

**POLO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA (PPGEM)**

TESE DE DOUTORADO

**“ANÁLISE EXPERIMENTAL DOS EFEITOS DAS
CONDIÇÕES DE SOLIDIFICAÇÃO NA
MICRODUREZA DE LIGAS HIPOEUTÉTICAS DE Al-
Si ANTES E APÓS TÉCNICA DE Prensagem por
CANAIS EQUIANGULARES (ECAP)”**



DOUTORANDO: Roberto Carlos Sales

ORIENTADOR: Prof. Dr. Alexandre Furtado Ferreira

**Volta Redonda
2021**

POLO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA (PPGEM)

Roberto Carlos Sales

**“ANÁLISE EXPERIMENTAL DOS EFEITOS DAS CONDIÇÕES DE
SOLIDIFICAÇÃO NA MICRODUREZA DE LIGAS HIPOEUTÉTICAS DE Al-Si
ANTES E APÓS TÉCNICA DE Prensagem por Canais Equiangulares
(ECAP)”**

Tese apresentada ao curso de pós-graduação em
Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal
Fluminense como requisito parcial para obtenção do
título de Doutor em Engenharia Metalúrgica.

Simulação de Processos e Fenômenos.

Linha de pesquisa:

Microestrutura e Propriedades de Materiais

ORIENTADOR: Prof. Dr. Sc. Alexandre Furtado Ferreira

Volta Redonda

2021

Roberto Carlos Sales

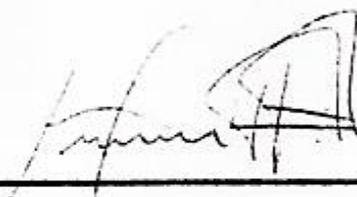
**"ANÁLISE EXPERIMENTAL DOS EFEITOS DAS CONDIÇÕES DE SOLIDIFICAÇÃO NA
MICRODUREZA DE LIGAS HIPOEUTÉTICAS DE Al-Si ANTES E APÓS TÉCNICA DE
PRENSAGEM POR CANAIS EQUIANGULARES (ECAP)"**

Tese apresentada à Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Ciências do Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica.

Área de concentração: Modelamento e Simulação de Processos e Fenômenos.

Aprovado em 13 de abril de 2021.

Banca Examinadora:



**Prof.: Dr. Sc. Alexandre Furtado Ferreira – Orientador
EEMVR- UFF- Universidade Federal Fluminense**

**Fabio Jose Bento Brum
fabiobrum@id.uff.br:91498627072**

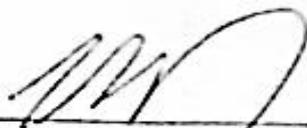
Assinado de forma digital por Fabio Jose Bento
Brum fabiobrum@id.uff.br:91498627072
Dados: 2021.04.13 23:03:49 -03'00'

**Prof.: Dr. Sc. Fábio José Bento Brum
UFF - Universidade Federal Fluminense**

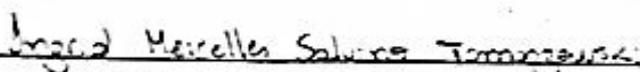
**WESLEY LUIZ DA SILVA ASSIS
wesleyassis@id.uff.br:053694
62720**

Assinado de forma digital por
WESLEY LUIZ DA SILVA ASSIS
wesleyassis@id.uff.br:05369462720
Dados: 2021.04.13 22:57:25 -03'00'

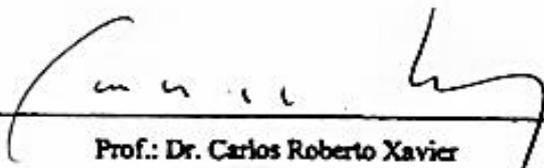
**Prof.: Dr. Sc. Wesley Luiz da Silva Assis
EEMVR- UFF- Universidade Federal Fluminense**



Prof.: Dr. Sc. Ivaldo Leão Ferreira
Universidade Federal do Pará, UFPA



Prof.: Dra. Ingrid Meirelles Salvino Tomaszewski
Faculdade de Tecnologia de Cruzeiro, FATEC



Prof.: Dr. Carlos Roberto Xavier
Centro Universitário de Volta Redonda, UniFOA

**Volta Redonda
2021**

Ficha catalográfica automática - SDC/BEM
Gerada com informações fornecidas pelo autor

S163a Sales, Roberto Carlos
ANÁLISE EXPERIMENTAL DOS EFEITOS DAS CONDIÇÕES DE
SOLIDIFICAÇÃO NA MICRODUREZA DE LIGAS HIPOEUTÉTICAS DE Al-Si
ANTES E APÓS TÉCNICA DE Prensagem por Canais Equiângulares
(ECAP). / Roberto Carlos Sales ; Alexandre Furtado Ferreira,
orientador. Volta Redonda, 2021.
190 f.

Tese (doutorado)-Universidade Federal Fluminense, Volta
Redonda, 2021.

DOI: <http://dx.doi.org/10.22409/PPGEM.2021.d.88373169768>

1. Solidificação Unidirecional. 2. Macro/Microestrutura.
3. Ensaio de Microdureza. 4. Prensagem por Canais
Equiângulares. 5. Produção intelectual. I. Ferreira,
Alexandre Furtado, orientador. II. Universidade Federal
Fluminense. Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de
Volta Redonda. III. Título.

CDD -

Bibliotecário responsável: Debora do Nascimento - CRB7/6368

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus filhos,

João Gabriel de Souza Pinto Sales,

Maria Clara de Souza Pinto Sales,

Em especial à minha esposa,

Carla Andréa de Souza Pinto Sales.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela saúde, sabedoria, paciência e perseverança para terminar um trabalho de longa data sonhado.

A minha amada esposa Carla Andréa que desde que entrou em minha vida, sempre me apoiou nos momentos difíceis e ser uma companheira e mãe dedicada à nossa família.

Aos meus filhos João Gabriel e Maria Clara, que são a razão do meu acordar e seguir em frente, e que por muitas vezes são privados de minha presença e companhia.

Ao meu pai, Alfredo Mota e minha querida mãe Maria da Penha que se dedicaram no meu crescimento como ser humano e também na formação educacional.

Ao meu orientador e Mestre Prof. Alexandre Furtado Ferreira que além da orientação deste trabalho, incentivou-me a busca do novo e paciência, principalmente nos momentos mais difíceis no desenvolvimento deste trabalho e pôr fim a confiança em todos os sentidos.

A todos os professores deste programa de doutorado PPGEM, especialmente aos professores Alexandre Francisco, Jeferson Fabrício, Fábio Brum e José Adilson pela sua atuação como coordenador da PPGEM, sempre com muita dedicação e competência.

A todos os meus amigos e companheiros de luta, especialmente os alunos, Késsia, Wysllian, Wenberson, Paulo, Leonardo, Zilmar, em especial meus amigos de outras batalhas Edgar Eller, Marcelo Arantes.

RESUMO

A importância do estudo de solidificação, se dá na premissa que em praticamente todos os metais mais utilizados na indústria passam por esse processo durante sua produção. As características do material e seu processo de fabricação, implicam que suas propriedades físico-mecânicas serão afetadas em maior ou menor grau de intensidade pela microestrutura obtida durante essa mudança de fase. O estudo de ligas Al-Si, justifica-se por possuírem características importantes como: baixo ponto de fusão, boa resistência à corrosão, baixo coeficiente de expansão térmica, boa soldabilidade e fluidez. A utilização de técnicas de deformação plástica severa (DPS) são amplamente aplicados para buscar o refino da estrutura de grãos e na busca de melhorias das propriedades mecânicas. Um dos métodos de DPS que se destaca é a técnica de Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP), tendo como vantagem a não alteração da seção transversal da amostra. No presente trabalho a técnica de solidificação unidirecional vertical ascendente foi adotada. Análises dos parâmetros térmicos evidenciaram que as variáveis significativas para o controle da solidificação são: velocidade da solidificação (V_L), gradiente térmico (G_L) e taxa de resfriamento (\dot{T}) e que essas variáveis podem ser correlacionadas com a microestrutura fundida. Perfis de microsegregação foram obtidos ao longo do lingote, possibilitando um estudo dos efeitos das variáveis térmicas nas curvas de concentração. Medidas de microdureza foram obtidas em diferentes pontos do lingote e um perfil de microdureza foi determinada, o qual pode-se estudar as relações das variáveis térmicas com a microdureza. Após o processo de prensagem equiangular, foi possível identificar o refino microestrutural. Devido a esse novo rearranjo microestrutural, através do ensaio de microdureza, observou-se um aumento significativo dessa propriedade. No entanto, a curva de microdureza determinada experimentalmente após ECAP, indicou uma forte correlação com as variáveis térmicas obtidas durante a solidificação. Através da curva de microdureza, observou-se que a referida propriedade mecânica era elevada para altos valores das variáveis térmicas em regiões próximas ao sistema de resfriamento da lingoteira. Por outro lado, os valores de microdureza obtidos após o ECAP, decrescem à medida que as variáveis térmicas são aferidas nas posições superiores do lingote, ou seja, regiões afastadas do sistema de resfriamento, fato presente nos processos experimentais realizados nesse trabalho antes do ECAP.

Palavras chave: solidificação, microdureza, microsegregação, ECAP, EDT.

ABSTRACT

The importance of the solidification study is based on the premise that in practically all metals most used in the industry go through this process during its production. The characteristics of the material and its manufacturing process, imply that its physical-mechanical properties will be affected to a greater or lesser degree by the microstructure obtained during this phase change. The study of Al-Si alloys is justified because they have important characteristics such as: low melting point, good corrosion resistance, low thermal expansion coefficient, good weldability and fluidity. The use of severe plastic deformation techniques (DPS) is widely applied to seek the refining of the grain structure and to search for improvements in mechanical properties. One of the DPS methods that stands out is the pressing technique by equiangular channels (ECAP), with the advantage of not changing the cross section of the sample. In this work the upward vertical unidirectional solidification technique was adopted. The analyses of the thermal parameters showed that the significant variables for the control of solidification are: solidification speed (V_L), thermal gradient (\dot{T}) and cooling rate (G_L) and that these variables can be correlated with the as-cast microstructure. Microsegregation profiles were chosen along the ingot, enabling a study of the effects of thermal variables on concentration curves. Microhardness measurements were different at different points of the ingot and a microhardness profile provided, which can study the relationships between thermal variables and microhardness. After the equiangular pressing process, it was possible to identify the microstructural refining. Due to this new microstructural rearrangement, through the microhardness test, an increase in this property was observed. However, the microhardness curve determined experimentally after ECAP, indicated a strong correlation with the thermal variables obtained during solidification. Through the microhardness curve, it was observed that the referred mechanical property was elevated for high values of the thermal variables in regions close to the ingot mold cooling system. Instead, the microhardness values obtained after ECAP, decrease as the thermal variables are measured in the upper positions of the ingot, that is, regions away from the cooling system, a fact present in the experimental processes performed in this work before ECAP.

Key words: Keywords: solidification, microhardness, microsegregation, ECAP, EDT.

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

Símbolo / Abreviatura	Descrição	Unidade
UFF	Universidade Federal Fluminense	-
ABAL	Associação Brasileira do Alumínio	-
Al	Alumínio	-
Si	Silício	-
V_L	Velocidade da Solidificação	m/s
G_L	Gradiente de Temperatura à frente da isoterma <i>liquidus</i>	°C/m
\dot{T}	Taxa de resfriamento	°C/s
C_0	Concentração inicial	% peso
ED	Espaçamento dendrítico	μm
λ_1	Espaçamento dendrítico primário	μm
λ_2	Espaçamento dendrítico secundário	μm
λ_3	Espaçamento dendrítico terciário	μm
T_L	Temperatura <i>liquidus</i>	°C
T_S	Temperatura <i>solidus</i>	°C
S/L	Interface entre o sólido e o líquido	Adimensional
C_S	Concentração de soluto no sólido	% peso
C_L	Concentração de soluto no líquido	% peso
K	Coefficiente de partição de soluto	Adimensional
P	Posição	mm
T	Tempo	s
$\partial P/\partial t$	Derivada da função que estabelece a relação entre a posição e o tempo	-
ΔT	Diferença das temperaturas antes e depois da T_L	°C
Δt	Diferença dos tempos antes e depois da T_L	S
Δ_{SOL}	Intervalo de solidificação	°C
D	Difusividade do soluto no sólido	% peso
t_{SL}	Tempo local de solidificação	S
L	Comprimento do elemento de volume	μm

λ_c	Espaçamento celular	μm
A	Constante que representa a variação experimental dos espaçamentos dendríticos primários/celulares	Adimensional
σ	Tensão de engenharia	MPa
F	Força em cada ponto de tração do corpo de prova	N
A_0	Área inicial da secção transversal do corpo de prova	m^2
ε	Alongamento de engenharia	mm
l_0	Comprimento inicial do corpo de prova	m
l	Comprimento do corpo de prova durante o ensaio	m
HV	Microdureza Vickers	
HF	Ácido Fluorídrico	ml
HNO ₃	Ácido Nítrico	ml
H ₂ O	Água	ml
EEIMVR	Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda	-
LMME	Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica	-
CP	Corpo de prova	-
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva	-
EBSD	Difração de Elétrons Retroespalhados	
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura	-
DPS	Deformação Plástica Severa	-

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal (GARCIA, 2007)	12
Figura 2: Representação esquemática de microestrutura de fundidos (ROSA, 2007).	13
Figura 3: Nucleações homogênea e heterogênea (FERREIRA, 2005).	15
Figura 4: Os dois tipos de interfaces existentes entre as fases sólida e líquida (a) Difusa e (b) Facetada (GARCIA, 2007; CRUZ, 2008).	16
Figura 5: Indicação da região com SRC: (a) Perfil de acumulação de soluto à frente da interface S/l; (b) Perfil inverso de temperatura <i>liquidus</i> (CRUZ, 2008).	17
Figura 6: (a) Macroestrutura de liga Cu-20%Sn (PARADELA, 2020), e (b) Microestruturas de liga Al-5%Si, (JUNIOR, 2019).	19
Figura 7: Representação esquemática do crescimento de grãos (KURTZ, 1998), adaptado.	21
Figura 8: Macroestruturas de Solidificação (CRUZ, 2008)	22
Figura 9: Representação esquemática do diagrama de equilíbrio de ligas binárias: (a) $k < 1$; (b) $k > 1$, (MARTORANO, 1998).	24
Figura 10: Variação final da composição de um lingote colunar após segregação normal (FERREIRA, 2004).	26
Figura 11: Segregação por gravidade devido a diferença de massa específica das dendritas e do líquido (MARTORANO, 2000).	27
Figura 12: Variação final da composição de um lingote após segregação inversa (BURTON,1987).	28
Figura 13: Perfil de concentração de soluto para diferentes velocidades de crescimento, (TOMASZEWSKI, 2015).	30
Figura 14: Caminhos de microanálises do tipo “T”, “X” e “+”, desenvolvido por Kattamis (FLEMINGS, 1984) e adaptado por Martorano(MARTORANO, 1998).	32
Figura 15: Desenho esquemático do dispositivo de solidificação unidirecional vertical descendente: 1) computador interligado ao sistema de aquisição de dados; 2) isolamento térmico; 3) resistências elétricas; 4) lingoteira; 5) termopares; 6) sistema de aquisição de dados; 7) câmara de arrefecimento; 8) controlador de fluxo de água do sistema de arrefecimento; 9) metal líquido; 10) controlador de temperatura (SPINELLI, 2004).	34
Figura 16: Representação esquemática do dispositivo experimental unidirecional ascendente: (1) Computador e software de aquisição de dados; (2) Camada cerâmica isolante; (3) Resistências elétricas; (4) Lingoteira; (5) Termopares; (6) Registrador de dados; (7) Base extratora de calor; (8) Rotâmetro; (9) Controlador de potência; (10) Metal líquido, (MEZA, 2012).	35
Figura 17: Dispositivo de solidificação unidirecional horizontal (SANTOS, 2006).	36
Figura 18: Representação de ramificações dendríticas no interior de grão solidificado (BRITO, 2016).	38

Figura 19: Esquema representativo dos espaçamentos interdendríticos primários (λ_1), secundário (λ_2) e terciário (λ_3) (ROSA, 2006).....	39
Figura 20: Elemento de referência representativo do sistema metal/molde, (BRITO, 2016).	41
Figura 21: Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde durante a solidificação, (GARCIA, 2007), adaptado.....	42
Figura 22: Perfil de temperaturas para condução de calor em regime: (a) Permanente e (b) Transitório (ARANGO, 2009).....	43
Figura 23: Troca de calor por convecção e radiação, (MOUTINHO, 2011).....	44
Figura 24: Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde durante a	45
Figura 25: Modos de transferência de calor atuantes na interface metal/molde (GARCIA, 2007), adaptado.	46
Figura 26: Influência das variáveis de solidificação na microestrutura resultante (BAPTISTA, 2018).	48
Figura 27: Desenho esquemático mostrando um gráfico da velocidade em função da posição e os deslocamentos das isothermas <i>solidus</i> e <i>liquidus</i> ao longo de um elemento de volume L_a : T_L - isoterma <i>liquidus</i> ; T_S isoterma <i>solidus</i> . Adaptado de (BERTELLI, 2012).	49
Figura 28: Curva de resfriamento típica e sua derivada (dT/dt) para uma liga Al-3%Si medida no centro de um lingote cilíndrico de 50 mm de diâmetro. A temperatura <i>liquidus</i> (T_L) e a da reação eutética (T_E) estão indicadas (ARANGO, 2009).	50
Figura 29: Desenho esquemático (a) mostrando o gradiente de temperatura entre dois pontos de um elemento de volume L , (b) gráfico do gradiente de temperatura à frente da isoterma <i>liquidus</i> , em função da posição. Adaptado de (BERTELLI, 2012).....	51
Figura 30: Desenho esquemático mostrando um gráfico dos deslocamentos das isothermas <i>solidus</i> e <i>liquidus</i> ao longo de um elemento de volume de comprimento L : T_L - isoterma <i>liquidus</i> ; T_S - isoterma <i>solidus</i> . Adaptado de (BERTELLI, 2012).	52
Figura 31: Diagrama de fase da composição alumínio silício, em regime de equilíbrio (FERREIRA, 2005).....	54
Figura 32: Esquema do Processo de Prensagem – ECAP (VALIEV, 2006) adaptado.	57
Figura 33: Ilustração esquemática do processo de prensagem por canais equiangulares e representação dos planos ortogonais. Adaptado de (VALIEV, 2006; KIM, 2003).	58
Figura 34: As quatro rotas clássicas de ECAP. Adaptado de (VALIEV, 2006).	59
Figura 35: Planos preferenciais para deformação por cisalhamento em amostras deformadas na rota: A, Ba, Bc e C. Adaptado de ZHU, (2000).	59
Figura 36: Medição de microdureza Vickers (GAJANAN, 2018)	66
Figura 37: Medidas das diagonais no ensaio Vickers (MOUTINHO, 2011).	67
Figura 38: Esquema do ensaio de microdureza Vickers (POGGIALI, 2015).	68
Figura 39: Fluxograma de Desenvolvimento Experimental.	74

