0,11 mm/s

T_R = 0,33°C/s

λ_1 = 113 μm

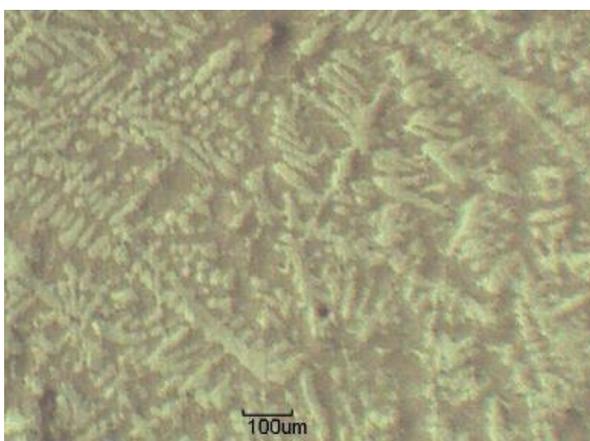


P = 10 mm

V_L = 0,10 mm/s

T_R = 0,23°C/s

λ_1 = 143 μm

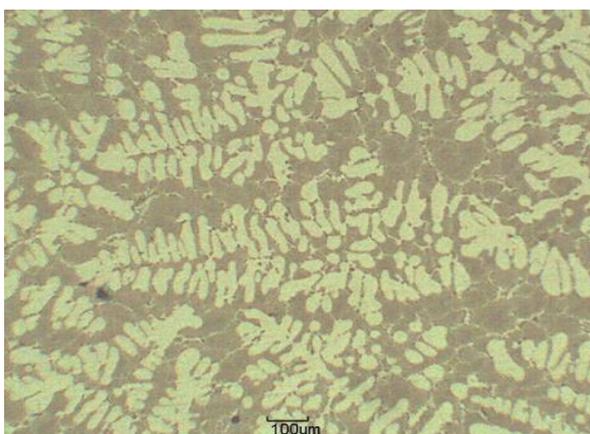


P = 25 mm

V_L = 0,097 mm/s

T_R = 0,15°C/s

λ_1 = 198 μm

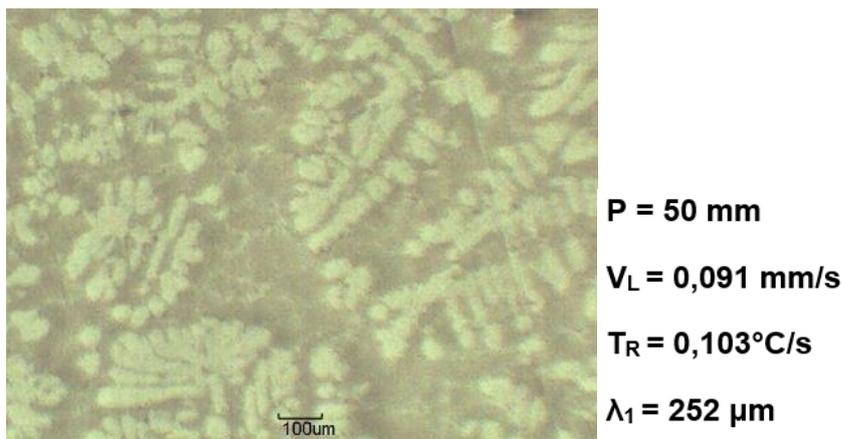


P = 45 mm

V_L = 0,092 mm/s

T_R = 0,109°C/s

λ_1 = 243 μm



Fonte: O autor (2019).

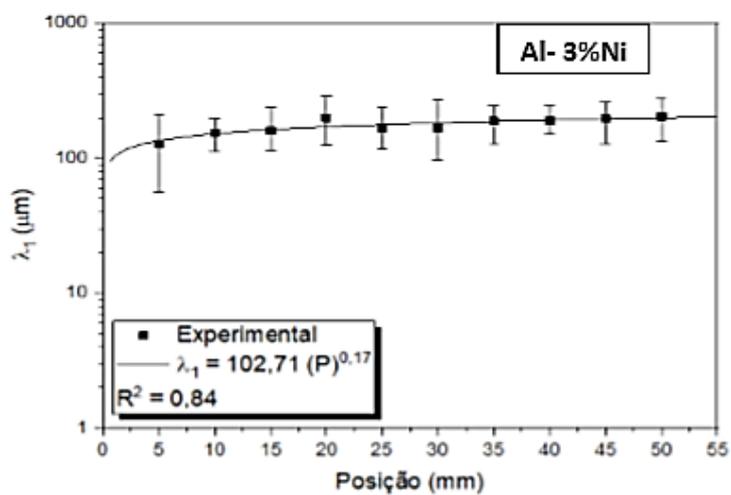
4.4 Correlação entre Parâmetros térmicos, Estrutura e Propriedades mecânicas das ligas Al-3% e Al-5%Ni solidificadas direcionalmente

4.4.1 Correlação entre parâmetros térmicos e microestrutura

As Figuras 41, 42, 43 e 44 apresentam, respectivamente, a correlação dos espaçamentos dendríticos primários em função da posição, da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* e da Taxa de Resfriamento. Verifica-se pelas mesmas o aumento desses espaçamentos para posições mais afastadas da interface metal/molde, isto é, para posições do lingote mais distantes da câmara refrigerada (interface metal/molde), mais grosseira é a estrutura dendrítica e, conseqüentemente, maior o espaçamento primário (λ_1).

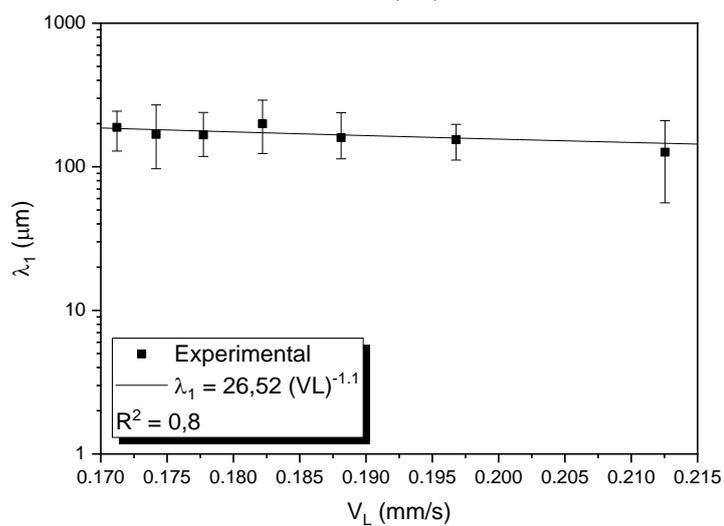
Com base nos procedimentos experimentais adotados, foram realizadas as medições dos espaçamentos dendríticos primários em posições específicas a partir da interface metal/molde. Os resultados obtidos são apresentados nas figuras abaixo, as quais permitem observar que a ação do fluido de refrigeração impõe valores de velocidades e taxas de resfriamento bastante elevadas próximo à interface metal/molde e que estes diminuem gradativamente durante a solidificação em função do aumento da resistência térmica promovida pela progressiva formação do metal sólido. Tal efeito influencia diretamente os espaçamentos dendríticos primários, determinados experimentalmente para a liga investigada.

Figura 41 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al-3%Ni



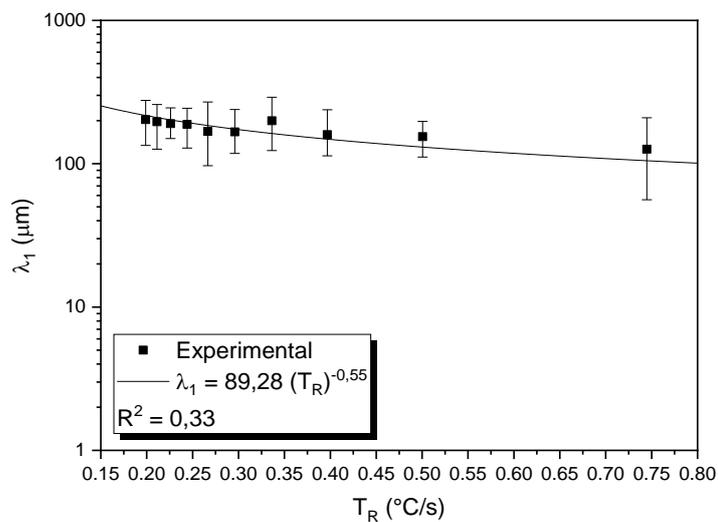
Fonte: O autor (2019).

Figura 42 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al-3%Ni :
 $\lambda_1 = f(V_L)$



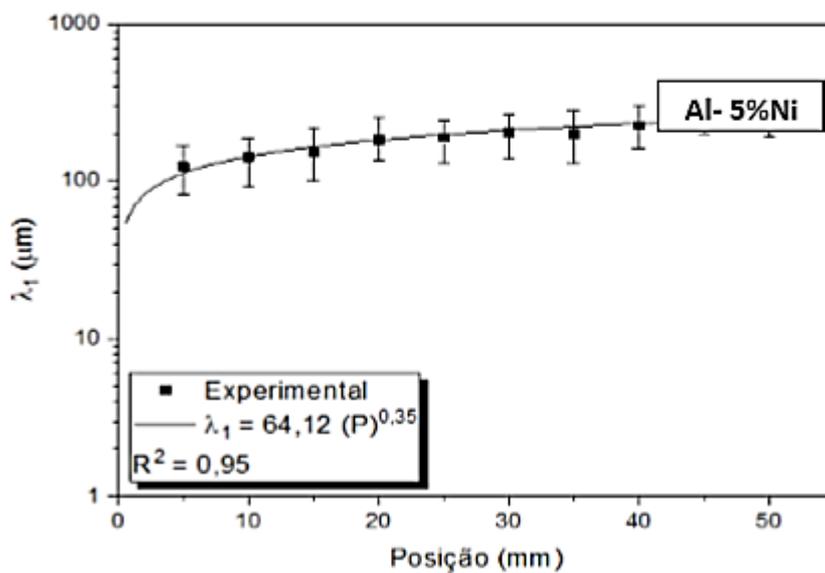
Fonte: O autor (2019).

Figura 43 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al-3%Ni:
 $\lambda_1 = f(T_R)$



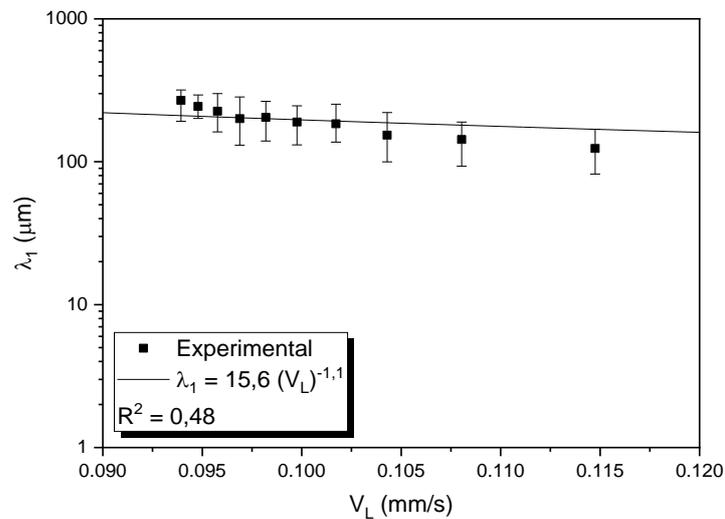
Fonte: O autor (2019).

Figura 44 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al 5% Ni
 Eutético: $\lambda_1 = f(P)$



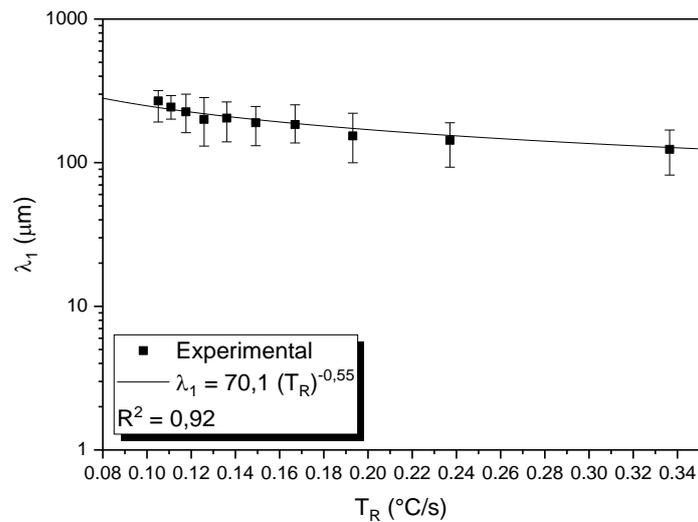
Fonte: O autor (2019).

Figura 45 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al 5% Ni Eutético: $\lambda_1 = f(P)$



Fonte: O autor (2019).

Figura 46 - Correlação entre os espaçamentos dendríticos primários e as variáveis térmicas Al 5% Ni Eutético: $\lambda_1 = f(P)$



Fonte: O autor (2019).

4.4.2 Correlação entre Parâmetros térmicos, Estrutura e Propriedades mecânicas das ligas Al-3% e Al-5%Ni solidificadas direcionalmente

Segundo Canté (2009), as propriedades finais e o desempenho de componentes à base de ligas de alumínio estão estreitamente ligados ao desenvolvimento otimizado das micro-estruturas durante o processo de solidificação. Para o caso de ligas hipoeutéticas Al-Ni, a principal estrutura observada consiste de uma matriz dendrítica rica em Al (fase – α) com uma mistura eutética na região interdendrítica formada pela fase- α e pelo composto intermetálico Al_3Ni . A nucleação

da mistura eutética ocorre de forma cooperativa durante a solidificação e permanece localizada entre os braços interdendríticos. As partículas duras de Al_3Ni podem atuar como reforço e aumentar significativamente a resistência mecânica dessas ligas. Esse fato pode ser utilizado para projetar componentes mecânicos à base de ligas Al-Ni com propriedades mecânicas otimizadas, na busca de um compromisso entre microestrutura e propriedades mecânicas.

Como pode ser comprovado em vários trabalhos da literatura para alguns sistemas de ligas de alumínio, a estrutura dendrítica exerce uma grande influência na resistência à tração dos materiais metálicos (QUARESMA, 2000; OSÓRIO, 2002; GOULART, 2006; SANTOS, 2007). Essa estrutura, quando refinada, melhora as propriedades mecânicas, ou seja, a distribuição mais uniforme dos produtos de segregação microscópica atua como obstáculos para o movimento de discordâncias (GARCIA, 2001).