Figura 40: (a) Serra tipo fita da marca Franho FM 500, (b) Balança de precisão Shimdzu UW6200H, (c) Triturador de silício disposto no Laboratório de Materiais Cerâmicos – UFF- EEIMVR.....	75
Figura 41: (a) Molde instalado na lingoteira com os 8 termopares tipo K, (b) Termopares instalados no molde com 2 mm de alumina, (c) Cadinho cerâmico untado com alumina QF-180, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.....	76
Figura 42: (a) Forno tipo mufla da marca JUNG com temperatura máxima de 1300°C (b) Vazamento em lingoteira/molde pré-aquecido - Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.....	78
Figura 43: Perfil de temperatura indicando o tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> (OSÓRIO, 2000).	79
Figura 44: Deslocamento da posição da isoterma <i>liquidus</i> em função do tempo, (CANTÉ, 2009). 79	
Figura 45: Representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição (CRUZ, 2008).....	80
Figura 46: Esquema para o cálculo das taxas de resfriamento (T) em função do tempo e da posição (CRUZ, 2008).	81
Figura 47: Dispositivos utilizados no processo de solidificação vertical, (a) Lingoteira, (b) Forno FlyEver, (c) Bomba D' água e (d) Aquisidor de dados, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.....	82
Figura 48: (a) Corte longitudinal do lingote, para remoção dos termopares, (b) Corte longitudinal do lingote, para a macrografia, (c) Corte longitudinal do lingote, para o ECAP e (d) Os cortes finalizados, para o processo de ECAP, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.	83
Figura 49: Ataque químico do lingote, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.	84
Figura 50: Serra de precisão para os cortes transversais, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.	85
Figura 51: Microscópio Nikon, utilizado na verificação das microestruturas, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.....	85
Figura 52: Método de medição dos espaçamentos terciários (FERREIRA, 2004), adaptado.	86
Figura 53: (a) Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) – UFF, (b). Amostras sendo inseridas no MEV para retirada do vácuo - Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF.....	87
Figura 54: Imagem de uma estrutura dendrítica de Al-Si obtida no MEV-EDAX - Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF.	87
Figura 55: Representação esquemática dos pontos de medição de concentração de soluto para avaliação de microsegregação. Adaptado de (GARCIA, 2012).....	88
Figura 56: (a) Tarugo de entrada sem ECAP, (b) Rota e ângulos de rotação, (c) Máquina de tração máquina e compressão universal EMIC DL-6 e em (d) Tarugo após o processo de ECAP. ..	89

Figura 57: (a) Matriz de prensagem ECAP, (b) A punção e tarugo de Al-Puro - Laboratório de Ensaios Mecânicos.....	90
Figura 58: (a) Microdurômetro <i>Leitz Wetzlar</i> , (b) Amostra com 02 pontos representativos.	91
Figura 59: Diagrama de Fases do Sistema Al-Si determinado via Thermo-Calc com o banco de dados ALDEMO: Aluminum Demo Database v2.0.	93
Figura 60: Curva experimental de resfriamento do Al-Puro.	94
Figura 61: Curva experimental do resfriamento lento da liga Al-3%Si.	95
Figura 62: Curva experimental do resfriamento lento da liga Al-5%Si.	96
Figura 63: Curva experimental do resfriamento lento da liga Al-7%Si.	96
Figura 64: Curva de resfriamento lento Al-3%Si via Thermo-Calc calculada pela equação de Scheil.	97
Figura 65: Curva de resfriamento lento Al-5%Si via Thermo-Calc calculada pela equação de Scheil.	98
Figura 66: Curva de resfriamento lento Al-7%Si via Thermo-Calc calculada pela equação de Scheil.	98
Figura 67: Temperatura versus tempo em diferentes posições do lingote para Al-Puro.....	100
Figura 68: Temperatura versus tempo para diferentes posições do lingote da liga Al-3%Si.	100
Figura 69: Temperatura versus tempo em diferentes posições do lingote para liga Al-5%Si.	101
Figura 70: Temperatura versus tempo em diferentes posições do lingote para liga Al-7%Si.	102
Figura 71: Posição da temperatura de fusão versus tempo para Al-Puro.	103
Figura 72: Posição da temperatura <i>liquidus</i> versus tempo para liga Al-3%Si.....	103
Figura 73: Posição da temperatura <i>liquidus</i> versus tempo para liga Al-5%Si.....	103
Figura 74: Posição da temperatura <i>liquidus</i> versus tempo para liga Al-7%Si.....	104
Figura 75: Posição das temperaturas críticas (T_F e T_L) versus tempo.	104
Figura 76: Velocidade de deslocamento das temperaturas críticas (T_F e T_L) versus tempo (t). ...	105
Figura 77: Velocidade de deslocamento das temperaturas críticas (T_F e T_L) versus posição (P). ...	106
Figura 78: Taxa de resfriamento em função da posição para Al-Puro.	106
Figura 79: Taxa de resfriamento em função da posição para liga Al-3%Si.....	107
Figura 80: Taxa de resfriamento em função da posição para a Al-5%Si.....	107
Figura 81: Taxa de resfriamento em função da posição para a liga Al-7%Si.	107
Figura 82: Taxa de resfriamento em função da posição para os sistemas considerados (Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si).	108
Figura 83: Gradiente térmico em função da posição para os sistemas de Al-Puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.....	109
Figura 84: Tempo de solidificação local em função da posição para os sistemas binários (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si).	110
Figura 85: Macrografia do Al-Puro e das ligas de Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.....	113

Figura 86: Macroestrutura e microestruturas do Al-Puro.	115
Figura 87: Macroestrutura e microestruturas dendríticas da liga Al-3%Si.	116
Figura 88: Macroestrutura e microestruturas dendríticas da liga Al-5%Si.	117
Figura 89: Macroestrutura e microestruturas dendríticas da liga Al-7%Si.	118
Figura 90: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) em função da posição (P) para o sistema Al-3%Si.	119
Figura 91: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) em função da posição (P) para o sistema Al-5%Si.	120
Figura 92: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) em função da posição (P) para o sistema Al-7%Si.	120
Figura 93: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) em função da posição (P) para as três ligas binárias, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.	121
Figura 94: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus velocidade da temperatura <i>liquidus</i> (V_L) para o sistema Al-3%Si.	121
Figura 95: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus velocidade da temperatura <i>liquidus</i> (V_L) para o sistema Al-5%Si.	122
Figura 96: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus velocidade da temperatura <i>liquidus</i> (V_L) para o sistema Al-7%Si.	122
Figura 97: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus taxa de resfriamento (\dot{T}) para o sistema Al-3%Si.	123
Figura 98: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus taxa de resfriamento (\dot{T}) para o sistema Al-5%Si.	123
Figura 99: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus taxa de resfriamento (\dot{T}) para o sistema Al-7%Si.	124
Figura 100: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus tempo de solidificação local (t_{SL}) para o sistema Al-3%Si.	125
Figura 101: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus tempo de solidificação local (t_{SL}) para o sistema Al-5%Si.	125
Figura 102: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus tempo de solidificação local (t_{SL}) para o sistema Al-7%Si.	125
Figura 103: Concentração de silício versus fração solidificada para o sistema Al-3%Si em diferentes posições do lingote.	127
Figura 104: Concentração de silício versus fração solidificada para o sistema Al-5%Si em diferentes posições do lingote.	127
Figura 105: Concentração de silício versus fração solidificada para o sistema Al-7%Si em diferentes posições do lingote.	127

Figura 106: Microdureza Vickers versus Posição de solidificação para os sistemas (a) Al-Puro, (b) Al-3%Si, (c) Al-5%Si, e (d) Al-7%Si.....	132
Figura 107: Microdureza Vickers versus posição.....	132
Figura 108: Microdureza Vickers versus velocidade de solidificação para os sistemas (a) Al-Puro, (b) Al-3%Si, (c) Al-5%Si, e (d) Al-7%Si.....	134
Figura 109: Microdureza Vickers versus taxa de resfriamento para os sistemas (a) Al-Puro, (b) Al-3%Si, (c) Al-5%Si, e (d) Al-7%Si.....	135
Figura 109: Estrutura Fundida do Material Antes e Após ECAP (a)-(b) Al-Puro; (c)-(d) Al-3%Si, (e)-(f) Al-5%Si, e (g)-(h) Al-7%Si.....	138
Figura 110: Microdureza Vickers antes e após ECAP versus posição para: a) Al-puro, b) Al-3%Si, c) Al-5%Si, e d) Al-7%Si.....	143
Figura 111: Microdureza Vickers antes e após ECAP versus velocidade de solidificação para: a) Al-puro, b) Al-3%Si, c) Al-5%Si, e d) Al-7%Si.....	145
Figura 112: Microdureza Vickers antes e após ECAP versus taxa de resfriamento para: a) Al-puro, b) Al-3%Si, c) Al-5%Si, e d) Al-7%Si.....	147

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: composição química da placa de alumínio AA 1070 e silício metálico.....	70
Tabela 2: Composição química (%) e massa (gramas) dos metais empregados na preparação da liga.....	70
Tabela 3: Procedimentos metalográficos para análise estrutural. (GOULART, 2005); (GRUGEL, 1993); (KURTZ, 1998).....	84
Tabela 4: Propriedades termofísicas das ligas de Al-Si.....	99
Tabela 5: Variáveis térmicas identificadas para Al-Puro e ligas binárias de Al-Si.....	111
Tabela 6: Relação da TCE com V_L , G_L e \dot{T}	112
Tabela 7: Valores das taxas de resfriamento, velocidade de solidificação e microdureza Vickers para os sistemas: Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.....	129
Tabela 8: Valores das taxas de resfriamento, velocidade de solidificação e microdureza Vickers antes ao ECAP e microdureza obtida após ECAP, para os sistemas de Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.....	139

Sumário

CAPITULO I.....	1
1 Introdução	1
CAPITULO II.....	9
2 Objetivos Geral e Específicos	9
2.1 Objetivo Geral	9
2.2 Objetivos Específicos	9
2.3 Motivação.....	10
CAPITULO III.....	11
3 Revisão bibliográfica	11
3.1 Aspectos Relacionados à Solidificação.....	11
3.2 Nucleação.....	14
3.2.1 Crescimento	15
3.3 Estruturas de Solidificação	18
3.3.1 Macroestrutura Bruta de Solidificação	19
3.3.2 Zona Coquilhada.....	20
3.3.3 Zona Colunar.....	20
3.3.4 Zona Equiaxial.....	21
3.3.5 Transição Colunar – Equiaxial	22
3.4 Segregação	23
3.4.1 Macrossegregação.....	25
3.4.2 Microssegregação	28
3.4.3 Microssegregação Interdendrítica	31
3.4.4 Medida de microssegregação	32
3.5 Solidificação unidirecional	33
3.5.1 Solidificação Unidirecional Vertical Descendente.....	33
3.5.2 Solidificação Unidirecional Vertical Ascendente	34
3.5.3 Solidificação Unidirecional Horizontal	35
3.6 Microestruturas de Solidificação.....	36
3.6.1 Espaçamento Celular	39
3.6.2 Espaçamentos Dendríticos	40
3.7 A Transferência de Calor na Solidificação.....	40
3.7.1 Condução de Calor.....	42
3.7.2 Convecção.....	43
3.7.3 Radiação	44

3.7.4	Transferência Newtoniana	45
3.8	Variáveis Térmicas	46
3.8.1	Velocidade da Isoterma <i>Liquidus</i>	48
3.8.2	Taxa de Resfriamento	49
3.8.3	Gradiente Térmico	50
3.8.4	Intervalo de Solidificação Local	51
3.9	Alumínio	52
3.10	Ligas de Alumínio	52
3.11	O Diagrama de Fase	53
3.12	Deformação Plástica Severa	54
3.12.1	Prensagem por Canais Equiangulares – ECAP	55
3.12.2	Fatores que influenciam no ECAP	61
3.12.3	Refinamento Microestrutural em Materiais Processados por ECAP	63
3.13	Ensaio de Microdureza Vickers	64
CAPITULO IV		69
4	Materiais e Métodos	69
4.1	Material	69
4.1.1	Equipamentos e Utensílios	70
4.2	Métodos	72
4.2.1	Fluxograma do Desenvolvimento Experimental	72
4.2.2	Preparação dos Materiais e Equipamentos	75
4.2.3	Processo Experimental de Solidificação Unidirecional Ascendente	76
4.2.4	Caracterização das Macros e Microestruturas	82
4.2.5	Medida de Espaçamento Dendrítico	85
4.2.6	Caracterização da Microsegregação	86
4.2.7	Deformação Plástica Severa com ECAP	88
4.2.8	Ensaio de Microdureza Vickers	90
CAPITULO V		91
5	Resultados e Discussões	91
5.1	Considerações Iniciais	91
5.2	Diagrama de Fases do Sistema Al-Si Calculado via Thermo-Calc	92
5.2.1	Curva Experimental de Resfriamento Lento do Al-Puro	94
5.2.2	Curva Experimental de Resfriamento Lento das Ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si	94
5.2.3	Curva de resfriamento das ligas Al-3%, Al-5% e Al-7%Si calculada via Thermo-Calc	96
5.3	As Variáveis Térmicas Obtidas nos Experimentos de Solidificação	99
5.3.1	Curvas de Resfriamento de Al-Puro	99
5.3.2	Curvas de Resfriamento das Ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si	100
5.3.3	Tempo de Passagem das Temperaturas Críticas	102
5.3.4	Velocidade de Deslocamento (V_L) das Temperaturas Críticas	104
5.3.5	Taxas de Resfriamento (\dot{T})	106
5.3.6	Gradiente Térmico (G_L)	108
5.3.7	Tempo de Solidificação Local (t_{SL})	110
5.4	Macroestrutura e Microestruturas	111
5.4.1	Macroestruturas do Al-Puro e das Ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si	111

5.4.2	Microestruturas do Al-Puro e das Ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si	114
5.4.3	– Correlação entre as Variáveis Térmicas e os Espaçamentos Dendríticos Terciários	119
5.4.4	Medidas dos Perfis de Concentração.....	126
5.5	Resultados Preliminares do Ensaio de Microdureza Vickers	129
5.6	Análise Comparativa da Estrutura Fundida do Material Antes e Após ECAP	136
5.7	Análise Comparativa da Microdureza Vickers Antes e Após ECAP.....	139
CAPITULO VI.....		148
6	Conclusões, Sugestões para Trabalhos Futuros e Artigos Publicados	148
6.1	Conclusões	148
6.2	Sugestões para Trabalhos Futuros	150
6.3	Artigos Publicados Relacionados como o Tema da Pesquisa	151
6.3.1	Artigos Publicados	151
6.3.2	Publicações em Congressos	152
CAPITULO VII		153
7	Referências Bibliográficas	153

CAPITULO I

1 Introdução

As ligas de alumínio silício são amplamente utilizadas dentre todas as ligas de alumínio fundidas, o que confere sua ampla aplicação nos produtos industrializados. O silício é um elemento de liga que confere excelente fundibilidade à liga, pelo fato de conferir excelente fluidez, permite a reprodução da geometria de moldes mais complexos, e com menos defeitos (GARCIA, 2007).

A importância destas ligas também está baseada na baixa contração em comparação com o metal base, bem como na boa soldabilidade e resistência à corrosão. O uso destas ligas tem aplicação crescente nos diversos setores como indústria automobilística, fabricação de máquinas, materiais metálicos, entre outros que precisam reduzir o seu peso, com foco no consumo menor de energia.

Industrialmente, a produção de componentes e produtos semiacabados via solidificação acontece principalmente pelos processos de lingotamento estático, lingotamento contínuo e fundição (PERES, 2005). Solidificação é um fenômeno universal de grande importância científica e tecnológica. A principal característica acontece na transição de estado, de líquido para sólido e como nas transições, acontecem mudanças bruscas de fases, o que implica nas propriedades dos materiais solidificados. Uma outra característica é representada pelos átomos no estado líquido, que possuem mais mobilidade do que os átomos no estado sólido. O estudo

da solidificação de metais e suas ligas tem como propósito encontrar as suas melhores características estruturais e propriedades mecânicas (GOULART, 2005).

A solidificação instância-se quando o material em estado líquido atinge, durante o resfriamento, as condições termodinâmicas favoráveis à transformação da fase líquida para a sólida. Nessas condições, havendo um gradiente de temperatura entre o material e o meio que absorve calor, com o calor latente liberado na solidificação, removido através de mecanismos de transferência de calor, (ROSA, 2006). A solidificação de ligas metálicas se divide em duas etapas: nucleação e crescimento. As condições que favorecem a ocorrência da nucleação dependem dos aspectos termodinâmicos e das condições cinéticas da transformação. Dentre esses aspectos, a temperatura de fusão para metais puros e a temperatura *liquidus* para ligas.

A produção de peças e componentes metálicos, em todo o seu encadeamento produtivo, salvo algumas exceções, os quais são produzidos pelo processo de metalurgia do pó, na prática a grande maioria dos produtos metálicos industrializados passam necessariamente pelo processo de solidificação em algum estágio de sua fabricação, que é analisado como um processo de transferência de calor e massa (MOUTINHO, 2012).

O alumínio é um metal, que se encontra entre os três mais abundantes na crosta terrestre e caracterizado por suas propriedades físico-químicas, com diversas aplicações, com destaque o baixo peso específico, a alta condutividade térmica e elétrica, bem como a reciclagem, logo, tornou-se o metal não-ferroso mais consumido atualmente (LINS, 2009). O alumínio em estado puro apresenta baixa dureza e resistência mecânica, o que gera algumas restrições em aplicações específicas, logo, processos experimentais com a combinação com elementos de liga, possibilitou um aumento significativo nas propriedades mecânicas, ampliando a sua aplicação.

As ligas apresentam características diferentes daquelas apresentadas pelos seus metais constituintes, tais como dureza, ductilidade, condutividade, entre outras, além disso, as suas propriedades dependem fundamentalmente da composição, da microestrutura, do tratamento térmico ou mecânico (MARTORANO, 1998).

O alumínio em estado puro tem resistência inferior, logo, o principal objetivo de adicionar alguns elementos de liga no alumínio é aumentar a resistência mecânica, sem alterar as demais propriedades. No mercado das ligas fundidas não ferrosas, mais de 50% das mesmas apresenta o alumínio em sua composição, sendo o silício um soluto em destaque, onde aproximadamente 90% dos produtos obtidos a partir dessas ligas, são originados de ligas binárias Al-Si (GARCIA, 2007). As ligas Al-Si denominadas hipereutéticas, ou seja, com composições maiores de 12,6% de silício que normalmente são utilizadas na indústria para a

fabricação de componentes, são submetidos a condições críticas de desgaste, tais como peças de motor, pistões, cilindros, blocos e cabeçotes.

Neste trabalho utilizamos as ligas hipoeutéticas, com teor de silício inferior a 12,6%(eutético), a escolha pelas composições de 3%, 5% e 7% Si, deve-se ao fato que em muitos processos industriais, usa-se teores entre 3% e 7%. A importância se deve ao fato dessas ligas terem em sua origem, ser versátil, quanto ao processo de fundição empregado na sua produção. Versatilidade essa relacionada ao baixo ponto de fusão e a excelente fluidez, viscosidade, faixa de solidificação, boa resistência à corrosão e baixo peso (MOUTINHO, 2012).

O fenômeno da solidificação pode ser investigado experimentalmente em função da direção na qual o fluxo de calor é extraído e do sentido de avanço da frente de solidificação, que são: ascendente, descendente e horizontal. A solidificação unidirecional vertical descendente ocorre no mesmo sentido da ação da força da gravidade, com a força peso atuando no sentido de deslocar o lingote do contato com a base refrigerada, isso propicia, precocemente no processo, uma situação de maior resistência térmica à passagem de calor do lingote em direção ao fluido de arrefecimento. Esta condição favorece uma maior tendência de ocorrer convecção natural, em função do perfil crescente de temperatura no líquido na direção da base do lingote, que é isolada termicamente. Se o soluto rejeitado provocar um líquido interdendrítico de maior massa específica do que o líquido nominal ocorrerá também movimento convectivo provocado por diferenças de concentração (BRITO, 2016).