Quanto menores os espaçamentos dendríticos, mais extensiva é a distribuição das partículas de Al_3Ni nas regiões interdendríticas, contribuindo, dessa forma, para o aumento da resistência mecânica. As partículas de Al_3Ni atuam como um reforço da matriz dúctil rica em alumínio, isto é, quanto menor a periodicidade com que essas estruturas mais duras se distribuem maior será a resistência mecânica resultante. No presente estudo, verifica-se que tanto as ramificações primárias como as secundárias, por meio dos seus espaçamentos, exercem significativa influência nas propriedades mecânicas finais dos produtos solidificados. De acordo com a Figura 47 as ramificações primárias que cresceram no sentido perpendicular daquele em que foram aplicadas as cargas nos ensaios de tração em contato com a mistura eutética constituem a principal barreira à ação das forças aplicadas. Com o intuito de estudar a influência das ramificações, tanto primárias como secundárias, nas propriedades mecânicas das ligas Al-Ni os parâmetros mecânicos obtidos experimentalmente, a partir dos ensaios de resistência a tração, foram correlacionados com os espaçamentos dendríticos primários e secundários.

As comparações dos resultados da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni (chapa molde polida e superaquecimento de 10%) com os resultados experimentais encontrados na literatura são fundamentais para o entendimento dessas variáveis térmicas na formação de grãos, das zonas de transições e dos espaçamentos dendríticos primários (CANTÉ, 2009; NASCIMENTO, 2017). A liga estudada, Al-3%Ni e Al-5%Ni, foi solidificada em um dispositivo direcional horizontal, as ligas comparadas; Al-1,9%Ni

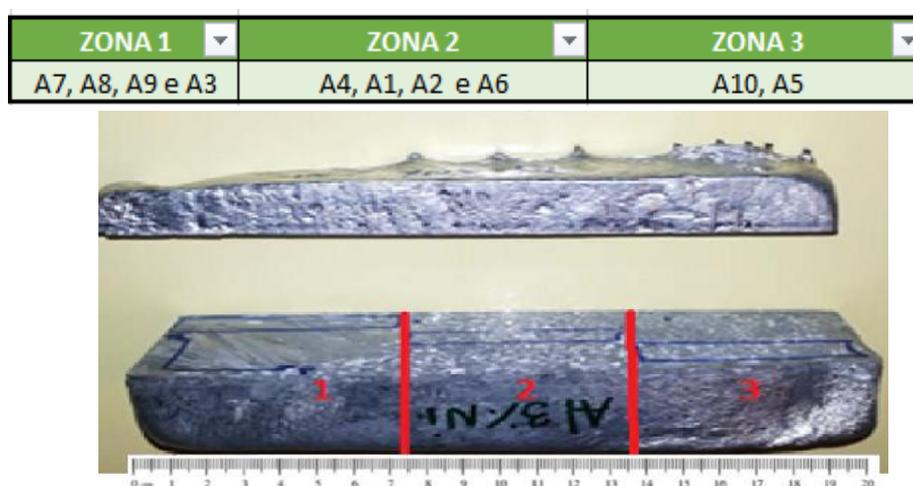
foi solidificada em um dispositivo unidirecional vertical ascendente e a liga Al-10%Sn foi solidificada em um dispositivo direcional horizontal.

4.4.3 Comparativo zonas de usinagem Liga Al3%Ni e Al5%Ni em relação ao ensaio de tração e Microdureza

As divisões foram feitas levando em consideração o sentido de propagação do fluxo de resfriamento da peça. Posicionamos os termopares tipo K para que medida real entre os termopares ficassem em: 2, 4, 9, 16, 26, 36, 52 e 68 mm na liga Al5%Ni e 2, 8, 14, 20, 27, 47, 65, 83mm para a liga Al-3%Ni sendo que a última posição não foi utilizado termopar Al3%Ni.

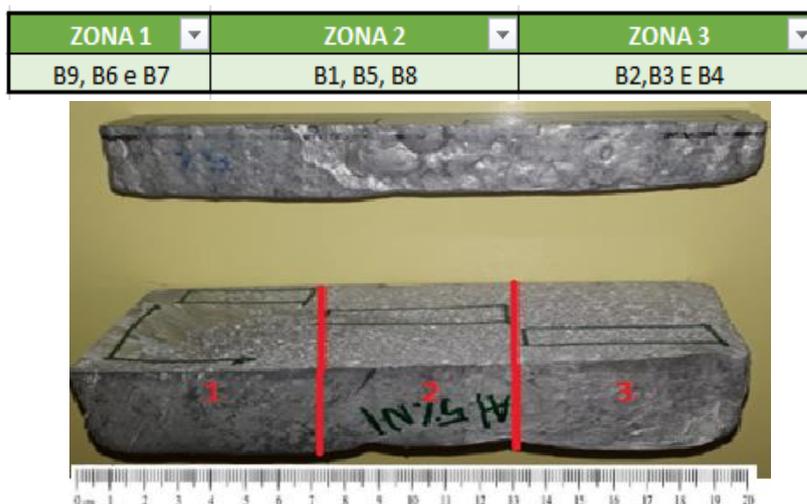
Os corpos de provas **A10 e A5** foram retiradas da Zona 3 demarcado na figura 47, **Zona 2: A4, A1, A2 e A6** e **Zona 1 A7,A8,A9,A3**. Respectivamente para os corpos de provas B1,B2,B3,B4,B5,B6,B7,B8 e B9. Os corpos de provas foram retirados das Zonas 1, 2 e 3, respectivamente zona 1 B9, B6 e B7, zona 2 B1, B5 e B8 e Zona 3 B9, B6 e B7.

Figura 47 - Posições relativas de retiradas de corpos de provas Al3%Ni



Fonte: O autor (2019).

Figura 48 - Posições relativas de retiradas de corpos de provas Al5%Ni



Fonte: O autor (2019).

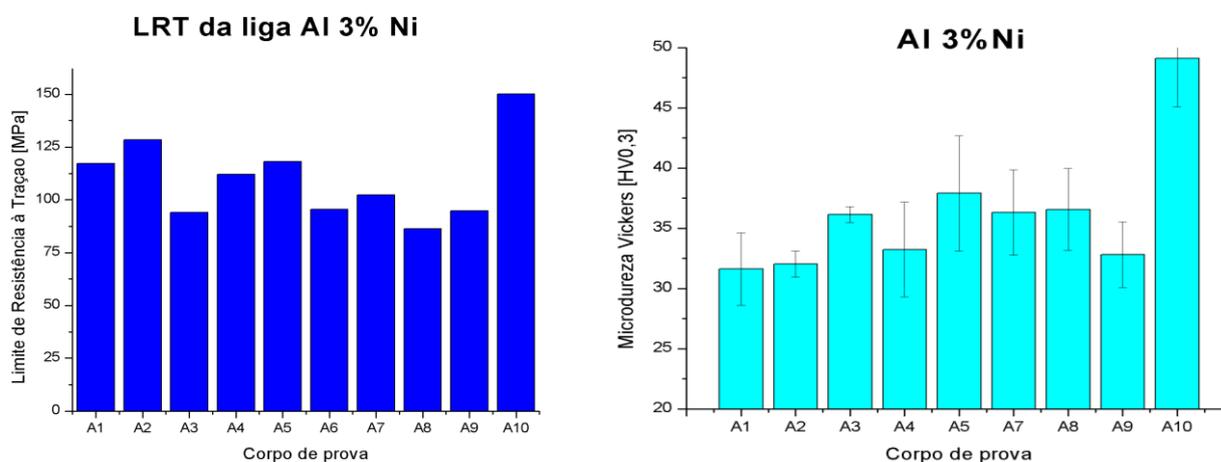
Realizamos a mesma divisão por zonas dos corpos de prova Al-3%Ni e Al5%Ni. Zona 1: colunar, Zona 2: equiaxial central e Zona 3: conchilhada.