Na solidificação unidirecional ascendente, a arrefecimento do metal deve ocorrer na parte inferior da lingoteira, fazendo com que a solidificação se processe na forma vertical e de baixo para cima, ou seja, no sentido contrário da ação da gravidade, produzindo um perfil crescente de temperaturas no metal líquido em sentido ascendente, forçando o líquido mais denso a localizar-se junto à fronteira de transformação sólido/líquido. A solidificação unidirecional horizontal, possui características complexas sob o ponto de vista na determinação das variáveis térmicas de solidificação. Neste processo após o vazamento do metal líquido dentro do molde isolado termicamente em suas laterais o calor é extraído somente por uma das extremidades através de um bloco maciço metálico. A turbulência provocada durante o vazamento induz correntes de convecção forçada que levam mais tempo para serem dissipadas e agem com intensidades diferentes ao longo da seção do lingote (DIAS FILHO, 2015).

As técnicas de caracterização macroestrutural e microestrutural aliadas ao estudo dos fenômenos de transferência de calor e massa que ocorrem durante o processo de solidificação permitem avaliar a influência das variáveis térmicas na morfologia apresentada pelas estruturas

brutas de solidificação, determinantes da qualidade dos produtos desenvolvidos, permitindo estabelecer métodos de programação prévia de produção, (MOUTINHO, 2011). Os espaçamentos dendríticos dependem das condições térmicas durante o processo de solidificação, daí a importância de se poder contar com uma forma quantitativa que permita expressar essa interdependência (CARVALHO, 2013).

As variáveis térmicas, tais como temperatura de vazamento (T_v), gradientes de temperatura (G_L), velocidades das isoterms *liquidus* e *solidus* (V_L e V_S), taxas resfriamento (\dot{T}) e tempo local de solidificação (t_{sl}), são determinantes na análise das transferências de calor e massa ocorridas durante o processo de solidificação, assim como são de significativa importância na definição da morfologia apresentada pelas estruturas brutas de solidificação tanto em escala microestrutural como macroestrutural. As estruturas e morfologias resultantes do processo de transformação líquido/sólido influenciam as propriedades mecânicas do produto final, tanto para peças de fundição como para aqueles que posteriormente sofrem transformações mecânicas ou térmicas (JUNIOR, 2019). O conhecimento da influência das variáveis térmicas sobre a formação das estruturas resultantes do processo de solidificação é fundamental para o planejamento da produção, uma vez que essas estruturas determinam a qualidade dos produtos acabados (CANTÉ, 2009).

Os materiais metálicos exibem uma combinação de alta resistência mecânica, corrosão e tenacidade à fratura, que são propriedades adequadas para diversas aplicações, não obstante, limitações sempre existem, logo, a busca pelo aperfeiçoamento é uma constante. Entre as técnicas empregadas para essa melhoria, uma que ganhou bastante destaque nos últimos anos foi à deformação plástica severa, método para obtenção de materiais com grãos ultrafinos que possibilitam processar grande quantidade de materiais. Essa deformação acontece sem que ocorra a redução da seção transversal do material deformado, (VALIEV, 1999).

A deformação plástica em metais é uma técnica definida como a mudança permanente da forma de um corpo sólido quando há a aplicação de uma força acima de seu limite de escoamento. Essa deformação é causada pelo deslizamento relativo de planos atômicos, o que indica a geração e movimento de discordâncias. A utilização destas técnicas de deformação, justifica-se pela possibilidade de refinar a estrutura de grãos, bem como, obter melhorias nas propriedades mecânicas dos materiais metálicos. A diferença entre as técnicas convencionais de operação de conformação é que a deformação plástica é introduzida através do cisalhamento, sem alteração no perfil transversal das amostras (VALIEV, 2006).

Um dos métodos de deformação plástica severa (DPS) que se destaca é a técnica de Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP), tendo como vantagem a não alteração da seção

transversal da amostra deformada (POGGIALI, 2015). O processo ocorre através de uma matriz ao longo de dois canais com seção transversal igual, onde o tarugo untado com graxa especial é pressionado, ocorrendo a deformação plástica intensa em materiais metálicos sem alterar a seção transversal da amostra, possibilitando, portanto, repetir o processo várias vezes com intuito de aumentar o nível de deformação imposta. Outra grande vantagem é que na deformação por ECAP as amostras são suficientemente grandes para aplicações comerciais, (SEGAL, 2004).

No que tange as rotas de execução do processo de ECAP, existe quatro identificadas em literaturas experimentais que são: rota A, em que a amostra é pressionada repetidamente sem qualquer rotação; rota B_A onde a amostra é girada 90° em direções alternadas entre passes consecutivos; rota B_C onde a amostra é girada no mesmo sentido por 90° entre cada passagem; e a rota C, que foi utilizada nesse trabalho, onde a amostra é girada em 180°, (FURUKAWA, 2005).

Os trabalhos desenvolvidos e disponíveis na literatura sobre processo de solidificação unidirecional, alguns são apresentados e discutidos a seguir. No estudo desenvolvido por Peres, (PERES, 2005) estudou a solidificação direcional vertical ascendente, em condições fora de equilíbrio para ligas de Al-Si, em as suas análises, observou os espaçamentos interdendríticos em relação as variáveis térmicas de solidificação e a composição de liga. Peres ainda comparou os principais modelos teóricos de crescimento dendrítico de diversas literaturas, com alumínio silício em 3%, 5%, 7% e 9% em peso de Si. Algumas conclusões foram propostas, onde os espaçamentos primários e secundários diminuem com o aumento da taxa de resfriamento, o espaçamento dendrítico primário independe da composição química e o espaçamento dendrítico secundário diminui com o aumento da concentração de soluto. Uma transição colunar/equiaxial (TCE) ocorreu mais ao final do lingote, e não foi determinado uma variável responsável pela ocorrência da TCE, com os valores experimentais de V_L , \dot{T} e G_L , serem bastante próximos nas ligas analisadas.

Canté (CANTÉ, 2009), em seu estudo analisou a cinética envolvida no processo de solidificação, seus efeitos nos parâmetros macro e microestruturais e a sua consequente influência nas propriedades mecânicas. Os experimentos foram realizados via solidificação vertical ascendente sob regime transitório de extração de calor. Verificou-se que os limites de escoamento e de resistência à tração crescem com o aumento da concentração de soluto e decrescem com o aumento dos espaçamentos dendríticos, λ_1 e λ_2 , para a liga Al-5%Ni.

Goulart, (GOULART, 2005), em seus experimentos com ligas hipoeutéticas de Al-Fe, em um dispositivo de solidificação vertical ascendente em condições transitórias de fluxo de

calor, estudou as estruturas de solidificação. Um confronto entre os resultados dos parâmetros térmicos experimentais e simulações da solidificação obtidas por um programa computacional por diferenças finitas foi realizado. Em suas medições dos espaçamentos celulares (λ_1), verificou a influência sobre o limite de resistência à tração e o limite de escoamento. Identificou que os maiores valores para o limite de resistência a tração, foram obtidos para os corpos de prova com estruturas mais refinadas da liga Al-1,5%Fe.

Em sua tese de doutorado Baptista, (BAPTISTA, 2018), desenvolveu uma sequência de experimentos para analisar a solidificação unidirecional vertical ascendente sobre condições transitórias de transferência de calor em ligas ternárias Al-Si-Cu. Determinou as variáveis térmicas de solidificação tais como velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* e a taxa de resfriamento. As variáveis foram correlacionadas com a estrutura dendrítica formada, em especial com espaçamento dendrítico terciário e com a microsegregação do Cu e Si. Em seu trabalho foi proposto um modelo analítico de microsegregação baseado nos limites de solubilidade do Si na liga em função do teor de Cu presente no líquido que, conjugado com conceitos da abordagem dos modelos analíticos clássicos de microsegregação, permite descrever de forma adequada a microsegregação apresentada e o efeito da composição e dos parâmetros térmicos envolvidos. Os resultados foram comparados com modelos teóricos comumente utilizados para ligas binárias. No que diz respeito à microsegregação os resultados mostraram a grande influência do sistema em estudo onde efeitos cruzados, não previstos nas equações teóricas básicas, são de primordial importância. Verificou que o cobre (C_u) presente, limita a solubilidade do silício (Si) no líquido e conseqüentemente seus teores no sólido formado. Baptista desenvolveu um modelo de microsegregação em que os efeitos cruzados dos elementos de liga (Si) e (C_u) na solubilidade dos mesmos durante o processo de solidificação são considerados. As previsões do modelo desenvolvido nesse trabalho apresentaram boa compatibilidade com os resultados experimentais. Essas previsões permitiram explicar três comportamentos anômalos apresentados pelo Si nessas ligas, ou seja, o efeito inverso da taxa de solidificação no teor de Si no sólido, queda do teor de Si no sólido com o aumento da fração solidificada e, no caso de ligas com baixo teor de C_u , aumento inicial do teor de Si no sólido e posterior queda de concentração no prosseguimento da solidificação.

Lins (LINS, 2009) utilizou alumínio comercialmente puro com granulometria grosseira e obteve uma granulometria refinada, por meio de deformação plástica severa (DPS) aplicada por Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP) via rota C. O processo empregou a rota C com 5 passes consecutivos a temperatura ambiente e acumulou uma deformação $\epsilon_5 = 5,95$. Lins

realizou a caracterização microestrutural com o auxílio das técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de difração de elétrons retro espalhados. Onde observou-se a microestrutura com redução de 80% e obtendo um grão de tamanho 3,38 μm , e um aumento da fração de contornos de alto ângulo passando de 23% a 46%. Conclui que os mecanismos responsáveis pela redução microestrutural foram os processos de subdivisão por meio de fragmentação e rotação de grãos, recuperação e recristalização dinâmica.

Cardoso, (CARDOSO, 2013), realizou um estudo com a liga de Al-10%Si, com o processamento por deformação plástica severa (DPS), com o processamento de ECAP a partir de uma temperatura ambiente até 300°C. Utilizando uma matriz de seção circular de 20 mm de diâmetro com um ângulo de 118°, em rota A, ou seja, sem rotação da amostra entre passes.

Em suas conclusões, verificou-se que:

- O material (Al-Si) é demasiado frágil no seu estado sólido, devido às partículas Si serem longas e finas na estrutura eutética, logo, suportar muitos passes ECAP em temperatura ambiente, requer um tratamento térmico por extrusão;
- Quando o material é suficientemente dúctil, conduz a um refinamento significativo das partículas de Si inicialmente grosseiras, desde um diâmetro equivalente a 19 mm até cerca de 0,8 mm para todas as temperaturas de processamento utilizadas, independentemente do estado inicial;
- Os tamanhos de grãos obtidos após o processamento ECAP dependem da temperatura de processamento, sendo cerca de 500-700 nm após 4 passes em temperatura ambiente, mais grosseiros para cerca de 900 nm quando se processa a 300°C.

No artigo de Natori, (NATORI, 2016), a microestrutura das ligas Al-Si é caracterizada por partículas da liga Al-Si com composição eutética, onde a mudança morfológica das partículas de Si de grão grosseiro para grão fino melhorou a sua resistência e ductilidade. Ligas de AC4CH (Al-7.14%Si-0.41%Mg) com partículas finas de Si e uma liga fundida convencional com partículas de Si grosseiras foram também utilizadas. Ambas foram processadas via ECAP sob várias temperaturas. A evolução da microestrutura pelo ECAP foi avaliada em relação ao comportamento de deformação de fase primária.

Dileep, (DILEEP, 2018), em seu trabalho, investigou a microestrutura e propriedades mecânicas do alumínio 7075 reforçado com níquel, aplicado ao ECAP. O soluto de níquel variou de 2 a 8% (em peso) com etapas de 2%. O processamento de ECAP foi efetuado utilizando um molde com um ângulo de canal de 120°. O estudo mostrou que a deformação plástica severa melhorou significativamente as propriedades mecânicas da liga de alumínio 7075 reforçado com níquel, em comparação com uma liga sem o ECAP. O teste de dureza

confirma que ocorreu um aumento nessa propriedade para amostras de ECAP. A redução do tamanho das partículas e porosidade também foram observadas.

Suresch, (SURESCH, 2019), utilizou o ECAP aplicado a liga Al-Cu-Li AA2195 a 250 C°. O desenvolvimento da microestrutura, textura e propriedades mecânicas foram estudadas. As características microestruturais indicaram um grão com considerável refino, obtendo uma granulometria média de $2,8 \pm 0,7$ mm após 4 passagens. Recristalização dinâmica contínua foi identificada como o mecanismo que leva à formação de grãos refinados na liga durante o processo de ECAP a quente. A avaliação das propriedades mecânicas indica um aumento substancial na dureza, resistência mecânica com uma pequena redução da ductilidade após 4 passagens. O processo de ECAP em até quatro passagens levaram a uma redução significativa do tamanho do grão de $56 \pm 3,5$ mm para $2,8 \pm 0,7$ mm. A fração dos grãos com ângulo elevado aumentou com o número de passagens. A recristalização dinâmica contínua ocorreu durante o ECAP, o que acaba por conduzir a uma estrutura de grão refinado devido às grandes deformações aplicadas na liga.

Diferentes pesquisas têm sido focadas na solidificação unidirecional de ligas sob condições transientes de extração de calor, por outro lado, trabalhos têm sido desenvolvidos com o objetivo de estudar os efeitos do refinamento das microestruturas sobre as propriedades mecânicas após a utilização de técnicas de deformação severa. É neste contexto geral que o presente trabalho foi desenvolvido. A estratégia aqui adotada é analisar experimentalmente as variações na microestrutura e microdureza em lingotes de alumínio comercialmente puro e ligas de Al-Si obtidas em experimentos de solidificação unidirecional e posteriormente submetidos ao processo de Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP), com três passes em Rota C. Os lingotes com diferentes composições (Al-puro e ligas de Al-Si) foram obtidos durante os experimentos de solidificação em condições transientes de extração de calor, permitindo que as variáveis térmicas fossem determinadas experimentalmente. Após os experimentos de solidificação, foram realizados a caracterização das microestruturas (espaçamento dendrítico), perfis de microsegregação e testes de microdureza ao longo do lingote. Na sequência as correlações entre as variáveis térmicas e espaçamento dendrítico, microsegregação e microdureza foram obtidas empiricamente. Amostras foram retiradas ao longo dos lingotes e submetidas ao processo de deformação severa (ECAP). Análises das microestruturas e microdureza foram obtidas após ECAP. A partir das durezas e microestruturas encontradas após ECAP, foram estudados os efeitos das variáveis térmicas de solidificação nas amostras de lingotes deformadas via ECAP. Um estudo quantitativo das variações da microdureza e um estudo qualitativo das alterações microestrutural são apresentados e discutidos.

CAPITULO II

2 Objetivos Geral e Específicos

2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral do presente trabalho é analisar experimentalmente as variações na microestrutura e microdureza em lingotes de alumínio comercialmente (Al-puro) puro e ligas de Al-Si obtidas em experimentos de solidificação unidirecional e posteriormente submetidos ao processo de Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP), com três passes em Rota C.

2.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos propostos para o presente estudo são:

- ✓ Preparar e fundir alumínio comercialmente puro (Al-puro) e ligas hipoeutéticas do sistema binário Al-Si com concentrações de soluto (3%, 5% e 7%) em peso em forno tipo Mufla;
- ✓ Realizar experimentos de solidificação unidirecional vertical ascendente em condições transitórias de extração de calor para obtenção dos lingotes de Al-puro e ligas de Al-Si (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si) e determinar as curvas de resfriamento, que caracterizam a evolução térmica da solidificação;

- ✓ Determinar a partir das curvas de resfriamento as seguintes correlações: Posição da Isoterma Liquidus versus tempo ($P=f(t)$), velocidade da Isoterma Liquidus versus tempo ($V_L=f(t)$), velocidade da Isoterma Liquidus versus posição ($V_L=f(P)$), taxa de resfriamento versus posição ($\dot{T}=f(P)$), gradiente térmico versus posição ($G_L=f(P)$) e, finalmente o tempo de solidificação local versus posição ($t_{SL}=f(P)$);
- ✓ Analisar metalograficamente as amostras obtidas experimentalmente, objetivando a determinação macro/microscópica e quantificar os espaçamentos dendríticos, investigando a influência das variáveis térmicas nos espaçamentos dendríticos identificados;
- ✓ Realizar análises dos perfis de microsegregação das ligas binárias de alumínio silício e analisar o efeito da velocidade de solidificação nos perfis de microsegregação;
- ✓ Fazer ensaios de microdureza nas amostras de Al-Puro e das ligas Al-Si e analisar os efeitos das variáveis térmicas de solidificação na microdureza encontrada;
- ✓ Aplicar o processo de deformação severa (DPS), com o processo de (ECAP) em rota C com três passes consecutivos em amostras retiradas dos lingotes de Al-puro e das ligas Al-Si;
- ✓ Analisar as microestruturas e microdurezas encontradas após processo ECAP e analisar os efeitos das variáveis térmicas na microdureza encontrada após ECAP;
- ✓ Analisar as variações ocorridas na microestrutura e microdureza antes e após o ECAP.

2.3 Motivação

A importância do estudo de solidificação, se dá na premissa que em praticamente todos os metais mais utilizados na indústria passam por esse processo durante sua produção e o efeito sobre as características do material e seu processo de fabricação, implicam que suas propriedades químicas e físico-mecânicas são afetadas em maior ou menor grau de intensidade pela microestrutura obtida durante essa mudança de fase. No mercado das ligas fundidas não ferrosas, o alumínio tem grande importância como solvente, não obstante o silício um soluto de grande destaque, que origina as ligas binárias Al-Si, as composições ente 3% e 7%Si são amplamente utilizadas nas indústrias.

Um estudo das técnicas de deformação plástica severa (DPS) que são amplamente utilizadas na busca pelo refino da estrutura de grãos, que impactam nas propriedades mecânicas dos materiais metálicos, sendo utilizada a técnica de Prensagem por Canais Equiangulares

(ECAP), com bons resultados. É neste contexto geral que o presente trabalho foi desenvolvido com um estudo dos efeitos das variáveis térmicas do processo de solidificação sobre a microdureza resultante de materiais fundidos e submetidos ao (ECAP), permitiu obter conhecimentos que serão de grande interesse da comunidade científica e industrial.

CAPITULO III

3 Revisão bibliográfica

O presente capítulo visa fazer uma ampla pesquisa em literaturas existentes, visando um melhor entendimento do processo de solidificação unidirecional em regime transitório, e os fenômenos inerentes envolvidos neste processo. Também será discutido a importância da aplicação da técnica de deformação plástica severa, e em particular o processo de deformação por Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP), o seu refino microestrutural e suas consequências sobre as propriedades mecânicas dos materiais metálicos.

3.1 Aspectos Relacionados à Solidificação

A solidificação é um fenômeno de transformação de fases bastante comum e associado à nossa rotina diária, desde a simples produção de cubos de gelo até o manuseio de utensílios e componentes, os quais, quase que invariavelmente, passaram por um estágio de solidificação durante a sua fabricação. Na história da humanidade, a fundição de peças de materiais metálicos pode quase ser considerada uma tecnologia pré-histórica, mesmo sabendo-se que os primeiros registros arqueológicos surgiram razoavelmente tarde. Uma análise global dos atuais processos de manufatura de peças e componentes metálicos mostra que, com exceção dos artigos

produzidos por técnicas de metalurgia do pó, todos os demais passam, pelo menos uma vez, pelo processo de solidificação (GARCIA, 2007).