Em análise dos resultados da Zona 1 (zona colunar apresenta características de microdureza a níveis menores e menor resistência mecânica nos ensaios de tração apresentando uma característica de material frágil como mostra o esquema figura 49 e o gráfico tensão deformação, onde os corpos de prova estão na região frágil A5, A6, A9 e A10, na região dúctil A1, A2, A3 e A4, para a Liga Al-3%Ni, e para Liga Al5%Ni, na região frágil B9, B7, B6, B5 na região dúctil B1, B2, B3 e B4.

Na figura 49 analisamos os valores de Microdureza, o corpo de prova A6 apresentaram falhas e não foi possível realizar a análise. Segundo Quaresma (2000), Osório (2002), Goulart (2006) e Santos (2007), a estrutura dendrítica exerce uma grande influência na resistência à tração dos materiais metálicos. Essa estrutura quando refinada melhora as propriedades mecânicas, ou seja, a distribuição mais uniforme dos produtos de segregação microscópica atua como obstáculos para o movimento de discordâncias.

A Figura 49 ilustra os resultados obtidos pelo ensaio de tração e microdureza para a liga Al 3% Ni.

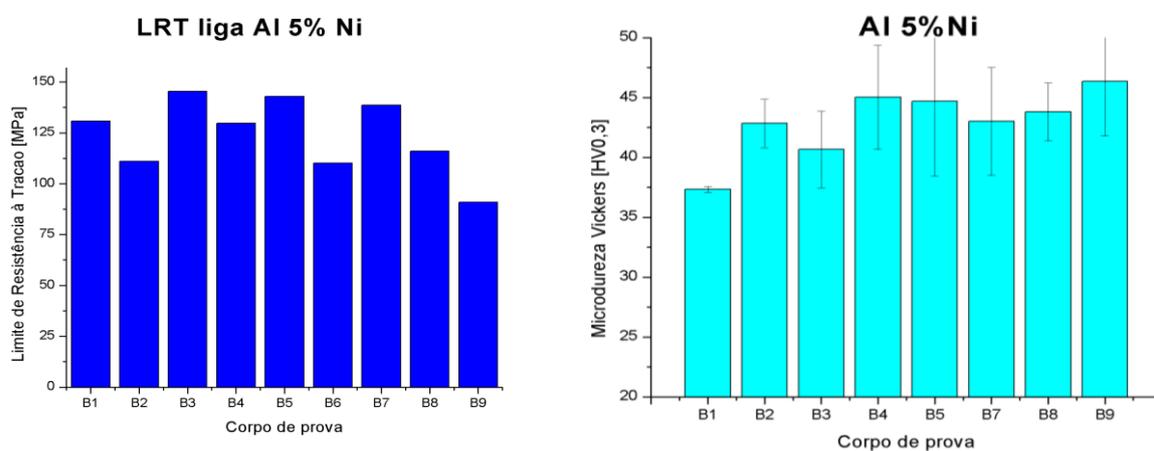
Figura 49 - Resultados de LRT e microdureza para a liga Al 3% Ni



Fonte: O autor (2019).

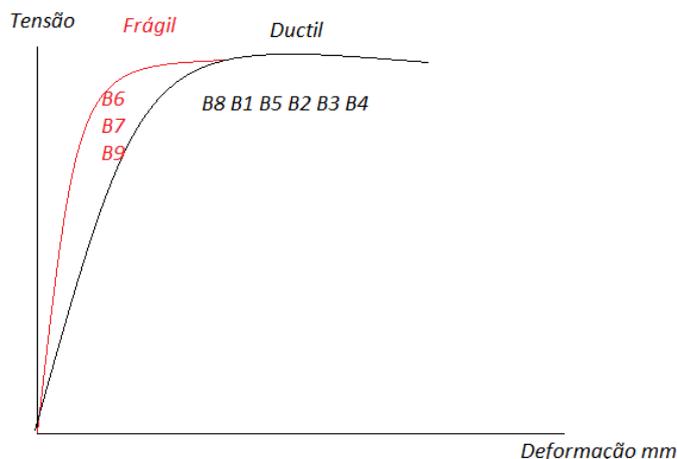
Para a liga Al5%Ni, realizamos os mesmos procedimentos. Os corpos de prova B3, B5, B7, B1 e B4 pelos ensaios de tração apresentaram os maior valores de LRT e microdureza. Com maior microdureza B1, B2 e B3. Maior alongamento B3, B2 e B4.

Figura 50 - LRT e Microdureza para a liga Al 5% Ni



Fonte: O autor (2019).

Figura 51 - Diagrama xTensão deformação, demonstrando as regiões de características de cada corpo de prova para a liga Al 5%Ni



Fonte: O autor (2019).

4.4.4 Correlação do Ensaio de Tração e Microdureza

Foram realizadas as médias ponderada dos ensaios de Microdureza, observamos que os corpos de provas analisados estabelecem um padrão. O comportamento dúctil-frágil dos materiais pode ser mais amplamente caracterizado por ensaio de Impacto. A carga nesse ensaio é aplicada num corpo de prova na forma de esforços por choque (dinâmicos.)

Conforme CANTE (2009), as propriedades finais e o desempenho de componentes à base de ligas de alumínio estão estreitamente ligados ao desenvolvimento otimizado das microestruturas durante o processo de solidificação. Para o caso de ligas hipoeutéticas Al-Ni, a principal estrutura observada consiste de uma matriz dendrítica rica em Al (fase – α) com uma mistura eutética na região interdendrítica formada pela fase- α e pelo composto intermetálico Al_3Ni . A nucleação da mistura eutética ocorre de forma cooperativa durante a solidificação e permanece localizada entre os braços interdendríticos. As partículas duras de Al_3Ni podem atuar como reforço e aumentar significativamente a resistência mecânica dessas ligas. Esse fato pode ser utilizado para projetar componentes mecânicos à base de ligas Al-Ni com propriedades mecânicas otimizadas, na busca de um compromisso entre micro-estrutura e propriedades mecânicas.

Para o processo de usinagem retiradas das peças dividimos os corpos de prova em 3 zonas. Para Canté (2009) no processo de solidificação as ligas metálicas geralmente são utilizadas em uma das quatro condições: como produto final, após tratadas termicamente, mecanicamente trabalhadas (usinados, forjados etc.) e trabalhadas mecanicamente seguido de tratamento térmico. Em todos os casos, o processo de solidificação tem significativa influência sobre as propriedades mecânicas apresentadas pelo produto final baseado em ligas metálicas.

Canté (2009) diz ainda que as propriedades mecânicas são influenciadas por vários fatores: porosidade, presença de uma segunda fase, tamanho de grão e espaçamentos celulares e dendríticos. Há um consenso que o desempenho mecânico dos materiais metálicos melhora com a redução do tamanho de grão. A conhecida equação de Hall-Petch (HALL, 1951; PETCH, 1953) mostra que resistência mecânica é proporcional ao inverso da raiz quadrada do diâmetro do grão. Para metais fundidos nem sempre a redução do diâmetro dos grãos implica em uma melhora das propriedades mecânicas; isso somente ocorre se a produção de grãos pequenos não for acompanhada de um aumento da porosidade, do volume percentual da segunda fase e do espaçamento dendrítico. Um significativo número de estudos tem apontado a influência da microestrutura em particular do espaçamento dendrítico no desempenho mecânico dos produtos baseados em ligas metálicas, sendo que esses espaçamentos podem ser mais determinantes na previsão das propriedades mecânicas do que o próprio tamanho de grão (DONELAN, 2000).

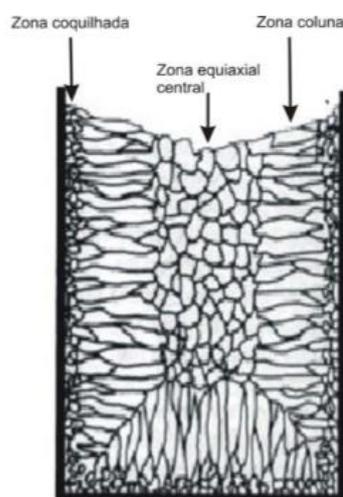
A especificação dos materiais fundidos para uso geral requer que as propriedades microestruturais e mecânicas satisfaçam certas características mínimas em função da aplicação desejada. Na literatura, há trabalhos que examinam como as condições de solidificação influenciam na resistência à tração de ligas de diferentes sistemas binários (QUARESMA, 2000; OSÓRIO, 2002; OSÓRIO, 2006).

Para a o processo de usinagem dos corpos de prova, dividimos a liga em três Zonas: observa-se como parte dominante, no restante do lingote, grãos equiaxiais. Além disso, verificou-se, com auxílio de uma régua, que as transições não ocorreram em um plano paralelo à parede refrigerada. O surgimento da zona de transição colunar/equiaxial (TCE) acontece, aproximadamente, em uma faixa de 40 a 70,5mm para Al-3%Ni e de 10 a 45 mm para Al-5%Ni. Esses desvios na zona de transição indicam que correntes convectivas estão presentes nessa configuração e, como consequência deste escoamento natural de fluido, ocorrem perturbações que geram

tais desvios nessas regiões. Vale ressaltar que, para o caso de um dispositivo de solidificação direcional horizontal, o efeito da convecção é intensificado pela ação da gravidade, uma vez que a gravidade age perpendicularmente à direção da frente de solidificação da liga (KONNO, 2015), como mostra a figura abaixo.

De maneira geral, nos materiais policristalinos, podem-se identificar três zonas macroestruturais distintas: coquilhada, colunar e equiaxial central (GARCIA, 2001).

Figura 52 - Lingote com transição macroestrutural

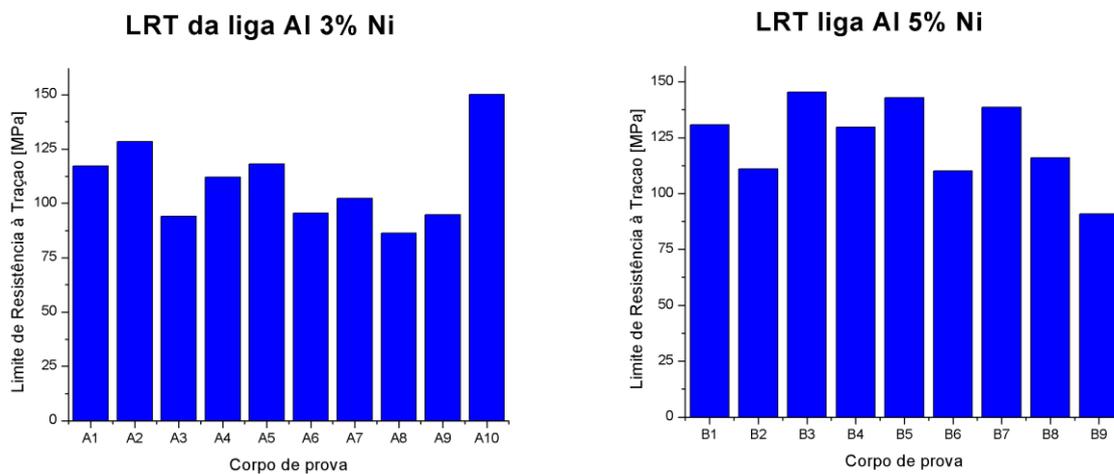


Fonte: Cruz (2008).

Como pode ser comprovado em vários trabalhos da literatura para alguns sistemas de ligas de alumínio (QUARESMA, 2000; OSÓRIO, 2002; GOULART, 2006; SANTOS, 2007) a estrutura dendrítica exerce uma grande influência na resistência à tração dos materiais metálicos. Essa estrutura quando refinada melhora as propriedades mecânicas, ou seja, a distribuição mais uniforme dos produtos de segregação microscópica atua como obstáculos para o movimento de discordâncias (GARCIA, 2001).

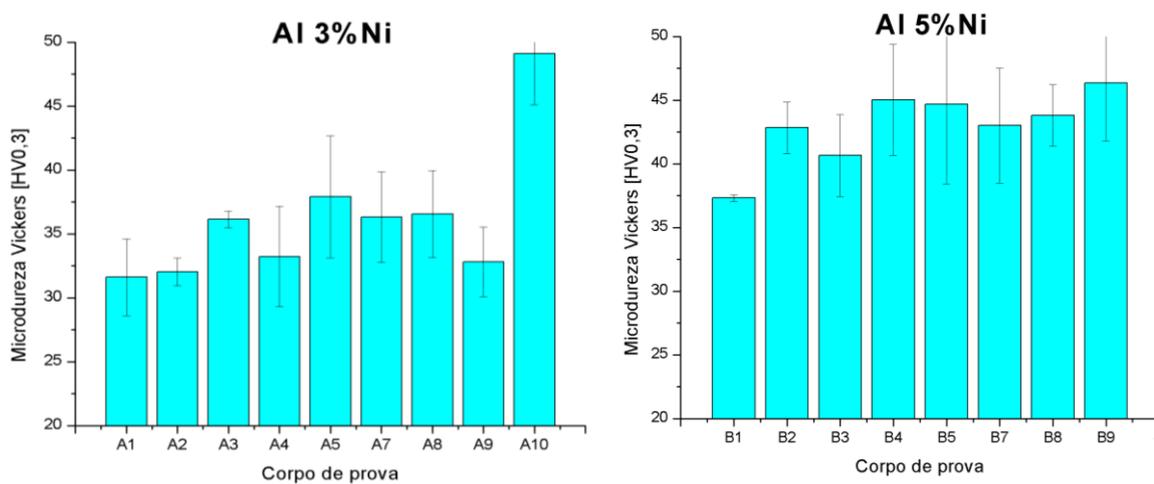
Quanto menores os espaçamentos dendríticos, mais extensiva é a distribuição das partículas de Al_3Ni nas regiões interdendríticas, contribuindo, dessa forma, para o aumento da resistência mecânica. As partículas de Al_3Ni atuam como um reforço da matriz dúctil rica em alumínio, isto é, quanto menor a periodicidade com que essas estruturas mais duras se distribuem maior será a resistência mecânica resultante. No presente estudo, verifica-se que tanto as ramificações primárias como as secundárias, por meio dos seus espaçamentos, exercem significativa influência nas propriedades mecânicas finais dos produtos solidificados.