As estruturas que se formam 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 a 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, isso não ocorre exatamente na prática. Mesmo que determinados defeitos desapareçam numa visão macroscópica com o processo de deformação, geralmente a maioria deles ainda persiste até o produto acabado.

As características mecânicas desse produto dependem do tamanho do grão, espaçamentos dendríticos, espaçamentos lamelares ou fibrosos, das heterogeneidades de composição química, do tamanho, forma e distribuição das inclusões, das porosidades formada etc. Todos esses aspectos da microestrutura dependem fortemente das condições de solidificação, desde o início do processo com o metal no estado líquido até o produto final, conforme mostra o esquema da Figura 1.

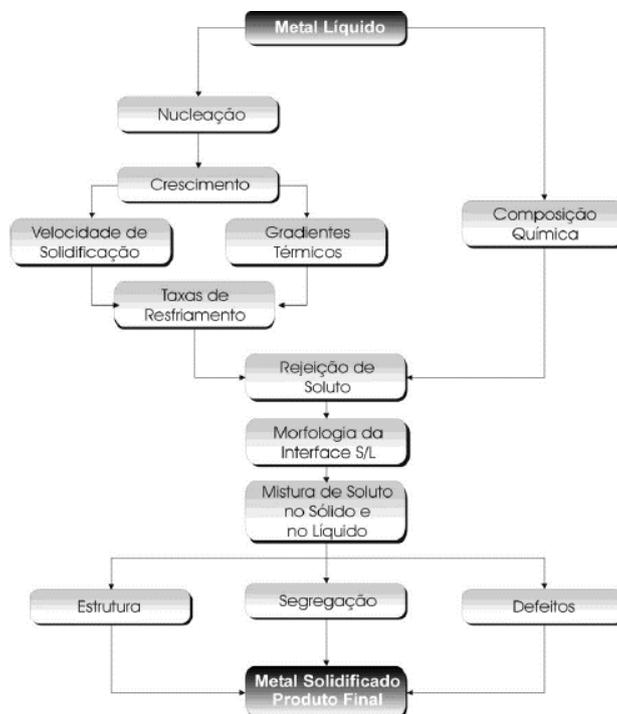


Figura 1: Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal (GARCIA, 2007)

Uma vez fixada a composição química da liga metálica, a dinâmica do processo de solidificação é que se encarregará de determinar a microestrutura resultante. A temperatura de vazamento (T_v) do metal líquido surge como a primeira variável de influência juntamente com a intensidade das correntes convectivas durante o preenchimento do molde. O molde, por sua vez, além de conferir forma a peça, atuará como absorvedor de calor responsável pela extração de calor do metal, garantindo a transformação do líquido em sólido. Dependendo da capacidade de absorção de calor pelo molde, o processo desenvolver-se-á com maior ou menor rapidez com influência direta na nucleação e nas variáveis térmicas do processo (GOULART, 2005).

A termodinâmica do processo irá impor uma rejeição de soluto ou de solvente que dependerá da posição relativa da liga no respectivo diagrama de fases e que terá, como consequência, um movimento de espécies associado à transferência de calor. Essa conjunção de transferência de massa e calor irá impor condições que determinarão a morfologia de crescimento e conseqüentemente o arranjo microestrutural. Essa microestrutura resultante associada à distribuição de defeitos e heterogeneidades químicas, é que definirá o perfil de características mecânicas e químicas do produto solidificado. A Figura 2 mostra uma representação esquemática de uma microestrutura com os elementos resultantes da solidificação.

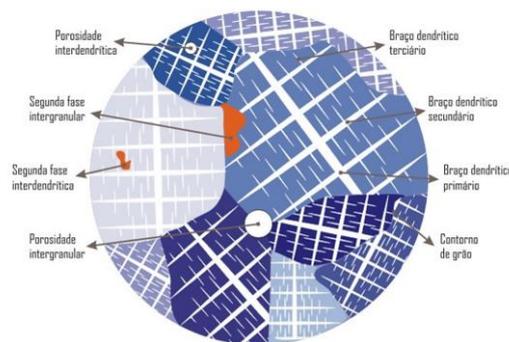


Figura 2: Representação esquemática de microestrutura de fundidos (ROSA, 2007).

Para as indústrias, o conhecimento das influências que as variáveis térmicas têm sobre a formação das estruturas solidificadas, permite estabelecer parâmetros de controle nas rotinas dos processos de fundição ou no planejamento prévio da produção, uma vez que essas estruturas determinam a qualidade dos produtos acabados e podem reduzir os custos de produção (CARVALHO, 2013).

A formação dessas estruturas depende das condições de extração de calor consideradas durante o processo de solidificação sendo função, portanto, dos métodos utilizados para

solidificar o metal e das características termo físicas específicas do material metálico empregado, podendo ou não estar presentes em um caso particular.

3.2 Nucleação

O processo de solidificação em metais pode ser dividido em duas etapas sucessivas, nucleação e crescimento. Sendo, nucleação o modo como são formados núcleos de cristais estáveis de fase sólida. Esta etapa ocorre quando a energia cinética de vários átomos do metal fundido atinge um valor suficientemente baixo, permitindo que eles ocupem posições na rede do metal formando os embriões. Se as condições termodinâmicas forem favoráveis, os embriões transformam-se em pequenos núcleos. Enquanto, a etapa de crescimento ocorre quando os núcleos continuam a crescer à medida que prossegue a extração de calor. A referida nucleação pode ser classificada como homogênea e heterogênea (ARANGO, 2009).

A solidificação de metais ocorre através de um processo de formação de embriões, que são candidatos a núcleos, quando suas características são compatíveis e propensas a nuclearem, iniciará o crescimento dos núcleos. Após a nucleação, o crescimento da fase sólida ocorrerá a partir da transferência de átomos da fase líquida para a fase sólida, através do avanço da interface sólido/líquido que formará uma estrutura específica de crescimento, que pode ser não-facetada, típica dos metais, ou facetada, característica dos materiais não metálicos e compostos intermetálicos (BRITO, 2016).

Nucleação homogênea ocorre quando não existe nenhum tipo de estimulante energético externo, tais como: filmes de óxidos, partículas de impurezas e paredes de molde, que possam contribuir energeticamente para a nucleação da fase sólida em meio à fase líquida. O primeiro núcleo formado só irá sobreviver se sua presença diminuir a energia livre total do sistema, por isso acredita-se que os núcleos formados através de nucleação homogênea possuem a forma esférica, já que a geometria esférica possui a menor relação superfície/volume. A nucleação homogênea raramente ocorre num banho metálico porque os agentes estranhos (estimulantes energéticos) quase sempre estão presentes. Enquanto que a nucleação heterogênea ocorre em banhos metálicos que apresentam estimulantes energéticos, tais como: aditivos, inoculantes, partículas de impureza e filmes superficiais de óxidos, que auxiliam a nucleação da fase sólida em meio à fase líquida. Devido à presença desses agentes estimulantes, a nucleação heterogênea se origina exatamente neles, possuindo o formato de uma calota esférica, como citado por (GARCIA, 2007; CANTÉ, 2009; TOMASZEWSKI, 2015).

Os dois tipos de nucleação são mostrados na Figura 3.

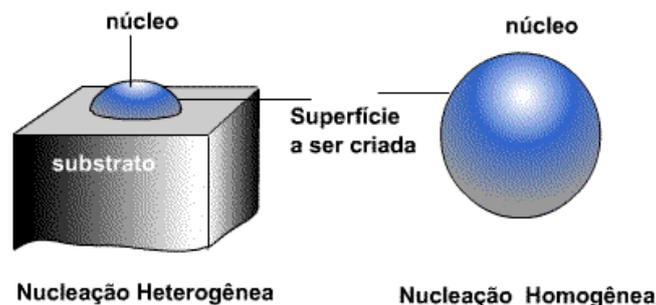


Figura 3: Nucleações homogênea e heterogênea (FERREIRA, 2005).

3.2.1 Crescimento

Uma vez consolidado o núcleo sólido, tem-se início a fase de crescimento que depende da facilidade com que os átomos se encontrem para ligarem-se à interface de crescimento, ou seja, depende da interface sólido/líquido em nível atômico. Destacam-se dois tipos de estruturas de interface conforme mostra o esquema da Figura 4, a interface rugosa ou difusa e a interface lisa ou facetada, (CHALMERS, 1964; FLEMINGS, 1974; CAMPOS FILHO, 1978; GARCIA, 2007).

A interface difusa caracteriza-se por uma faixa mista de regiões ordenadas e desordenadas entre o sólido e o líquido, onde a ordenação atômica aumenta em função do posicionamento correto dos átomos no reticulado e da liberação do calor latente do sistema. A interface facetada caracteriza-se como interface densamente compactada e plana em nível atômico, onde a transição sólido/líquido ocorre em uma pequena faixa de camadas atômicas.

A forma como os núcleos crescem em meio à fase líquida, durante a etapa de crescimento, depende da estrutura atômica da interface sólido/líquido, que será determinada pelas condições de solidificação impostas ao metal ou liga metálica. A evolução desta etapa dependerá da movimentação (difusão) de átomos entre as duas fases. De acordo com Chalmers (CHALMERS, 1964), a interface pode ser classificada em dois tipos, conforme Figura 4:

- a) Interface difusa, ocorre quando a região, interface, que separa a fase líquida (região totalmente desordenada atômica) da fase sólida (região ordenada atômica) é composta de partes ordenadas e desordenadas, tendo uma espessura aproximada de 50 átomos;

- b) Interface facetada, ocorre quando a região, interface, que separa a fase líquida da fase sólida é composta por no máximo 5 átomos alinhados.

Os dois tipos de interface de crescimento são mostrados abaixo.

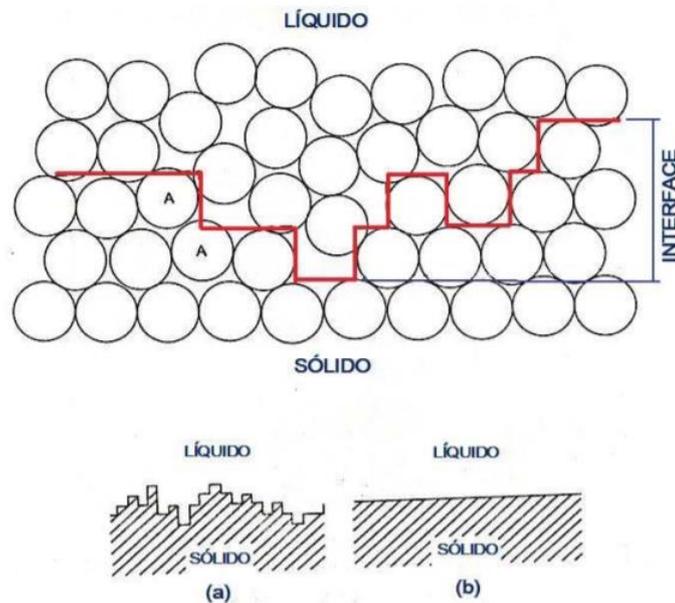


Figura 4: Os dois tipos de interfaces existentes entre as fases sólida e líquida (a) Difusa e (b) Facetada (GARCIA, 2007; CRUZ, 2008).

Em metais puros, o crescimento dendrítico ocorre devido ao super-resfriamento da fase líquida já que a interface sólido/líquido poderá percorrer uma larga faixa de líquido super-resfriado. Já metais impuros são menos susceptíveis ao super-resfriamento da fase líquida. Nestes casos a formação de estrutura dendríticas ocorre pela maior extração de calor, ou pela presença de solutos a frente da interface o que diminuiria a temperatura de solidificação. Desta forma a liga poderia ser considerada super-resfriada constitucionalmente devido ao acúmulo destes elementos na fase líquida (TOMASZEWSKI, 2015).

O processo de solidificação de ligas pode provocar uma redistribuição do soluto, que ocasiona uma instabilidade na interface sólido/líquido. Sendo o aparecimento do super-resfriamento constitucional, o primeiro efeito desta redistribuição de soluto. Numa condição onde não exista um super-resfriamento na fase líquida, ou seja, a partir da interface toda fase líquida encontra-se com temperatura acima da temperatura de fusão, variações locais na composição, associadas à redistribuição de soluto, podem proporcionar uma variação da temperatura de fusão, de região para região no líquido.

Nessas condições, parte do líquido pode ser super-resfriado constitucionalmente. Assim, o super-resfriamento é resultante das variações constitucionais ou composicionais no líquido. A existência desta região desse SRC provoca alterações na forma da interface sólido/líquido.

Onde no início tem-se o desenvolvimento de uma estrutura celular, a partir da interface plana, e conforme esta estrutura celular avança se torna instável e ramifica-se, dando origem à estrutura dendrítica (MEZA, 2012).

A composição do sólido que se forma à temperatura T_{liq} , difere da composição original do líquido e é dada por kC_0 . Nesse caso de $k < 1$, essa concentração é menor que C_0 e o soluto em excesso, $C_0(1 - k)$, é rejeitado na interface sólido/líquido. E não havendo tempo suficiente para que ocorra difusão desse soluto no líquido, esse acumulará junto a essa interface formando um perfil de soluto que tem seu ponto máximo localizado exatamente na interface e que diminui progressivamente até a concentração uniforme do líquido, conforme esquema na Figura 5a. Ao perfil de acumulação de soluto no líquido corresponderá um perfil inverso de temperatura *liquidus*, pois T_{liq} diminui à medida que a concentração de soluto aumenta, conforme mostrado na Figura 5b. Esse acúmulo de soluto exige em contrapartida que ocorra difusão no líquido para que haja continuidade do crescimento, ainda em 5b, temos uma região sombreada na qual o líquido à frente da interface encontra-se a temperatura reais T_{R2} abaixo do perfil de temperatura *liquidus*, estando conseqüentemente super-resfriado pelo efeito constitucional ou SRC.

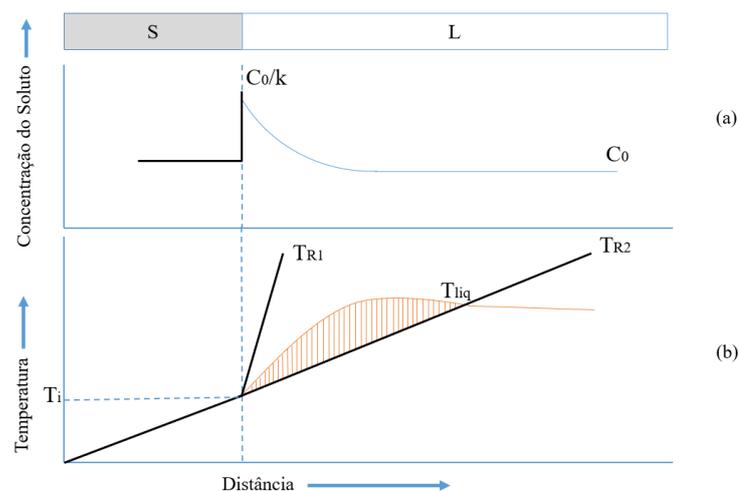


Figura 5: Indicação da região com SRC: (a) Perfil de acumulação de soluto à frente da interface S/L; (b) Perfil inverso de temperatura *liquidus* (CRUZ, 2008).

Goulart (GOULART, 2005), em seu estudo abordou as formas de crescimento dendrítico são bastante variadas. Normalmente, cada dendrita ramificada cresce de um único núcleo e possui uma única orientação. Mudanças de orientação podem ocorrer durante o crescimento, devido fatores como turbulência do líquido, direção do fluxo de calor, presença de impurezas no líquido etc.

3.3 Estruturas de Solidificação

Para Garcia, (GARCIA, 2007), qualquer processo baseado na solidificação de um metal com o objetivo de produzir uma peça sólida, deve atender certas exigências, que dependem de sua aplicação futura, e que decorrem de aspectos estruturais e geométricos. Sabe-se que as propriedades finais do fundido dependerão da estrutura solidificada, por consequência de diversos fatores do processo que a controlam, como o fluxo de calor do metal líquido, propriedades químicas e termo físicas, condições de vazamento e propriedades do sistema de solidificação.

Em seu estudo, Martorano, (MARTORANO, 1998), identificou que de modo geral, as substâncias podem assumir três estados físicos de agregação atômica: gasoso, líquido e sólido. Do estado sólido, por aquecimento, passa-se para o estado líquido, mudança conhecida como fusão, que ocorre em uma única temperatura para metal puro e geralmente em um intervalo de temperatura para ligas metálicas. O caminho contrário ao da fusão é conhecido por solidificação e pode ser entendido como sendo a mudança do estado líquido para o estado sólido de uma substância. Essa mudança se dá com o aparecimento de pequenas partículas da nova fase sólida, que crescem até que a transformação se complete. O aparecimento e o crescimento dessas partículas sólidas caracterizam o modo de formação da microestrutura em metais e ligas metálicas em momentos sucessivos de tal modo que aspectos cinéticos, térmicos, químicos e termodinâmicos estão fortemente relacionados.

A estruturas de solidificação podem ser subdivididas em: macroestruturas e microestruturas. Torna-se importante salientar que se denominam macroestruturas as formações morfológicas estruturais que são observadas e avaliadas a olho nu, ou com auxílio de aumento óptico em até 10 vezes, após preparo e ataque químico da superfície a ser observada. As microestruturas, no entanto, só são efetivamente observadas por intermédio de aumentos ópticos de no mínimo 10 vezes em microscópios ópticos e avançando na observação nanométrica com auxílio da microscopia eletrônica (MOUTINHO, 2012), conforme Figura 6.

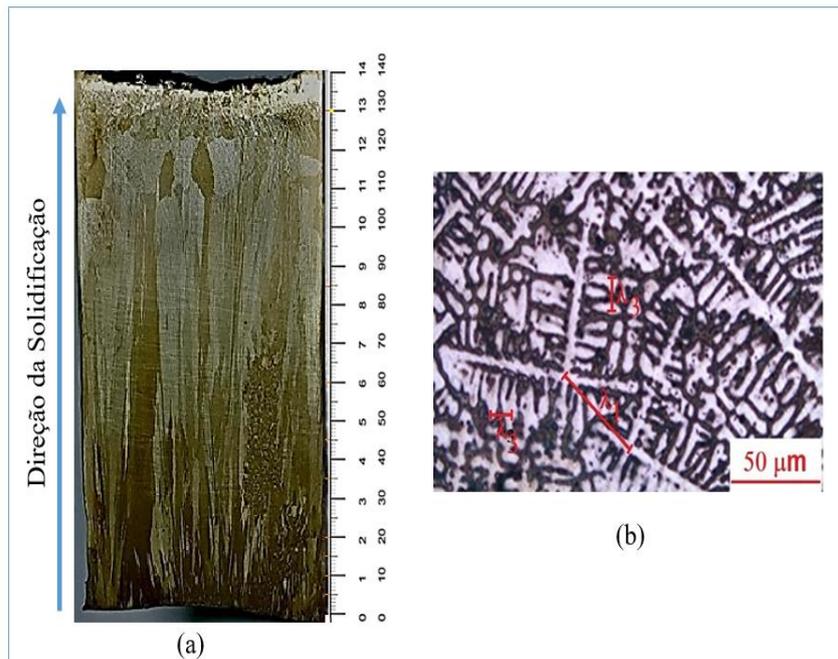


Figura 6: (a) Macroestrutura de liga Cu-20%Sn (PARADELA, 2020), e (b) Microestruturas de liga Al-5%Si, (JUNIOR, 2019).