Figura 53 - Comparação dos resultados de LRT para as ligas Al 3% Ni e Al 5% Ni



Fonte: O autor (2019).

Figura 54 - Comparação dos resultados de microdureza Vickers para as duas ligas estudadas



Fonte: O autor (2019).

5 CONCLUSÕES

A observação dos resultados obtidos ao longo deste trabalho, relacionados à solidificação direcional horizontal transiente da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni somadas às comparações realizadas, permitiu obter-se as seguintes conclusões:

- A observação da macroestrutura permitiu comprovar a direcionalidade do processo de solidificação, evidenciada pelo crescimento dos grãos colunares e plumosos paralelamente à direção do fluxo de extração de calor;
- O aparecimento de “grãos plumosos” pode estar relacionado às correntes convectivas causadas pelos elementos da liga com diferentes densidades (alumínio e níquel), em determinadas concentrações em um dispositivo horizontal, cujo efeito da convecção também é mais acentuado, bem como em elevadas taxas de resfriamento, que é o caso para os experimentos realizados nesse trabalho;
- Os espaçamentos dendríticos primários aumentam progressivamente da interface metal/molde para o interior do lingote devido ao aumento da resistência térmica promovida pela progressiva formação da camada de metal sólido;
- Quanto à microestrutura da liga Al-3%Ni e Al-5%Ni, verifica-se uma eficiente extração de calor desde as primeiras posições, onde ramos dendríticos se apresentam nitidamente com pequenas dimensões, tornando-se cada vez maiores para as posições mais afastadas da parede refrigerada;
- Realizados os ensaios de tração e microdureza nas ligas Al3%Ni e Al5%Ni, verificamos que os maiores valores de resistência mecânica e microdureza se apresentam nas Zonas 2 e 3 dos corpos de prova analisados, fato que podemos comprovar devido aos espaçamentos dendríticos primários obtidos durante a solidificação horizontal melhorando as propriedades mecânicas das Ligas.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nas análises teóricas e experimentais desenvolvidas nesse trabalho, são sugeridas as seguintes abordagens de pesquisa para a realização de trabalhos futuros:

- I. Analisar os espaçamentos dendríticos primários para diferentes composições de Ni, durante a solidificação direcional horizontal para o sistema de liga assumido neste trabalho;
- II. Analisar os espaçamentos dendríticos secundários durante a solidificação direcional horizontal da liga utilizada no presente estudo, assim como para diferentes composições de Ni;
- III. Desenvolver estudos que correlacionem espaçamentos dendríticos primários, secundários e terciários de ligas de sistemas binários Al Ni, considerando diferentes dispositivos de solidificação unidirecional (horizontal, vertical ascendente e vertical descendente), diferentes tipos de moldes (refrigerado, maciço, etc.) e lingotes de diferentes dimensões;
- IV. Correlacionar parâmetros térmicos e espaçamentos dendríticos primários obtidos durante a solidificação horizontal com propriedades mecânicas (LRT, dureza, desgaste, usinabilidade, etc.);
- V. Investigar a fundo os assuntos relacionados às condições de nucleações e de crescimento dos “grãos plumosos”;
- VI. Realizar ensaios de corrosão para caracterizar as ligas Al-Ni quanto a sua utilização em ambiente hostil, assim como correlacionar a influência dos parâmetros microestruturais com a resistência à corrosão.

REFERÊNCIAS

- BILLIA, B.; JAMGOTCHIAN, H.; CAPELLA, L. Unidirectional solidification of dilute Pb-Bi alloys. **Acta Metallurgica**, v. 29, p. 1785-1789, 1981.
- BARROS, André dos Santos. **Coeficiente de Transferência de Calor Interfacial, Crescimento Dendrítico Secundário e Microdureza da Liga Al-3%Cu Solidificada Direcionalmente**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica), Universidade Federal do Pará, Belém- Pará, 2016.
- BOEIRA, A. P. **Macrossegregação e formação de poros na solidificação de ligas Al-Cu: Modelagem numérica e desenvolvimento experimental**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade de Campinas, Campinas, 2006.
- BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J. S. Scaling of intragranular dendritic microstructure in ingot solidifications. **Metallurgical and Materials Transaction B**, v. 27B, p. 101-113, 1996.
- BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J. S. Prediction of dendrite arm spacings in unsteady and steady-state heat flow of unidirectionally binary alloys. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 28B, p. 651-663, 1997.
- BURDE M.; HUNT J. D. Cellular and dendritic growth. I. **Journal of Crystal Growth**, v. 22, p. 99-108, 1974.
- ÇADIRLI, E.; GÜNDÜZ, M. The directional solidification of Pb-Sn alloys. **Journal of Materials Science**, v. 35, p. 3837-3848, 2000.
- CARVALHO, Diego de Leon Brito. **Espaçamentos dendríticos primários da liga Al-3%Si solidificada unidirecionalmente sob condições transientes de extração de calor**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Mecânica) – Universidade Federal do Pará, Belém - Pará, 2011.
- CANTÉ, Manuel Venceslau. **Solidificação Transitória, Microestrutura e Propriedades de Ligas Al-Ni**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.
- CHALMERS, B. The structure of ingots. **The Journal of the Australian Institute of Metals**, v. 8, p. 255, 1968.
- CHEN, M.; KATAMMIS, T. Z. Dendrite coarsening during directional solidification of Al-Cu-Mn alloys. **Materials Science Engineering A**, v. 247, p. 239-247, 1998.
- COUTHARD, J. O.; ELLIOT R. The dependence of the cellular interface structure in dilute binary alloys on solidification conditions. **Journal of the Institute of Metals**, v. 95, p. 21-23, 1967.
- COSTA, Thiago Antônio Paixão de Souza. **Solidificação horizontal transitória da liga Al-6%Cu-8%Si: microestrutura e dureza**. Trabalho de Conclusão de Curso

(Graduação em Engenharia de Mecânica), Universidade Federal do Pará, Belém - Pará, 2013.

CRUZ, Kleber Agustin Sabat da. **Microestrutura de Solidificação, Resistências Mecânica e ao Desgaste de Ligas Al-Sn e Al-Si**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade de Campinas, Campinas, 2008.

CRUZ, K. S.; MEZA, E. S.; FERNANDES, F. A. P.; QUARESMA, J. M. V.; CASTELETTI, L. C.; GARCIA, A. Dendritic arm spacing affecting mechanical properties and wear behavior of Al-Sn and Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41A, p. 972-984, 2010.

DIAS FILHO, José Marcelino da Silva. **Análise Teórico-Experimental dos Espaçamentos Dendríticos Primários e Secundários da Liga Al-6%Cu Solidificada Unidirecionalmente sob Condições Transitórias de Extração de Calor**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais), Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Belém, Pará, 2012.

DIAS FILHO, José Marcelino da Silva. **Análises térmica e microestrutural na solidificação de ligas monofásica e peritéticas do sistema Zn-Ag**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade de Campinas, Campinas, 2013.