3.3.1 Macroestrutura Bruta de Solidificação

Em seu estudo, Kurtz (KURTZ, 1998), identificou que de acordo com as dimensões, distribuição e orientação do grão formado é possível descrever a morfologia e influência dos parâmetros térmicos sobre cada região ao longo do lingote. A primeira região formada durante a solidificação é a zona coquilhada, que corresponde a grãos finamente dispersos formados a partir do contato do líquido vazado com a lingoteira fria e com o contato, o metal é rapidamente super-resfriado, originando a nucleação intensa de grãos cristalinos aleatoriamente orientados. A segunda região, zona colunar da macroestrutura é gerada a partir do crescimento de grãos formados na zona coquilhada orientados de forma mais coincidente com a direção de extração de calor. Com a diminuição da taxa de resfriamento, o processo de nucleação diminui e os grãos formados passam a crescer em direção ao metal líquido. Aqueles grãos que estão orientados perpendicularmente às paredes do molde, na direção de extração de calor, crescem mais rapidamente, aumentando sua seção transversal à medida que se afastam das paredes. Esse crescimento limita grãos orientados em direções contrárias a extração de calor.

A evolução de grãos colunares pode ser interrompida pelo super-resfriamento da região central do lingote, que pode ocorrer tanto por efeitos térmicos quanto constitucionais que condicionam temperaturas abaixo da linha *liquidus*. Esse resfriamento inicia o crescimento de cristais sem orientação preferencial conhecidos como equiaxiais e que dão origem a zona

equiaxial central. Portanto, o surgimento de grãos equiaxiais exerce crescimento competitivo em relação aos grãos colunares. Cristais equiaxiais pequenos e pouco numerosos serão absorvidos pela frente colunar, originando grãos colunares dendríticos ou celulares. No entanto, a zona equiaxial é capaz de bloquear o crescimento colunar se houver certo grau de super-resfriamento com elevada nucleação.

3.3.2 Zona Coquilhada

A zona coquilhada é formada por uma camada de grãos cristalinos com orientações aleatórias, normalmente de pequenas dimensões, localizados junto às paredes do molde, resultado do primeiro contato do metal líquido com o molde frio no vazamento. As altas taxas de resfriamento obtidas irão provocar uma rápida diminuição local da temperatura e favorecer uma nucleação intensa de grãos. Esse decréscimo de temperatura ocasionará um super-resfriamento térmico; com isso, os primeiros grãos cristalinos começam a se desenvolver de forma e tamanho pequenos, quase sempre uniformes, constituindo uma fina camada de grãos de crescimento aleatório junto às paredes do molde (PERES, 2005). O tamanho dessa zona depende de uma série de fatores dentre os quais pode-se citar as propriedades termo físicas do material do molde, o coeficiente de transferência de calor metal/molde e a temperatura de vazamento do metal líquido (GARCIA, 2007).

3.3.3 Zona Colunar

A zona colunar é constituída por grãos alongados e alinhados paralelamente à direção do fluxo de calor, ou seja, normais às paredes do molde. Inicia-se a formação desta zona pelo crescimento dos grãos formados a partir dos núcleos oriundos do rápido resfriamento do líquido nos instantes iniciais da solidificação, e que apresentam direção cristalográfica favorável ao crescimento no sentido contrário da extração de calor. Esses núcleos tendem a crescer mais rapidamente que os outros, bloqueando o crescimento dos demais grãos coquilhados. A Figura 7. mostra uma representação esquemática do crescimento dos grãos colunares a partir dos coquilhados. Os grãos assim formados são alongados e de dimensões bem maiores que os grãos da zona coquilhada, apresentando ainda direções cristalográficas fortemente orientadas, (CARVALHO, 2013).

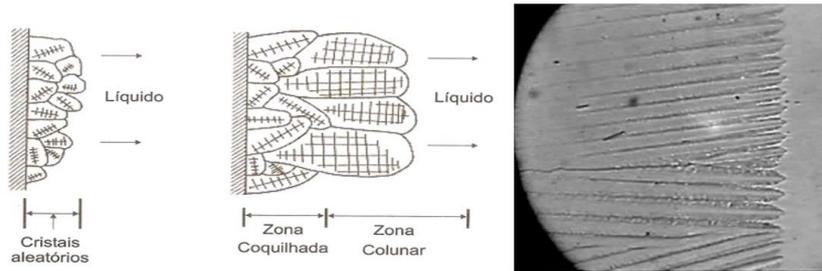


Figura 7: Representação esquemática do crescimento de grãos (KURTZ, 1998), adaptado.

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. O crescimento dos cristais colunares continua enquanto o calor é progressivamente retirado por condução através do sólido e conduzido ao molde, seu bloqueio pela zona equiaxial ocorre quando o líquido se torna super-resfriado tanto por efeito térmico quanto constitucional, fazendo com que os embriões de sólido ao surgirem cresçam aleatoriamente (GOULART, 2005).

3.3.4 Zona Equiaxial

A terceira zona macroestrutural é denominada de equiaxial, e é constituída por grãos cristalinos sem orientações preferenciais e de dimensões relativamente grandes quando comparados aos grãos coquilhados. Diferentemente do crescimento da zona colunar, a zona equiaxial é caracterizada por grãos que crescem com direções cristalográficas aleatórias. Os grãos equiaxiais podem surgir como decorrência de eventos isolados de nucleação, a partir da zona colunar ou da nucleação de cristais na superfície livre do líquido. Os núcleos geradores têm várias origens, mas só podem crescer após o líquido ter atingido temperaturas abaixo da *liquidus* (SPINELLI, 2005), a Figura 8, ilustra as zonas coquilhadas, colunar e equiaxial.

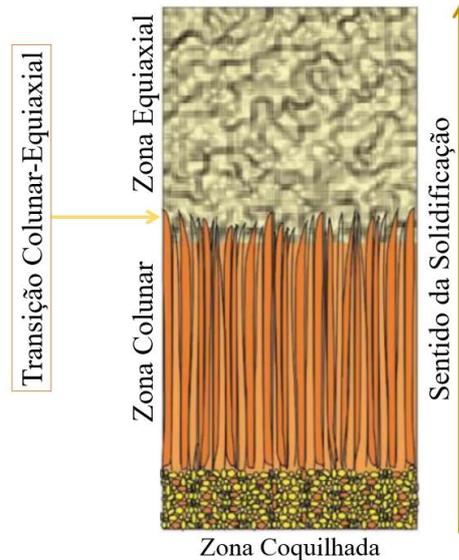


Figura 8: Macroestruturas de Solidificação (CRUZ, 2008)

3.3.5 Transição Colunar – Equiaxial

Como visto anteriormente, a macroestrutura de um metal solidificado pode apresentar 3 zonas distintas: coquilhada, colunar e equiaxial. Essa forma estrutural será plausível quando ocorrer à nucleação e crescimento de grãos equiaxiais à frente da interface zona colunar/líquido. O momento que ocorre um bloqueio da frente colunar pelos grãos equiaxiais é conhecido como transição colunar – equiaxial, (TCE), conforme Figura 8. Em sua tese Júnior (JUNIOR, 2019), verificou que a determinação da TCE é importante para o planejamento do processo e para que se possam projetar as propriedades mecânicas do produto final. A TCE ocorre através do bloqueio dos grãos colunares pela nucleação e crescimento dos grãos equiaxiais (GOULART, 2007).

Alguns dos fatores que influenciam no TCE, são:

- Super-aquecimento: quando não impede completamente a formação de zona equiaxial, pode retardar a TCE, aumentando, dessa forma, o comprimento relativo da zona colunar. O pré-aquecimento do molde pode provocar efeito semelhante;
- A capacidade de transferência de calor na interface metal/molde (h_i): valores de h_i mais elevados (maior troca térmica) influenciam no retardamento da TCE;
- A velocidade de solidificação: quanto maior for a velocidade de solidificação, mais favorável será o crescimento colunar;

- O gradiente térmico: quanto maior for o gradiente térmico, mais favorável será o crescimento colunar;
- Taxas de resfriamento: taxas de resfriamento elevadas favorecem o aumento da zona colunar;
- Convecção do metal líquido, natural ou forçado: quanto maior a convecção mais favorável é a formação da estrutura equiaxial;
- Tamanho do molde: quanto maior a secção transversal mais favorável é a formação da estrutura equiaxial (GOULART, 2005).

3.4 Segregação

Conforme analisado anteriormente, as propriedades finais dos materiais dependem da estrutura solidificada e, portanto, dos diversos fatores que a controlam. Um fenômeno comum durante a solidificação e que influencia intimamente as propriedades do material é a segregação, esta normalmente age deteriorando as propriedades físicas e químicas do material de forma localizada (GOULART, 2005; FERREIRA, 2005; BAPTISTA, 2018).

A segregação pode ser entendida como qualquer diferença de concentração produzida em relação a uma distribuição uniforme de elementos químicos. Ela manifesta-se em uma liga como resultado da rejeição de soluto ou impureza na fronteira sólido/líquido, seguida por sua distribuição durante a evolução da solidificação através do mecanismo de transporte de massa.

O líquido enriquecido de soluto pode movimentar-se por diferentes efeitos, tais como: movimento do líquido durante o preenchimento do molde; convecção causada por diferenças de densidade provocadas pela presença de diferenças de temperatura; convecção causada por diferenças de densidade decorrente de diferenças de composição no líquido; flutuação ou decantação de cristais em crescimento no líquido e movimento de líquido provocado por contrações térmicas ou volumétricas que acompanham a transformação sólido/líquido (DIAS FILHO, 2015).

A variação na distribuição da composição química a nível microestrutural, tal como dendritas e grãos, é referenciada como microsegregação. Normalmente, pode ser reduzida de maneira significativa por meio de tratamentos térmicos de homogeneização porque as distâncias desenvolvidas na microsegregação são de curto alcance, geralmente na ordem de 10 a 100 μm . Em contrapartida, a heterogeneidade química em nível macroscópico é definida

macrossegregação e dificilmente pode ser removida, pois suas distâncias normalmente variam da superfície ao centro da peça fundida, que dependendo do tamanho da peça, inviabiliza qualquer tipo de tratamento térmico de homogeneização (MOUTINHO, 2012).

Os diagramas de fases permitem a determinação do coeficiente de distribuição no equilíbrio em função da concentração de soluto e da temperatura. Para uma situação idealizada, onde as linhas *solidus* e *liquidus* são retas, conforme mostra a Figura 9a, o coeficiente de distribuição de soluto é constante. Embora seja uma simplificação, o fato de se considerar $k =$ constante, facilita as abordagens teóricas sem afetar significativamente as conclusões. No caso em que a solubilidade do soluto no sólido for menor do que no líquido, o coeficiente de distribuição de soluto será $k < 1$, na situação oposta, $k > 1$, conforme Figura 9b.

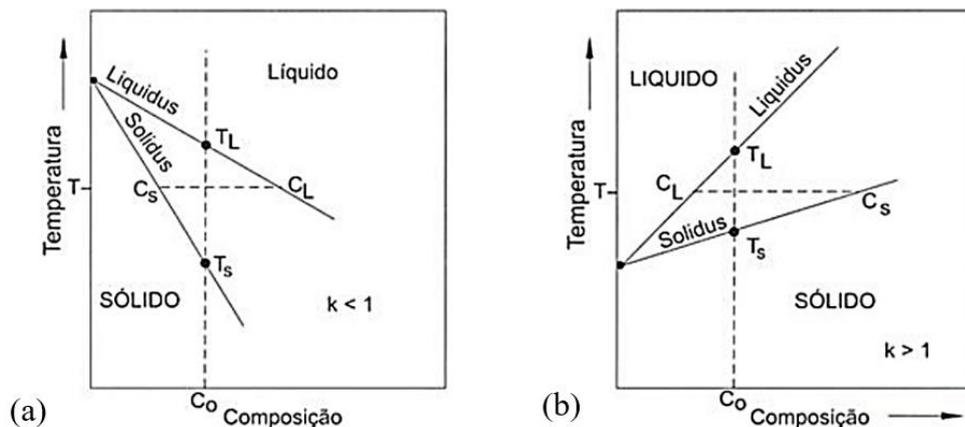


Figura 9: Representação esquemática do diagrama de equilíbrio de ligas binárias: (a) $k < 1$; (b) $k > 1$, (MARTORANO, 1998).

Analisando-se o resfriamento de um volume de líquido de composição nominal C_0 , verifica-se que ao se atingir a temperatura *liquidus*, o primeiro sólido a se formar apresenta uma concentração menor do que a concentração do líquido que o origina, rejeitando consequentemente o soluto $k < 1$, ou uma concentração maior que a nominal, rejeitando o solvente $k > 1$. Estas rejeições provocam um acúmulo de soluto ou solvente junto à interface sólido/líquido. As mobilidades destes constituintes, determinadas pela difusão no sólido e no líquido, pela convecção natural ou forçada no líquido, e pela condição em que se desenvolve a solidificação determinam a forma final do perfil de concentração de soluto no sólido formado.

3.4.1 Macrossegregação

A macrossegregação, como foi dita anteriormente, é uma segregação de longo alcance, que provoca uma composição química que difere da composição média do material; é causada pelo movimento de líquido ou de sólido que, através de mecanismos específicos, determina uma distribuição da composição de soluto ao longo do componente. As forças motrizes deste tipo de segregação são (OHNO, 2015): contração do volume específico do metal durante a solidificação; as diferenças de massa específica causadas pela formação de uma fase sólida ou por diferenças de composição; forças de origem externa ao sistema metal/molde, como por exemplo a ação de forças centrífugas ou a aplicação de campos eletromagnéticos, deformação da fase solidificada por ação de tensões térmicas ou de pressão e a formação de bolhas de gás (FERREIRA, 2004). A macrossegregação é avaliada normalmente pela relação apresentada na Equação 1:

$$\Delta C = C_s - C_0 \quad (\text{Eq. 01})$$

Onde C_0 é a composição inicial da liga e C_s é a composição média em determinado ponto após a solidificação. Pode também ser avaliada por um índice de segregação ou razão de segregação, dado pela Equação 2:

$$\frac{C_{\text{máx}}}{C_{\text{mín}}} \text{ ou } \left(\frac{C_{\text{máx}} - C_{\text{mín}}}{C_0} \right) \quad (\text{Eq. 02})$$

Em que, os subscritos representam composição máxima e mínima, respectivamente. Uma terceira e última forma de se quantificar a macrossegregação é pelo grau de segregação, dado pela Equação 3:

$$\frac{C_s}{C_0} \cdot 100 \quad (\text{Eq. 03})$$

A segregação é considerada positiva quando $C_s > C_0$, e negativa quando $C_s < C_0$.

A macrossegregação pode ser dividida em três categorias: segregação normal, segregação por gravidade e segregação inversa (SPINELLI, 2004). A macrossegregação normalmente é característica da solidificação no qual a interface sólido/líquido se desenvolve planamente. Para ligas com $k < 1$, caracteriza-se por concentrações iniciais abaixo da

composição nominal da liga e pelo acúmulo de soluto no final da solidificação na região central da peça ou lingote. A variação final da composição da superfície ao centro de um lingote que se espera no caso de segregação normal, está esquematizada na Figura 10.

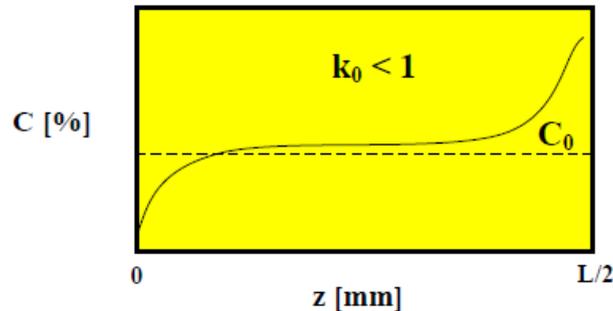


Figura 10: Variação final da composição de um lingote colunar após segregação normal (FERREIRA, 2004).

Quando constituintes líquidos ou sólidos se separam em função de diferenças de massa específica, provocam a formação de um tipo de segregação conhecida como segregação por gravidade. Essas diferenças de massa específica causam a flutuação ou a decantação de fases líquidas ou sólidas de diferentes composições. Ocorrendo, por exemplo, a formação de dendritas livres, sua massa específica em relação ao líquido em que estão contidas é que determina sua direção durante o movimento. Se esses grãos dendríticos apresentarem massa específica superior à do líquido, eles irão decantar, provocando a formação de uma zona de segregação negativa na base da peça ou lingote (para ligas com $k < 1$), uma vez que os cristais formados inicialmente têm menor concentração de soluto e darão origem a uma região de concentração menor que a média, Figura 11. Uma situação inversa ocorre com ligas antimônio-chumbo, onde os cristais primários ricos em antimônio ao nuclearem tendem a flutuar em função de seu menor peso específico em relação à do líquido a partir do qual são formados (FERREIRA, 2004).

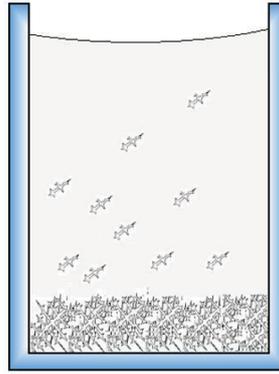


Figura 11: Segregação por gravidade devido a diferença de massa específica das dendritas e do líquido (MARTORANO, 2000).

Contrária à segregação normal, a segregação inversa é caracterizada por concentrações de soluto maiores que a composição nominal da liga nas regiões próximas da superfície, conforme esquema da Figura 12, é causada pelo movimento do fluxo de líquido interdendrítico em sentido contrário ao da evolução da frente sólido/líquido. Deste modo, sob determinadas condições de solidificação pode-se observar uma variação da composição média com a distância a partir da superfície da peça ou lingote. Para ligas com $k < 1$, espera-se que a última fração de líquido remanescente seja rica em soluto.

Entretanto, em condições de apreciável crescimento dendrítico, os canais interdendríticos contém líquido com elevada concentração de soluto devido a difusão lateral deste elemento constituinte da liga. Para a maioria dos metais, ocorre contração durante a solidificação e o líquido interdendrítico com elevado teor de soluto é compelido a escoar buscando regiões mais frias do sistema, ou seja, em direção a raiz das dendritas, produzindo concentração de soluto anormal nas regiões mais

externas do lingote. Esta condição é denominada de segregação inversa, porque a distribuição de soluto é oposta àquela esperada para a segregação normal onde o centro do lingote apresenta teores de soluto maiores que a superfície (BAPTISTA, 2018).

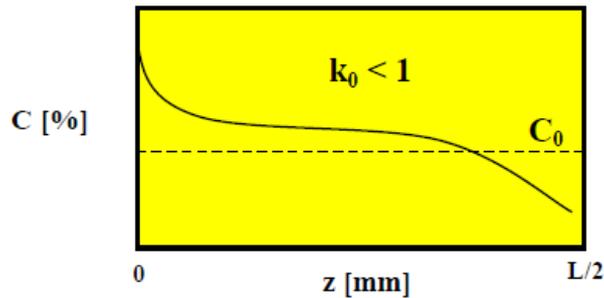


Figura 12: Variação final da composição de um lingote após segregação inversa (BURTON,1987).

3.4.2 Microsegregação

A heterogeneidade química que resulta da redistribuição de solutos durante a solidificação de uma liga metálica é conhecida como segregação. Se a segregação é numa escala dos braços das dendritas ou de alguns poucos grãos esta é chamada de microsegregação. Quando se discute microsegregação consideram-se escalas que variam de alguns milímetros a vários centímetros (BAPTISTA, 2018).

Os diagramas de fases expressam que um sólido e um líquido em equilíbrio em uma dada temperatura, em geral possui composições diferentes. As composições de equilíbrio tanto no sólido (C_S) como no líquido (C_L), normalmente oscilam em diferentes temperaturas (OHNO, 2015). Portanto uma definição do coeficiente de partição de soluto(k) entre o sólido e o líquido em uma dada temperatura como mostra a Equação 4.

$$k = \frac{C_S}{C_L} \quad \text{Eq. (04)}$$

Onde:

C_S = concentração de soluto na fase sólida; e

C_L = concentração de soluto na fase líquida.

A influência da convecção na distribuição de soluto no líquido durante a solidificação depende de dois fatores:

- Intensidade da movimentação do líquido;
- Taxa de resfriamento na solidificação, ou seja, velocidade de avanço da interface sólido/líquido.

Burton, (BURTON, 1987), analisou que na convecção natural, a intensidade depende das dimensões das amostras analisadas, diferenças de temperaturas no líquido, densidade do líquido e composição. Em contrapartida em altas taxas de resfriamento há uma diminuição do efeito convectivo na redistribuição de soluto. Burton, (BURTON, 1987), abordou o efeito da convecção no transporte de soluto no líquido durante a solidificação de interfaces planas, bem como no perfil final de macrossegregação de soluto e propuseram um modelo, chamado de camada estagnada, onde se assumiu que, próximo à interface sólido/líquido, existe uma camada de espessura δ no interior da qual o transporte de soluto ocorre apenas por difusão. No restante do líquido, a convecção foi assumida suficientemente elevada para manter homogênea a composição. O resultado final do modelo de camada estagnada, a Equação 5 proposta para prever o perfil de concentração de soluto no líquido.

$$(C_L - C_{is}) = (C_{iL} - C_{is})e^{-\left(\frac{V\delta}{D_L}\right)} \quad \text{Eq. (05)}$$

Sendo C_L a composição no líquido fora da camada de difusão, C_{is} a composição na interface do lado do sólido, C_{iL} a composição na interface do lado do líquido, δ a espessura da camada estagnada, V a velocidade de avanço da interface, D_L a difusividade de soluto no líquido.

O valor de k é calculado para uma condição de solidificação muito lenta, o que nem sempre acontece na prática. Devido a isto, o coeficiente é chamado então de k de equilíbrio, que representa o coeficiente de distribuição de soluto em condição de equilíbrio; que acaba por se tratar de um valor teórico, mas que se aplica às equações referentes ao processo de solidificação. Porém, a fim de se atingir melhores resultados, são propostos valores para o coeficiente de distribuição efetivo, K_{ef} , que representa a relação de C_s e C_L em diferentes momentos, e em função da velocidade de solidificação (V_L) durante o processo de solidificação, o que melhor representa a realidade.

Em sua pesquisa, Burton (BURTON, 1987) propõe a Equação 6 para cálculo do K_{ef} .

$$K_{ef} = \frac{K_{eq}}{K_{eq} + (1 - K_{eq})e^{-\left(\frac{V_L\delta}{D_L}\right)}} \quad \text{Eq. (06)}$$

Onde:

k_{eq} = coeficiente de distribuição de soluto em equilíbrio;

D_L = difusividade do soluto na fase líquida;

V_L = velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*;

δ = espessura da camada difusa de difusão do soluto segregado à frente a interface sólido/líquido.

A espessura da camada difusa de difusão do soluto segregado à frente a interface sólido/líquido. Deste modo, a espessura da camada difusa depende do coeficiente de redistribuição, do coeficiente de difusão do soluto na fase líquida e da velocidade de avanço da interface sólido/líquido, e o seu valor pode variar de 10^{-6} a 10^{-3} m, de acordo com Chalmers (CHALMERS, 1964). Sendo a influência da velocidade de avanço da interface sólido/líquido mostrada na Figura 13, onde é visto que o aumento da velocidade da interface S/L promove a diminuição da espessura da camada difusa, mantendo-se a difusividade do soluto e o coeficiente de redistribuição constante durante a solidificação.

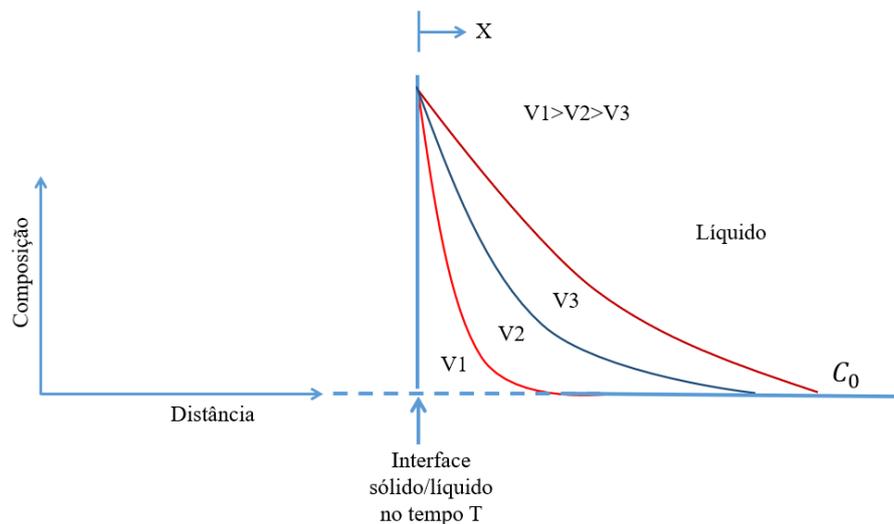


Figura 13: Perfil de concentração de soluto para diferentes velocidades de crescimento, (TOMASZEWSKI, 2015).

Durante o resfriamento de uma liga que atravessa o intervalo entre as temperaturas *solidus* e *liquidus*, o diagrama de fases indica que as composições de equilíbrio entre o sólido e o líquido variam (MARTORANO, 2000). Nos processos onde a solidificação ocorre através de uma interface dendrítica, a composição dos braços dendríticos podem variar do seu eixo até regiões dos braços vizinhos. Este tipo de variação microscópica em amostras brutas de fundição é chamado de microsegregação, segregação dendrítica. Por outro lado, as variações de composição média de regiões que podem abranger diversos grãos são chamadas de

macrossegregação. Estes dois tipos de variações estão normalmente sobrepostos na estrutura de um lingote.

3.4.3 Microsegregação Interdendrítica

A microsegregação é a segregação de curto alcance e refere-se à modificação de composição em função da rejeição de soluto entre ramificações celulares ou dendríticas. Este trabalho analisará o caso da microsegregação interdendrítica, que é baseado no estudo de (CRUZ, 2008). A análise é realizada nas amostras solidificadas com micrografias dendríticas, pois o soluto se distribui por todo o emaranhado da rede dendrítica. O modelo proposto por Scheil (GARCIA, 2007) permite quantificar o perfil de concentração de soluto no sólido considerando o caso de mistura completa no líquido e ausência de difusão no sólido. O soluto rejeitado durante a solidificação é homogeneamente distribuído no líquido, como se uma nova liga fosse formada com o avanço da frente de solidificação, até o limite definido pelo diagrama de fases, conforme a Equação 7.

$$C_s = kC_0(1 - f_s)^{(k-1)} \quad (\text{Eq. 07})$$

Onde C_s é a concentração de soluto do sólido na interface, a_t é um parâmetro da solidificação e f_s é a fração solidificada. Na prática, conforme Equação 8 a microsegregação é avaliada pelo índice de microsegregação (I_s), que é definido pela relação entre a concentração máxima de soluto ($C_{\text{máx}}$) e a correspondente concentração mínima de soluto ($C_{\text{mín}}$) após a solidificação, ou seja:

$$I_s = \frac{C_{\text{máx}}}{C_{\text{mín}}} \quad (\text{Eq. 08})$$

Quando, $I_s = 1$, o material é homogêneo e não apresenta indício de microsegregação, e quando difere consideravelmente da unidade significa que a microsegregação atuou de forma significativa sobre o sólido formado e vai influenciar suas características mecânicas.

3.4.4 Medida de microsegregação

Os procedimentos utilizados para a quantificação da microsegregação podem ser divididos em (TOMASZEWSKI, 2015); (BAPTISTA, 2018):

- Medida da fração volumétrica de segunda fase;
- Levantamento de perfis de concentração através dos braços dendríticos;
- Levantamento de perfis de concentração em função volumétrica acumulada de amostra; e
- Mapeamento bidimensional do campo de concentrações em uma estrutura dendrítica.

Para a realização de medidas de microsegregação existe um método proposto por (FLEMINGS, 1984) e vastamente utilizado por pesquisadores, (BURTON, 1987; MARTORANO, 2000; MOUTINHO, 2012), que consiste em selecionar possíveis caminhos para microanálise, conforme Figura 14. Esta técnica consiste em se varrer a amostra com o feixe de elétrons segundo caminhos retilíneos aleatoriamente posicionados, utilizando o sistema de varredura da microsonda eletrônica *line scan*.

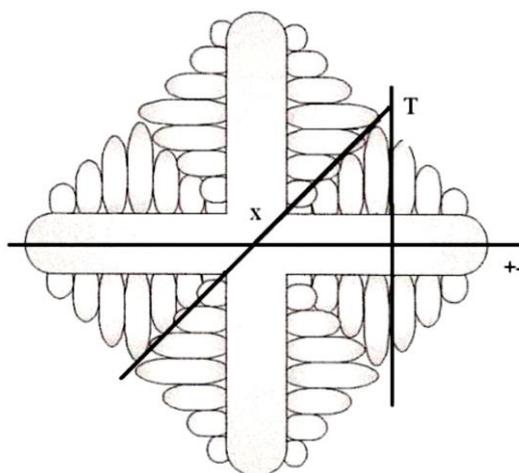


Figura 14: Caminhos de microanálises do tipo “T”, “X” e “+–”, desenvolvido por Kattamis (FLEMINGS, 1984) e adaptado por Martorano(MARTORANO, 1998).

No presente trabalho foi selecionado o caminho de microanálise do tipo “T” por ser mais adequado para a análise da microsegregação entre braços dendríticos, (GOULART, 2010).

3.5 Solidificação unidirecional

O fenômeno da solidificação pode ser investigado experimentalmente em função da direção na qual o fluxo de calor é extraído e do sentido de avanço da frente de solidificação. A solidificação unidirecional vertical, por exemplo, em condições transitórias, pode ser estudada considerando a direção do fluxo de calor extraído e o sentido de avanço da frente de solidificação que pode ser ascendente ou descendente (ARANGO, 2009).

3.5.1 Solidificação Unidirecional Vertical Descendente

A solidificação ocorre no mesmo sentido da ação da força da gravidade, com a força peso atuando no sentido de deslocar o lingote do contato com a base refrigerada. Isto proporciona, mais precocemente no processo, uma situação de maior resistência térmica à passagem de calor do lingote em direção ao fluido de arrefecimento, quando comparada com a solidificação ascendente. Nesse dispositivo há uma maior tendência de ocorrer convecção natural, em função do perfil crescente de temperatura no líquido na direção da base do lingote, que é isolada termicamente. Obviamente que, se o soluto rejeitado provocar um líquido interdendrítico de maior massa específica do que o líquido nominal ocorrerá também movimento convectivo provocado por diferenças de concentração (SPINELLI, 2005).

A representação do dispositivo é mostrada na Figura 15, e indica que o peso próprio do lingote atua no sentido de deslocar o mesmo do contato com a face refrigerada, desta forma, quando comparada à solidificação unidirecional vertical ascendente. Ainda, como neste tipo de dispositivo a base do lingote é isolada termicamente, o perfil de temperaturas no líquido é crescente em direção à base do lingote, o que possibilita a presença de movimento convectivo por diferenças de temperatura no líquido e também por diferenças de concentração caso o soluto rejeitado promova a formação de um líquido interdendrítico de maior massa específica do que o líquido nominal (FERREIRA, 2009)

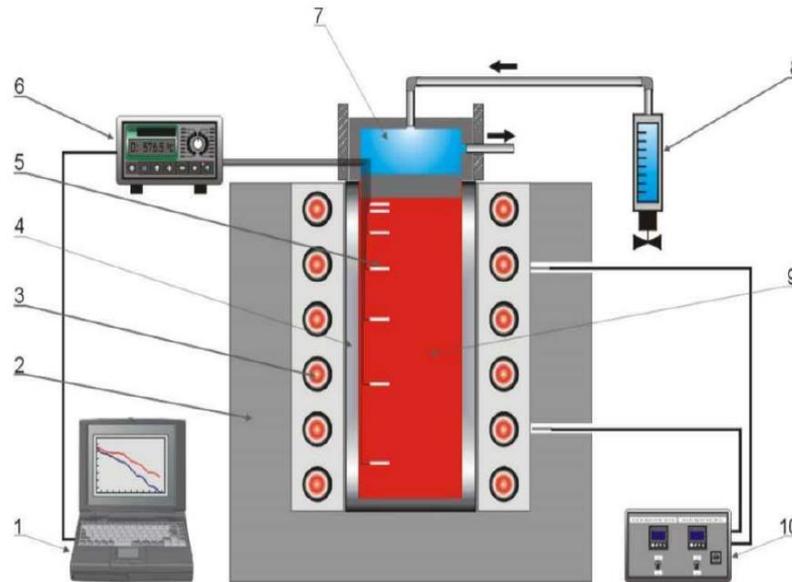


Figura 15: Desenho esquemático do dispositivo de solidificação unidirecional vertical descendente: 1) computador interligado ao sistema de aquisição de dados; 2) isolamento térmico; 3) resistências elétricas; 4) lingoteira; 5) termopares; 6) sistema de aquisição de dados; 7) câmara de arrefecimento; 8) controlador de fluxo de água do sistema de arrefecimento; 9) metal líquido; 10) controlador de temperatura (SPINELLI, 2004).

3.5.2 Solidificação Unidirecional Vertical Ascendente

Na solidificação unidirecional transitória ascendente, a arrefecimento do metal deve ocorrer na parte inferior da lingoteira, fazendo com que a solidificação se processe na forma vertical e de baixo para cima, ou seja, no sentido contrário da ação da gravidade, produzindo um perfil crescente de temperaturas no metal líquido em sentido ascendente, forçando o líquido mais denso a localizar-se junto à fronteira de transformação sólido/líquido, minimizando as correntes convectivas tanto por diferença de temperatura quanto por diferenças de concentração (GRUGEL, 1993).

A transferência de calor ocorre essencialmente por condução térmica unidirecional, o que permite uma análise experimental e cálculos teóricos isentos de convecção natural. Como o soluto é rejeitado na frente de solidificação, dependendo do par soluto/solvente, pode ocorrer a formação de um líquido interdendrítico mais denso que o restante do volume global de metal líquido, garantindo assim, do ponto de vista de movimentação de líquido, a estabilidade do processo de solidificação (MOUTINHO, 2011).

Para exemplificar a transferência de calor na solidificação de uma liga, pode ser considerada a situação física mostrada na Figura 16.

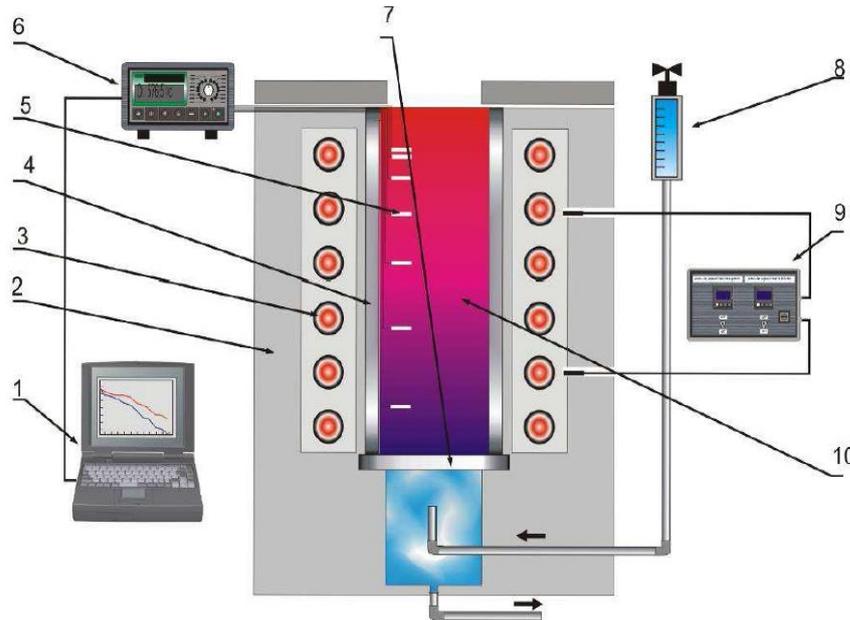


Figura 16: Representação esquemática do dispositivo experimental unidirecional ascendente: (1) Computador e software de aquisição de dados; (2) Camada cerâmica isolante; (3) Resistências elétricas; (4) Lingoteira; (5) Termopares; (6) Registrador de dados; (7) Base extratora de calor; (8) Rotâmetro; (9) Controlador de potência; (10) Metal líquido, (MEZA, 2012).

3.5.3 Solidificação Unidirecional Horizontal

Esta configuração é sem dúvida a mais complexa sob o ponto de vista de determinação das variáveis térmicas de solidificação. O processo pode ser conduzido de duas formas distintas: a partir do vazamento do metal líquido dentro do molde isolado termicamente nas laterais e com remoção de calor por apenas uma das extremidades através de um bloco maciço metálico ou de uma câmara de arrefecimento, ou através de sistema semelhante, porém que permita fundir o metal em seu interior até que uma determinada temperatura seja alcançada, a partir da qual a arrefecimento se inicia promovendo a solidificação (SILVA, 2007).

No primeiro caso, a turbulência do vazamento induz correntes de convecção forçada que levam algum tempo para se dissipar e agem com intensidades diferentes ao longo da seção do lingote (SANTOS, 2006). Na segunda situação, a solidificação unidirecional é garantida devido a maior estabilidade em relação ao movimento do metal líquido, já que o metal funde no interior da lingoteira. Entretanto, é importante ressaltar que não se podem garantir as mesmas

variáveis térmicas de solidificação ao longo de diferentes seções horizontais da base ao topo do lingote, já que instabilidades térmicas e diferenças de densidade no líquido irão induzir correntes convectivas que serão diferentes ao longo destas seções (SPINELLI, 2005). A Figura 17 mostra um esquema de um dispositivo de solidificação unidirecional horizontal.