DING, G.; HUANG W. D.; HUANG X.; LIN X.; ZHOU Y. On primary dendritic spacing during unidirectional solidification. **Acta Materialia**, v. 44, n. 9, p. 3705-3709, 1996.

DING, G. L.; TEWARI, S. N. Dendritic Morphologies of Directionally Solidified Single Crystal Along Different Crystallographic Orientations. **Journal of Crystal Growth**, v. 236, p. 420-428, 2002.

DREVET, B.; THI, H. N.; CAMEL, D.; BILLIA, B.; DUPOUY, M. D. Solidification of aluminium-lithium alloys near the cell/dendrite transition-influence of solutal convection. **Journal of Crystal Growth**, v. 218, p. 419-433, 2000.

FENG, J.; HUANG, W. D.; LIN, X.; PAN, Q. Y.; LI, T.; ZHOU, Y. H. Primary cellular/dendrite spacing selection of Al-Zn alloy during unidirectional solidification. **Journal of Crystal Growth**, v.197, p. 393-395, 1999.

FLEMINGS, M. C. **Solidification Processing**. Editora McGraw-Hill, New York, 1974.

GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações**. 2 ed. Campinas-SP: Editora da Unicamp, 2007.

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. Editora da Unicamp, São Paulo, Brasil, 2001.

GOMES, Laércio Gouvea. **Microestrutura Dendrítica, Macrossegregação e Microporosidade na Solidificação de Ligas Ternária Al-Si-Cu**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2012.

GONZALES, F.; RAPPAZ, M. Dendrite Growth Directions in Aluminum-Zinc Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 37A, p. 2797-2806, 2006.

GOULART, Pedro Roberto. **Caracterização da Microestrutura de Solidificação de Ligas Al-Fe e Correlação com Propriedades Mecânicas**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2010.

GÜNDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. Directional Solidification of Aluminium–Copper Alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 327, p. 167-185, 2002.

HENRY, S.; GRUEN, G. U.; RAPPAZ, M. Influence of Convection on Feathery Grain Formation in Aluminum Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 35A, p. 2495-2501, 2004.

HENRY, S.; JARRY, P.; JOUNEAU, P. H.; RAPPAZ, M. Electron Backscattered Diffraction Investigation of the Texture of Feathery Crystals in Aluminum Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28A, p. 207-213, 1997.

HENRY, S.; JARRY, P.; RAPPAZ, M. Dendrite Growth in Aluminum Feathery Grains. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 29A, p. 2807-2817, 1998A.

HENRY, S.; RAPPAZ, M.; MINGHETTI, T. Dendrite Growth Morphologies in Aluminium Alloys. **Acta Metallurgica Inc**, v. 46, n. 18, p. 6431-6443, 1998B.

HORWATH, J. A.; MONDOLFO L. F. Dendrite growth. **Acta Metallurgica**, v. 10, p. 1037-1042, 1962.

HUNT, J. D. **Keynote Address**: Cellular and primary dendrite spacings. International Conference on Solidification and Casting of Metals, London, Metals Society, p. 3-9, 1979.

HUNT, J. D.; LU, S. Z. Numerical modeling of cellular array growth: spacing and structure predictions. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27A, p. 611-623, 1996.

JONES, H. Some effects of solidification kinetics on microstructure formation in aluminium base alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 413-414, p. 165-173, 2005.

JUAREZ-HERNANDEZ, A. AND JONES, H. Growth temperature measurements and solidification microstructure selection of primary Al₃Ni and eutectic in the αAl- Al₃Ni system. **Scripta Materialia**, v.38, n. 5, p. 729-734, 1998.

KIRKALDY, J. S.; LIU, L. X.; KROUPA, A. Thin Film Forced Velocity Cells and Cellular/Dendrites - I. Experiments. **Acta Metallurgica Materialia**, v. 43, n. 8, p. 2891-2904, 1995.

KIKUCHI, R. H. L.; VASCONCELOS, A. J.; SILVA, F. P.; DIAS FILHO, J. M. S.; ROCHA, O. F. L. **Estudo da transição colunar/equiaxial na liga Al-6%Cu sob condições de solidificação direcional e transitória de extração de calor**.

Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte e Nordeste de Educação Tecnológica, Natal – RN, 2011.

KONNO, Camila Yuri Negrão. **Caracterização da Liga Monotética Al-1,2%Pb Solidificada em Regime Transitório: Propriedades Microestruturais, Microdureza e Usinabilidade**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Pará, Belém- Pará, 2015.

KURZ, W.; FISHER, D. J. Dendrite growth at the limit of stability: Tip radius and spacing. **Acta Metallurgica**, v. 29, p. 11-20, 1981.

KURZ, W.; FISHER, D. J. **Fundamentals of Solidification**. Switzerland: Trans Tech Public., p. 85-90, 1984 / 1986 / 1989 /1992.

LAPIN, J.; KLIMOVÁ, A.; VELÍSEK, R.; KURSA, M. Directional solidification of Ni-Al-Cr-Fe alloy. **Scripta Materialia**, v. 37, n. 1, p. 85-91, 1997.

LEE, S. M.; O'REILLY, K. A. Q.; CANTOR, B.; HONG, C. P. Microstructural transitions in Al-Cu ribbons manufactured by planar flow casting. **Materials Science and Engineering A**, v. 249, p. 233-240, 1998.

LI, J.; YANG, G.; ZHOU, Y. Mode of dendrite growth in undercooled alloy melts. **Materials Research Bulletin**, v. 33, n. 1, p. 141-148, 1998.

LI, Q.; BECKERMANN, C. Evolution of the siderbranch structure in free dendritic growth. **Acta Materialia**, v. 47, n. 8, p. 2345-2356, 1999.

MAGNO, Igor Alexander Barbosa. **Parâmetros térmicos e espaçamentos dendríticos primários da liga Al-8%Cu solidificada horizontalmente**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais), Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Belém, Pará, 2015.

MCCARTNEY, D. G.; HUNT, J. D. Measurements of cell and primary dendrite arm spacings in directionally solidified aluminium alloys. **Acta Metallurgica**, v. 29, p. 1851-1863, 1981.

MERTINGER V., SZABÓ G., BÁRCZY P., KOVÁCS Á., CZÉL G. Gravity influenced convection in AlNi melt. **Materials Science Forum**, v. 215-216, p. 331-338, 1996.

MOUTINHO, Daniel Joaquim da Conceição. **Influência dos parâmetros térmicos de solidificação na transição colunar/equiaxial em ligas do sistema Sn-Pb sob condições transitórias de extração de calor**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2007.

MOUTINHO, D. J. C. **Análise da evolução microestrutural e da formação de macrossegregação e microporosidade na solidificação unidirecional transitória de ligas ternárias Al-Cu-Si**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2012.

NOGUEIRA, Márcio Toberto Alves. **Influência da convecção termossolutal nos espaçamentos dendríticos primários durante a solidificação direcional horizontal de ligas Sn-Pb**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal do Pará, Belém, 2011.

NOGUEIRA, M. R. *et al.* Espaçamentos dendríticos primários da liga Sn-5%Pb solidificada direcionalmente em um sistema horizontal. **Revista Matéria**, v. 17, n. 2, p. 1009-1023, 2012.

OJHA, S. N.; DING, G. L.; LU, Y.; REYE, J.; AND TEWARI, SURENDRA N., "Macrosegregation Caused by Thermosolutal Convection During Directional Solidification of Pb-Sb Alloys". **Chemical & Biomedical Engineering Faculty Publications**. Paper 23. 1999.