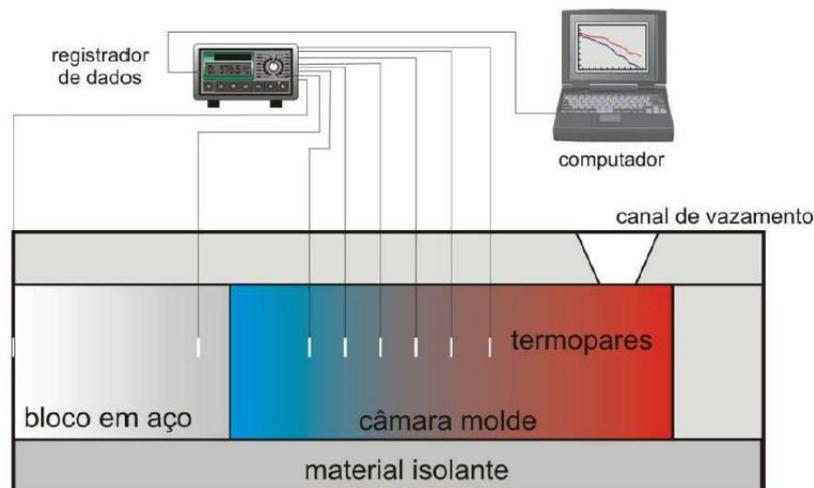


Figura 17: Dispositivo de solidificação unidirecional horizontal (SANTOS, 2006).

No presente trabalho, o aparato experimental deve ser montado de forma que o molde refrigerado fique localizado na parte inferior do molde, gerando com isso uma solidificação no sentido vertical ascendente. Com a solidificação evoluindo em sentido contrário ao da ação da gravidade.

3.6 Microestruturas de Solidificação

Nos processos de fundição e lingotamento, a morfologia de solidificação é tipicamente dendrítica e não se altera significativamente da superfície a outras posições da peça, exceto pelo tamanho dos espaçamentos dendríticos. A importância tecnológica desses processos justifica o intenso trabalho de pesquisa na busca de relações quantitativas entre parâmetros dos processos e os espaçamentos interdendríticos. Vários estudos foram realizados com as microestruturas brutas de solidificação de ligas binárias com o objetivo de se estabelecer correlações teóricas/experimentais entre espaçamentos dendríticos e variáveis térmicas de solidificação (HUNT, 1979; SPINELLI, 2005).

Um modo conveniente e muito utilizado na determinação dos efeitos das condições de solidificação, e conseqüentemente das variáveis térmicas, sobre a microestrutura formada, consiste na medida de espaçamentos intercelulares ou interdendríticos, ou seja, a distância entre

células (λ_c) ou braços dendríticos: primários (λ_1), secundários (λ_2) ou de maior ordem como os braços terciários (λ_3). É fato conhecido que os espaçamentos exercem uma influência significativa sobre as propriedades mecânicas de ligas em seu estado bruto de solidificação, já que espaçamentos menores permitem que a microestrutura seja caracterizada por uma distribuição mais uniforme da segregação microscópica que existe entre as ramificações celulares ou dendríticas, o que favorece o comportamento mecânico. Nesse sentido, é fundamental a determinação correta dos parâmetros que controlam esses espaçamentos durante a solidificação. As propriedades mecânicas de uma liga em seu estado bruto de solidificação dependem também do arranjo microestrutural que se define no processo de solidificação. Nessas condições, tamanho de grão, espaçamentos interdendríticos, forma, tamanho e espalhamento de eventual porosidade, produtos segregados e outras fases irão determinar o comportamento mecânico da liga representado por tensões e/ou deformações (CARVALHO, 2013).

Espaçamentos menores permitem uma distribuição mais homogênea de produtos de segregação, inclusões e poros que não possam ser completamente eliminados após a solidificação. Sabe-se que os espaçamentos celulares e dendríticos tendem a diminuir com o aumento da velocidade de solidificação e da taxa de resfriamento. Portanto, sistemas de solidificação que favoreçam essas condições contribuem na obtenção de produtos de melhor resistência mecânica. Há consenso na literatura quanto à influência do teor de soluto (C_0) nos espaçamentos dendríticos secundários, e que indica uma diminuição deste parâmetro estrutural com o aumento do conteúdo de soluto. Entretanto, existem controvérsias a respeito do efeito do teor de soluto nos espaçamentos dendríticos primários (BERTELLI, 2012).

As diferentes morfologias de estruturas formadas são fortemente influenciadas pela instabilidade causada por diferentes valores do SRC. Entretanto, a modificação morfológica da interface plana para a dendrítica não irá depender somente do gradiente térmico (G_L), ela está diretamente relacionada com a razão G_L/V_L , e na medida em que esse valor diminui a um fator crítico, a instabilidade da interface é inevitável e estruturas celulares e dendríticas serão formadas (KURTZ, 1998; FLEMINGS, 1984; MOUTINHO, 2012).

Dessa forma, a região super-resfriada constitucionalmente é estendida e a célula começa a se desviar da forma circular original, passando a apresentar uma configuração denominada de cruz de malta. Os espaçamentos dendríticos terciários fazem parte integrante da rede dendrítica, igualmente aos primários e secundários, e esses espaçamentos também exercem influência sobre as propriedades dos materiais fundidos. Atualmente, na literatura, não existem modelos teóricos, assim como são poucos estudos experimentais que visam a quantificação dos

espaçamentos dendríticos terciários (λ_3) em função de variáveis térmicas de solidificação (CARVALHO, 2013).

Após evolução para microestrutura dendrítica, os espaçamentos entre ramos primários e secundários também são condicionados por parâmetros térmicos da solidificação. Usualmente, os espaçamentos diminuem com o aumento da velocidade de solidificação (V_L) e da taxa de resfriamento (\dot{T}). Com isso, quando se busca melhor resistência mecânica associada à grãos mais refinados, o progresso da solidificação é controlado para obtenção destas condições térmicas (GOULART, 2005). A morfologia dendrítica é caracterizada por uma rede de ramificações no interior do grão que apresentam baixas concentrações de soluto no interior das ramificações e altas concentrações nos interstícios (para ligas com $k < 1$). Contornos de grão são regiões preferencias para surgimento de porosidades e precipitação de segundas fases, assim como bolhas de gases dissolvidos no metal líquido podem ser aprisionadas na região interdendrítica (KURTZ, 1998). A Figura 18. representa de forma esquemática as ramificações dendríticas presentes no interior do grão.

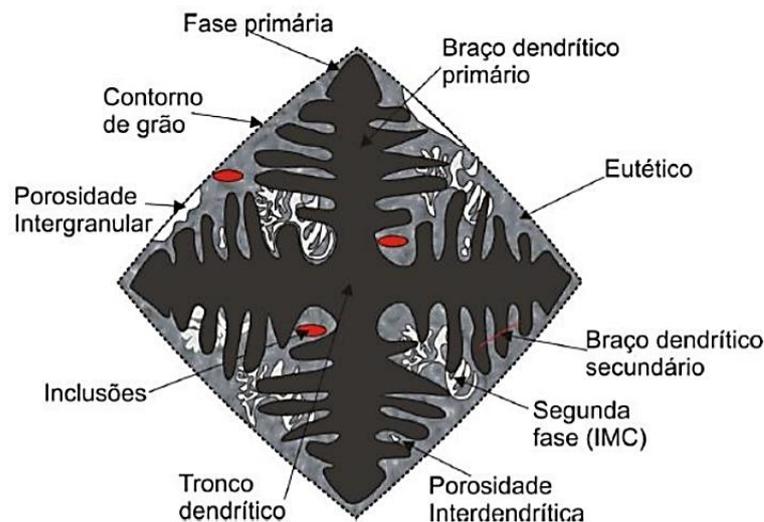


Figura 18: Representação de ramificações dendríticas no interior de grão solidificado (BRITO, 2016).

Ao crescer, esta protuberância rejeita soluto tanto longitudinalmente à frente da interface quanto lateralmente, e a sua concentração lateral é maior do que em qualquer outro ponto do líquido. Nessas condições, a protuberância adquire uma forma instável que se estende por toda a interface, que degenera de uma situação plana a uma morfologia celular. Desta forma, o crescimento de células regulares dá-se a velocidades baixas e perpendicularmente à interface sólido/líquido, e na direção de extração do fluxo de calor, sendo praticamente independente da orientação cristalográfica (PERES, 2004).

Com o aumento do grau de super-resfriamento constitucional, ocorrem instabilidades de maior ordem e a estrutura celular de forma circular passa para dendrítica, na forma de “cruz de malta”; com os ramos cristalográficos primários em direções cristalográficas próximas à direção do fluxo de calor, a rejeição de soluto promove o aparecimento dos braços secundários em direções perpendiculares aos ramos primários, conforme apresentado na Figura 19.

Quando na solidificação ocorre apenas uma pequena fração de super-resfriamento constitucional, a interface S/L, desenvolve uma morfologia celular. Entretanto, o aumento do grau de SRC, leva a uma instabilidade maior, ao invés de formar uma estrutura celular, isto leva então ao surgimento de uma estrutura ramificada com braços secundários e consequente braços terciários, o que caracteriza as redes dendríticas.

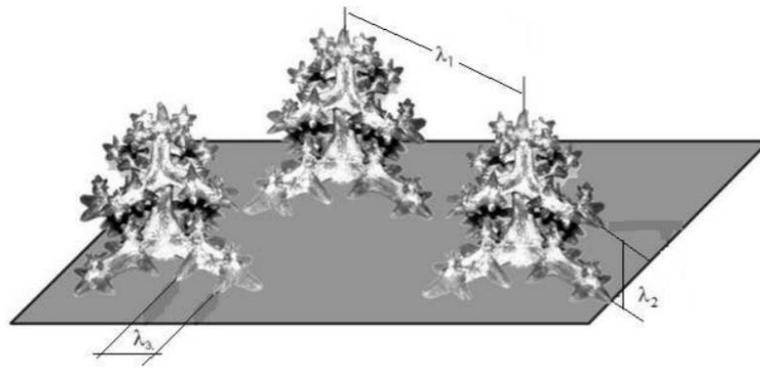


Figura 19: Esquema representativo dos espaçamentos interdendríticos primários (λ_1), secundário (λ_2) e terciário (λ_3) (ROSA, 2006).

As distâncias entre os centros de células e as ramificações, também denominadas de braços dendríticos são definidas como espaçamentos intercelulares e interdendríticos primários e secundários, esses parâmetros microestruturais quantitativos são utilizados na determinação dos efeitos das variáveis de solidificação sobre a microestrutura formada; e juntamente com os produtos segregados, porosidade e contornos de grão, constituem o arranjo estrutural responsável pelas características mecânicas resultantes do material.

3.6.1 Espaçamento Celular

A propagação da frente de solidificação ocorre com formatos intrínsecos das condições de crescimento. Se uma liga binária for solidificada com um grau maior de super-resfriamento constitucional, a frente sólido/líquido planar pode se desestabilizar favorecendo o início e o desenvolvimento do crescimento da frente na forma celular. Com o início do processo de instabilização da interface sólido/líquido ocorre a formação de uma protuberância que se projeta

a partir da interface no líquido super-resfriado, até um ponto em que o super-resfriamento seja apenas necessário para manter a força motriz do crescimento.

Ao crescer, esta protuberância rejeita o soluto e a concentração lateral da mesma é maior do que em qualquer outro ponto do líquido. Nessas condições, a protuberância adquire uma forma estável que se estende por toda a interface, que degenera de uma situação plana a uma morfologia celular. Portanto, o crescimento de células regulares dá-se a velocidades baixas e perpendicularmente à interface sólido/líquido e na direção de extração do fluxo de calor, sendo praticamente independente da orientação cristalográfica. Com o aumento do grau de super-resfriamento constitucional ocorrem instabilidades de maior ordem com surgimento de braços secundários que caracterizam a rede dendrítica (MOUTINHO, 2011).

3.6.2 Espaçamentos Dendríticos

Os espaçamentos dendríticos dependem das condições térmicas durante o processo de solidificação, e daí a importância de se poder contar com uma forma quantitativa que permita expressar essa interdependência. A taxa de resfriamento pode ser correlacionada com as variáveis térmicas da solidificação, como velocidades de deslocamento de isotermas características (V_L) e gradientes térmicos (G_L), que por sua vez estão relacionados com parâmetros operacionais como temperatura de vazamento (T_v) e coeficientes de transferência de calor nas interfaces metal/molde (h_i) e molde/ambiente (h_{amb}). É de se esperar que os espaçamentos primários dependam de variáveis térmicas de solidificação: G_L e V_L , ou do produto do gradiente pela velocidade de crescimento, ou seja, da taxa de resfriamento. De fato, os inúmeros trabalhos na literatura apontam para este sentido, com λ_1 sendo correlacionado com estas variáveis, tanto para situações de solidificação em condições transitórias quanto estacionárias de fluxo de calor (ROSA, 2007).

3.7 A Transferência de Calor na Solidificação

A solidificação de um material é fundamentalmente um processo de transferência de calor em regime transitório ou estacionário. Para que ocorra a solidificação é necessário que este libere determinada quantidade de calor latente ocasionando uma abrupta redução de energia, reduzindo as oscilações térmicas das moléculas e, conseqüentemente, tornando-se sólido (GOMES, 2013). Em indústrias, o entendimento aprofundado deste fenômeno é de vital importância, pois ele define as propriedades do material a serem produzidos e também quais são as variáveis que o regem.

A solidificação pode ser definida como o fenômeno de transformação da fase líquida para a fase sólida, sendo acompanhada pela liberação de calor latente, que decorre da troca de energia térmica através dos métodos de transferência de calor conhecidos, ou seja, condução, convecção, radiação e a transferência newtoniana. Sendo assim, é essencial a análise desses modos de transferência de calor durante o processo de solidificação, uma vez que através desta será possível determinar a distribuição de temperaturas no sistema metal/molde e a cinética de solidificação (CRUZ, 2008).

As características do material e o processo de solidificação influem significativamente na formação da macroestrutura, microestrutura e na formação dos possíveis defeitos. No aspecto experimental, a técnica da solidificação tem sido bastante utilizada em estudos de caracterização da macroestrutura, microestrutura e de análise da segregação (ARANGO, 2009).

A transformação líquido/sólido é acompanhada por liberação de energia térmica, com uma fronteira móvel separando as duas fases de propriedades termo físicas distintas, exposta na Figura 20. A análise da transferência de calor na solidificação apresenta essencialmente dois objetivos: a determinação da distribuição de temperaturas no sistema material/molde e a determinação da cinética da solidificação (LINS, 2009).

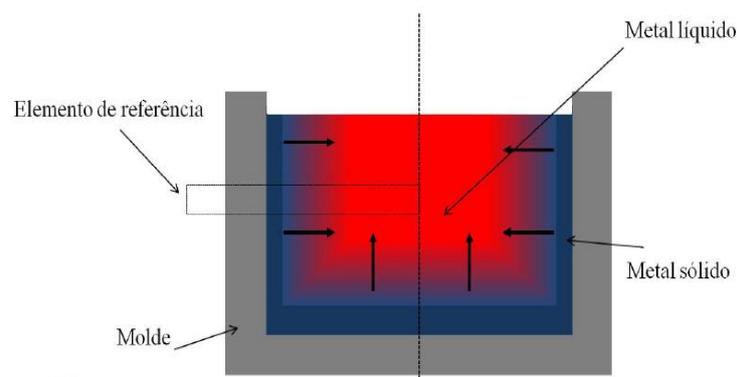


Figura 20: Elemento de referência representativo do sistema metal/molde, (BRITO, 2016).

Na Figura 20, podemos observar elementos importantes no entendimento da solidificação, como: o molde metálico importante na transferência de calor, o metal solidificado em torno do molde, a zona pastosa entre sólido e líquido, o metal ou fase líquida no centro do molde e o elemento de referência das análises das energias envolvidas.

A Figura 21 mostra um sistema do qual é extraído um elemento de referência representativo que exemplifica os principais modos de extração de calor: i) condução térmica no metal e no molde; ii) transferência newtoniana na interface metal/molde; iii) convecção no

metal líquido e na interface molde/ambiente; iv) radiação térmica do molde para o meio ambiente.

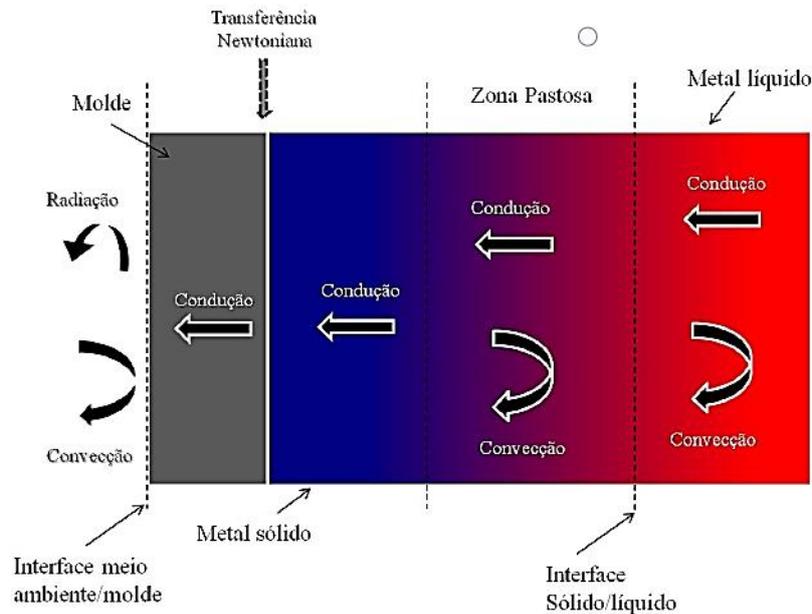


Figura 21: Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde durante a solidificação, (GARCIA, 2007), adaptado.

Sempre que existe uma diferença de temperatura em um meio, ou em meios diferentes, ocorre, necessariamente, transferência de calor (INCROPERA, 2003). Os três modos de transferência de calor existentes são: condução, convecção e radiação. A condução é o mecanismo pelo qual o calor é transferido internamente a um meio estacionário, molde ou metal submetido à solidificação, que pode estar sólido ou líquido. A convecção é a transferência de calor que irá ocorrer entre uma superfície e um fluido em movimento quando eles se encontram em temperaturas diferentes. Está relacionada com a perda de calor da superfície externa do molde ao meio ambiente, com a superfície do metal exposta ao ambiente e com as correntes convectivas surgidas no metal líquido devido à tendência de equalização da temperatura do metal líquido. A radiação está relacionada com a perda de calor do molde para o ambiente ou então do metal ao ambiente quando o mesmo se encontra exposto.

3.7.1 Condução de Calor

A condução térmica é o mecanismo que pode ocorrer em regime permanente ou em regime transitório, sendo o segundo com maior incidência. Mas o conhecimento do regime permanente, é essencial para a compreensão do regime transitório. Em suma a condução de calor se faz

presente em todas as fases do processo, como: meio líquido, na zona pastosa, no sólido e também no molde. O calor é conduzido, de acordo com a Equação 9.

$$q = \frac{K}{S} (T_L - T_0) \quad \text{Eq. (09)}$$

Onde q é o fluxo de calor [W/m^2], K é a condutividade térmica do material [W/mK], S é espessura da placa [m], e T_L e T_0 são as temperaturas nos dois extremos da placa [K].

Os esquemas das Figuras 22a e 22b, nos ajudam compreender a condução do calor por condução em regime permanente, que é condição necessária para o entendimento do regime transitório.