OKAMOTO T.; KISHITAKE K. Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys. **Journal of Crystal Growth**, v. 129, p. 137-146, 1975.

OSÓRIO, WISLEI RIUPER RAMOS. **Correlação entre Parâmetros da Solidificação, Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Zn-Al**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2000.

PERES, M. D.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA, A. Macrostructural and Microstructural Development in Al-Si Alloys Directionally Solidified Under Unsteady-state Conditions. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 381, p. 168-181, 2004.

QUARESMA, J. M. V.; SANTOS, C. A.; GARCIA, A. Correlation between unsteady-state solidification conditions, dendrite spacings and mechanical properties. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 31A, p. 3167-3178, 2000.

RIOS, C. T.; CARAM, R. Primary dendrite spacing as a function of directional solidification parameters in the Al-Si-Cu. **Journal of Crystal Growth**, v. 174, p. 65-69, 1997.

ROCHA, O. L.; SIQUEIRA, C.; GARCIA, A. Cellular spacings in unsteady-state directionally solidified Sn-Pb alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 361, p. 111-118, 2003a.

ROCHA, O. L.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA, A. Cellular/dendritic transition during unsteady-state unidirectional solidification of Sn-Pb alloys. **Materials Science Engineering A**, v. 347, n. 1-2, p. 59-69, 2003b.

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. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 34A, p. 995-1006, 2003c.

ROCHA, Otávio Fernandes Lima Da. **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). Universidade de Campinas, Campinas, 2003d.

ROCHA O. F. L.; SIQUEIRA C. A.; GARCIA A. **Análise teórico-experimental dos espaçamentos celulares na solidificação unidirecional da liga Sn-1Pb.** Anais do CBECIMAT/2000 (CDROM), Águas de São Pedro-SP, p. 31301-31312, 2000.

RODRIGUES, Jean Robert Pereira. **Efeito da Composição nos Parâmetros Térmicos e Estruturais de Ligas Al-Mg Solidificadas Unidirecionalmente.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2007.

ROSA, Daniel Monteiro. **Estruturas Celulares, Transição Celular/Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2007.

SPINELLI, José Eduardo. **Influência da Convecção no Líquido nas Variáveis Térmicas e Estruturais na Solidificação Descendente de Ligas Sn-Pb.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2005.

SPITTLE, J. A.; LLOYD, D. M. Dendrite arm spacing in hypoeutectic Pb-Sb alloys directionally solidified under steady and non-steady conditions. **Proc. International Conference on Solidification and Casting of Metals**, v. 40, p. 15-20, 1979.

SALGADO, M.; RAPPAZ, M. Study and Modelling of Twinned Dendrite Growth in Al Alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 22A, p. 1137-1148, 2000.

SÉMOROZ, A.; DURANDET, Y.; RAPPAZ, M. EBDS Characterization of Dendrite Growth Directions, Texture and Misorientations in Hot-Dipped Al-Zn-Si Coatings. **Acta Materialia Inc**, p. 529-541, 2001.

SILVA, José Nazareno Santos. **Projeto, Construção e Aferição de um Dispositivo de Solidificação Unidirecional Horizontal Refrigerado à Água.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal do Pará, Belém, 2007.

SILVA, J. N.; MOUTINHO, D. J.; MOREIRA, A. L.; FERREIRA, I. L.; ROCHA, O. L. The columnar to equiaxed transition during the horizontal directional solidification of Sn-Pb alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 478, p. 358-366, 2009.

SILVA, Maria Adriana Paixão de Souza. **Solidificação transitória de ligas hipomonotética e monotética do sistema Al-Bi.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2008.

SILVA, Maria Adriana Paixão de Souza. **Solidificação transitória de ligas dos sistemas monotéticos Al-Bi, Al-Pb e Al-In.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2011.

SILVA, J. N.; MOUTINHO, D. J.; MOREIRA, A. L.; FERREIRA, I. L.; ROCHA, O. L. Determination of heat transfer coefficients at metal-mold interface during horizontal unsteady-state directional solidification of Sn-Pb alloys. **Materials Chemistry and Physics**, v. 130, p. 179-185, 2011.

SIQUEIRA, C. A.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. Solidification thermal parameters affecting the columnar-to-equiaxed transition. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33A, p. 2107-2118, 2002.

SIQUEIRA, C. A., GARCIA, A. Solidification Thermal Parameter Affecting the Columnar-to-Equiaxed Transition. **Metallurgical Transactions**, v. 33A, p.107, 2002.

SIQUEIRA, C. A.; CHEUNG N.; GARCIA A. Solidification Thermal Parameters Affecting the Columnar-to-Equiaxed Transition. **Metallurgical and Materials Transaction A**, v. 33, p. 2107-2118, 2001.

SIQUEIRA, C. A.; CHEUNG N.; GARCIA A. The columnar to equiaxed transition during solidification of Sn-Pb alloys. **Journal Alloys and Compounds**, v. 351, p. 126-134, 2003.

SPIM, J. A.; GARCIA A. A modified network approach for modeling solidification of complex-shaped domains. **Numerical Heat Transfer – B**, v. 38, p. 75-92, 2000.

SPINELLI, José Eduardo. **Influência da Convecção no Líquido nas Variáveis Térmicas e Estruturais na Solidificação Descendente de Ligas Sn-Pb**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de Campinas, Campinas, 2005.

SOUZA, Fabrício Vinicius Andrade. **Variáveis Térmicas, Microestrutura e Microdureza de uma Liga Hipoeutética Al-Cu Solidificada Direcionalmente**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais), Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Belém, 2016.

TAN, L.; ZABARAS, N. A. Level set simulation of dendritic solidification of multi-component alloys. **Journal of Computational Physics**, v. 221, p. 9-40, 2007.

TIEDJE, N.; HANSEN, P. N.; PEDERSEN, A. S. Modeling of primary and secondary dendrites in a Cu-6 wt pct Sn alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27a, p. 4084-4093, 1996.

TRIVEDI, R. Interdendritic Spacings. A Comparison of theory and experiment. **Metallurgical and materials Transactions A**, v. 15A, n. 6, p. 977-982, 1984.

TUNCA, N.; SMITH, R. W. Variation of dendrite arm spacing in Al-rich Zn-Al off-eutectic alloys. **Journal of Materials Science**, v. 23, p. 111-120, 1988.

TURCHIN, A. N.; ZUIJDERWIJK, M.; POOL, J.; ESKIN, D. G.; KATTGERMAN, L. Feathery Grain Growth During Solidification Under Forced Flow Conditions. **Acta Materialia Inc**, p. 1-7, 2007, doi:10.1016/j.actamat.2007.02.030.

YANG, S.; HUANG, W.; LIN, X.; SU, Y.; ZHOU, Y. On cellular spacing selection of Cu-Mn alloy under ultra-high temperature gradient and rapid solidification condition. **Scripta Materialia**, v. 42, p. 543-548, 2000.

VASCONCELOS, A. J. **Variáveis Térmicas e microestrutura da liga Al-5,5%Sn solidificada direcionalmente**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais), Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Belém, Pará, 2013.

ZHUANG, Y. X.; ZHANG, X. M.; ZHU, L. H.; HU, Z. Q. Eutectic Spacing and Faults of Directionally Solidified Al-Al₃Ni Eutectic. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 2, p. 3739, 2001.