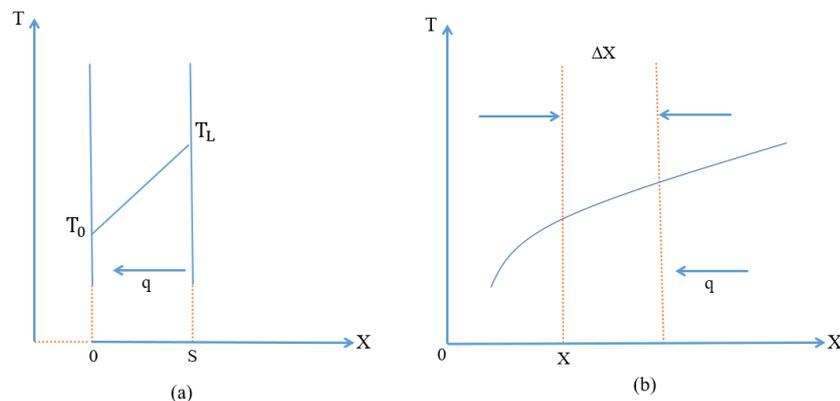


Figura 22: Perfil de temperaturas para condução de calor em regime: (a) Permanente e (b) Transitório (ARANGO, 2009).

Ainda na Figura 22b, quando o fluxo de calor por condução ocorre em condição transitória, a distribuição de temperaturas é não-linear. Onde Δx é o elemento de espessura e o calor conduzido para dentro desse elemento através da superfície em $x+\Delta x$ é menor que o calor conduzido para fora do elemento em x .

3.7.2 Convecção

A convecção está relacionada com as perdas de calor da superfície externa do molde ao meio ambiente, de superfícies do material livres do contato com as paredes do molde e sem proteção isolante e como também a tendência de equalização da temperatura dentro do material líquido.

A quantificação do fluxo convectivo é feita através da Equação 10.

$$q_c = h_c(T_s - T_0) \quad \text{Eq. (10)}$$

Onde T_s é a temperatura da superfície do sólido, e T_0 é a temperatura uniforme do fluido a uma certa distância da superfície, h_c é coeficiente de transferência de calor por convecção [$\text{W}/\text{m}^2\text{K}$], conforme expressa no esquema da Figura 23.

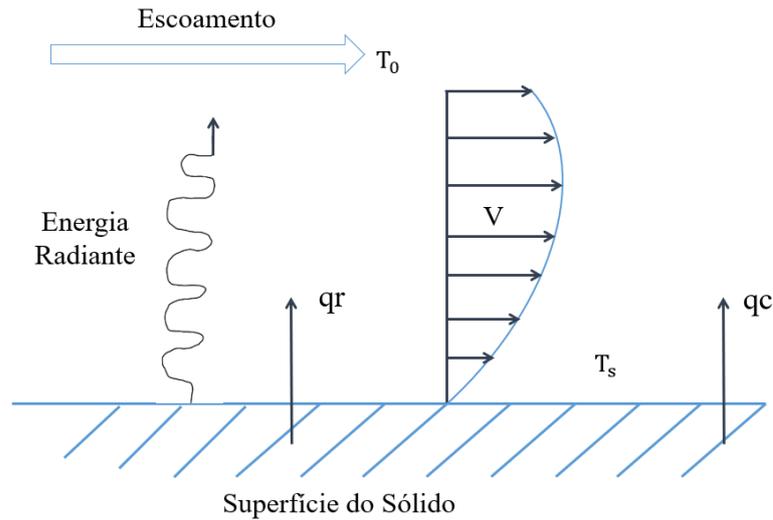


Figura 23: Troca de calor por convecção e radiação, (MOUTINHO, 2011).

3.7.3 Radiação

A condução e a convecção necessitam de um meio físico para o transporte de energia, mas a energia térmica pode também ser transferida no vácuo através de um mecanismo de radiação eletromagnética chamada de radiação térmica. O fluxo de calor nesta condição é quantificado pela lei de Stefan-Boltzmann. A Equação 11 confere.

$$q_r = \sigma \varepsilon (T_s^4 - T_0^4) \quad \text{Eq. (11)}$$

Onde σ é a constante de Stefan-Boltzmann de valor igual a $5,67 \times 10^{-8} \frac{\text{W}}{\text{m}^2} \text{K}^4$ e ε é a emissividade da superfície que relaciona a radiação de uma superfície cinzenta com a de uma superfície negra ideal.

3.7.4 Transferência Newtoniana

A solidificação é um processo que confere forma a um produto a partir do material no estado líquido, tem-se a necessidade de um recipiente que permita gerar a geometria desejada e que, ao mesmo tempo, extrair o calor liberado pela transformação líquido/sólido. Na transformação de metais, esses recipientes são os moldes ou lingoteiras. O material líquido, ao ser vazado, entra em contato com as paredes internas do molde e nessa fronteira metal/molde haverá uma resistência térmica de contato. (CRUZ, 2008).

A Figura 24 apresenta um esquema ilustrativo de um elemento de referência do sistema metal/molde durante a solidificação de um lingote, em que são mostrados os modos de transferência de calor que podem ocorrer ao longo da solidificação unidirecional, quais sejam:

- A condução térmica está presente no metal líquido e sólido, zona pastosa, e no molde;
- A transferência newtoniana na interface metal sólido e molde;
- A convecção no metal líquido, zona pastosa, e na interface molde/ambiente e
- A radiação térmica do molde para o meio ambiente.

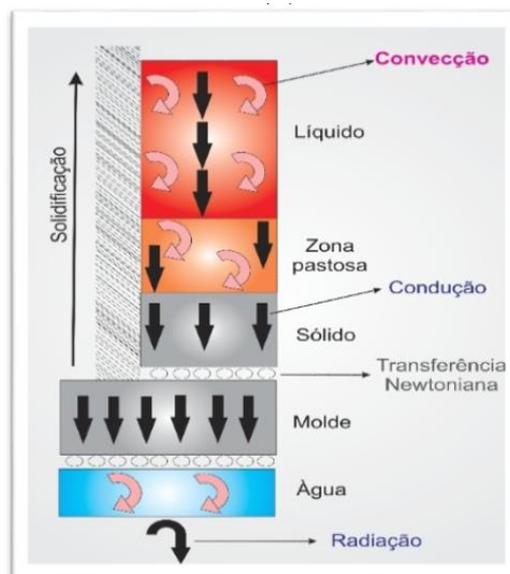


Figura 24: Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde durante a solidificação, adaptado de Garcia (GARCIA, 2007).

Em resumo, a transferência de calor que mais se apresenta é a condução, no meio líquido, na zona pastosa, e preferencialmente no sólido e molde, outra forma em destaque é a convecção, presente no meio líquido e zona pastosa, que nas solidificações unidirecionais ascendentes, buscamos diminuir essa forma de transferência de calor. Finalmente temos a transferência Newtoniana de calor na junção material/molde se dá por condução nos pontos de contato e através dos gases aprisionados pelos espaços criados, e também por convecção e

radiação entre as duas superfícies separadas. Newton então propôs que essas superfícies de separação fossem perfeitamente planas e paralelas, sendo esse espaço de preenchido por um certo gás. A importância e complexidade da análise da Transferência Newtoniana, exposta na Figura 25, têm uma ampliação em um ponto de contato metal/molde.

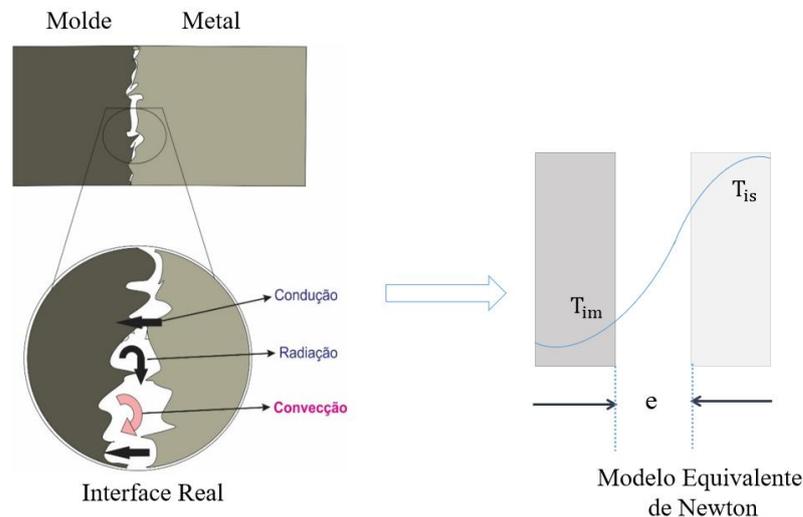


Figura 25: Modos de transferência de calor atuantes na interface metal/molde (GARCIA, 2007), adaptado.

3.8 Variáveis Térmicas

As técnicas de caracterização macroestrutural e microestrutural aliadas ao estudo dos fenômenos de transferência de calor e massa que ocorrem durante o processo de solidificação permitem avaliar a influência das variáveis térmicas na morfologia apresentada pelas estruturas brutas de solidificação, determinantes da qualidade dos produtos desenvolvidos, permitindo estabelecer métodos de programação prévia da produção. (MOUTINHO, 2011).

Nos processos de solidificação, as características mecânicas da peça vão ser fortemente influenciadas pela macroestrutura de solidificação que pode ser correlacionada com os parâmetros térmicos de solidificação que são: a velocidade de solidificação (V_L), os gradientes térmicos existentes no metal líquido (G_L) e as taxas de resfriamento (\dot{T}).

A determinação desses parâmetros através de métodos numéricos é consideravelmente complexa devido, principalmente, à contínua geração de calor latente na interface sólido/líquido e pelo movimento dessa fronteira, o que torna o problema não linear. Além disso, existem as complicações ocasionadas pela interface metal/molde, onde surge uma resistência à transferência de calor (CANTÉ, 2009). São comumente utilizados métodos experimentais para determinar esses parâmetros e, conseqüentemente, desenvolver e aferir modelos matemáticos

para representar o mais fielmente possível a realidade. Porém, apesar dos experimentos resumirem-se na medição da temperatura em diferentes pontos durante o processo de solidificação, há algumas limitações técnicas, principalmente para metais com alto ponto de fusão.

Na solidificação em regime estacionário, os valores de (V_L) e (G_L) são controlados independentemente e condições operacionais artificiais podem ser reproduzidas para estabilizar a interface planar. Por outro lado, em condições transitórias de extração de calor, esses parâmetros térmicos são interdependentes, ou seja, não podem ser controlados e variam continuamente ao longo do processo (PERES, 2005).

O controle da microestrutura durante o processo de solidificação é objeto de pesquisa por apresentar inúmeros desafios científicos, com também tecnológicos, sendo este fator essencial para qualquer desenvolvimento de uma aplicação. O tipo de microestrutura de solidificação que se forma na transição sólido/líquido depende de variáveis como o grau de super-resfriamento, o gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido, a velocidade da interface e a concentração de soluto. Uma interface plana, por exemplo, ocorre em situações de baixas velocidades de resfriamento (V_L), baixa concentração de soluto (C_0), baixo grau de super-resfriamento constitucional (SRC) e altas taxas de gradiente térmico (G_L), o que torna difícil obter essa estrutura em condições operacionais na maioria dos processos metalúrgicos (OSÓRIO, 2000). A Figura 26, mostra esquematicamente a influência dessas variáveis na microestrutura resultante.

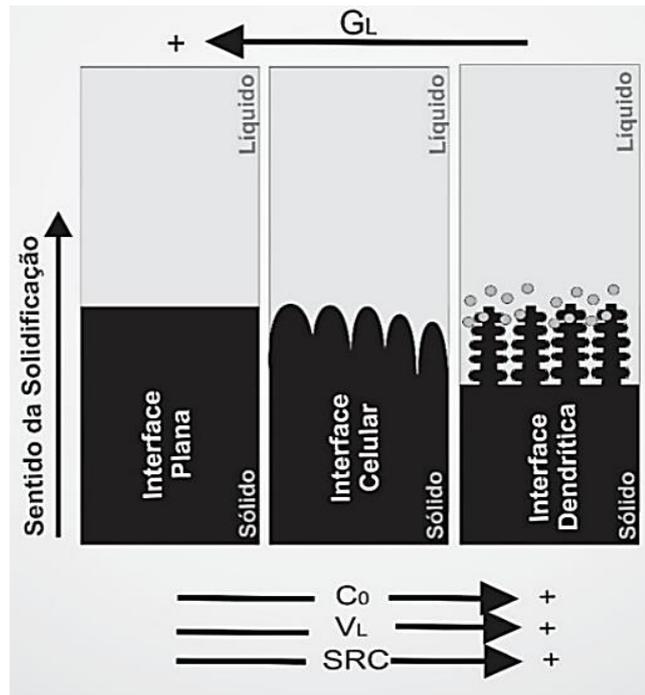


Figura 26: Influência das variáveis de solidificação na microestrutura resultante (BAPTISTA, 2018).

3.8.1 Velocidade da Isoterma *Liquidus*

A velocidade de solidificação refere-se ao deslocamento da interface sólido/líquido com relação ao tempo. Na obtenção experimental da função $P=f(t)$, em um processo de solidificação unidirecional, a velocidade do deslocamento da interface sólido/líquido é determinada através da derivada dessa função, Equação 12. Ao longo do processo de solidificação transiente ocorre a diminuição de V_L para as posições mais afastadas da superfície de extração de calor. Tal fato pode ser explicado em função do crescente aumento da resistência térmica da camada solidificada com a evolução do processo de solidificação. No esquema da Figura 27, podemos observar essa evolução (ARANGO, 2009).

$$V_L = \frac{dP}{dt} \quad \text{Eq. (12)}$$

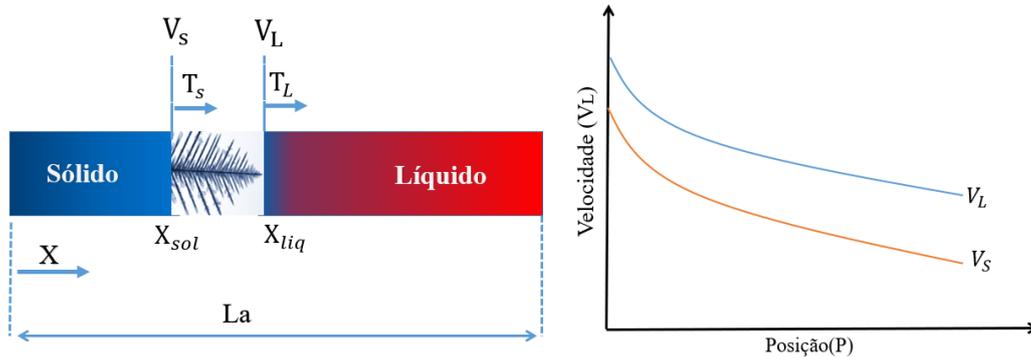


Figura 27: Desenho esquemático mostrando um gráfico da velocidade em função da posição e os deslocamentos das isothermas *solidus* e *liquidus* ao longo de um elemento de volume La : T_L - isoterma *liquidus*; T_S isoterma *solidus*. Adaptado de (BERTELLI, 2012).

3.8.2 Taxa de Resfriamento

O valor que remete a diminuição da temperatura em função do tempo é denominado taxa de resfriamento, ou a inclinação da curva de resfriamento no momento da passagem pela temperatura *liquidus*. Ela pode ser determinada pelo produto da velocidade de solidificação com o gradiente térmico local, (MEZA, 2012).

$$\dot{T} = V_L \cdot G_L \quad \text{Eq. (13)}$$

Essa expressão permite calcular as taxas de resfriamento no instante de solidificação para cada posição P . As figuras abaixo expressam o super-resfriamento.

Em seu artigo, Arango (ARANGO, 2012), abordou a técnica de análise térmica, que utiliza conceitos matemáticos como as derivadas ou inflexões nas curvas de resfriamento para interpretar os diferentes fenômenos que ocorrem durante a solidificação. A Figura 28 apresenta uma curva de resfriamento para uma liga Al-3%Si e a sua primeira derivada com as diferentes regiões onde acontecem os eventos:

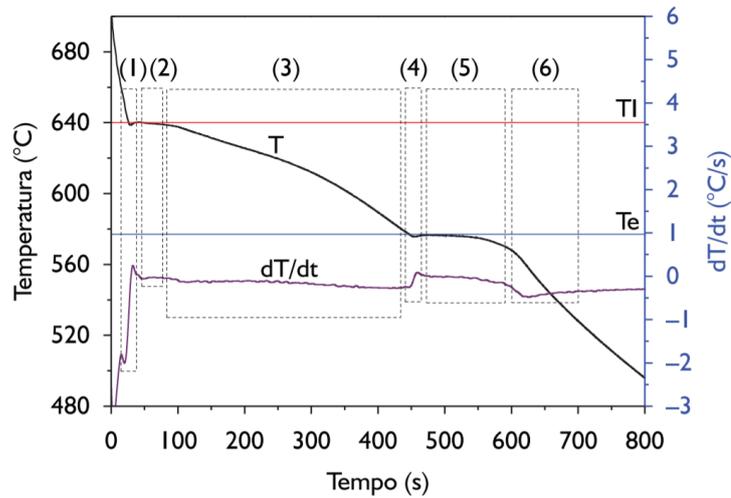


Figura 28: Curva de resfriamento típica e sua derivada (dT/dt) para uma liga Al-3%Si medida no centro de um lingote cilíndrico de 50 mm de diâmetro. A temperatura *liquidus* (T_L) e a da reação eutética (T_E) estão indicadas (ARANGO, 2009).

3.8.3 Gradiente Térmico

O gradiente térmico de solidificação é a diferença de temperatura que existe entre a interface já solidificada e o metal líquido logo a frente dessa interface. Em processos de solidificação unidirecional a existência de elevados gradientes térmicos favorece a formação de grãos colunares (MARTORANO, 2000). Sua determinação experimental pode ser feita através da diferença de temperatura, entre dois determinados pontos, relacionada com a distância desses pontos, de acordo com a Equação 14. Assim como na velocidade, os gradientes térmicos na frente de solidificação vão reduzindo para posições mais afastadas da superfície de extração de calor.

$$G_L = \frac{dT}{dP} \quad \text{Eq. (14)}$$

onde: G_L = Gradiente térmico local [$^{\circ}\text{C}/\text{mm}$],

dT = Variação de temperatura [$^{\circ}\text{C}$],

dP = Diferença de posição [mm].

Na Figura 29, mostra o esquema de liga, com os gradientes de temperaturas, nas fases *liquidus* e *solidus*.

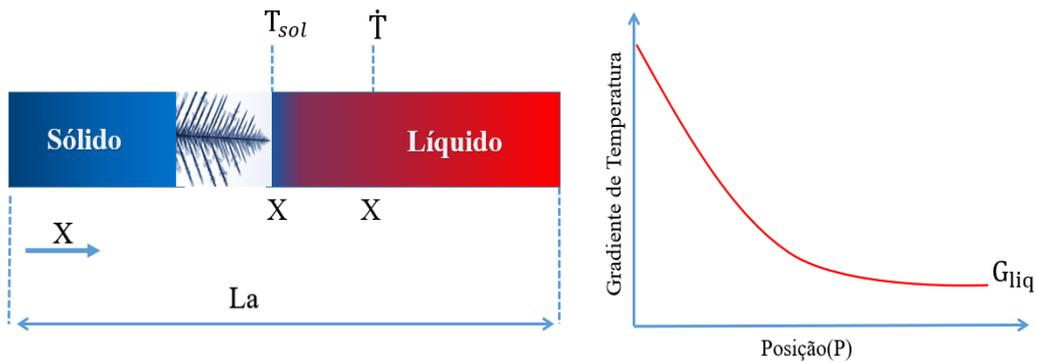


Figura 29: Desenho esquemático (a) mostrando o gradiente de temperatura entre dois pontos de um elemento de volume L , (b) gráfico do gradiente de temperatura à frente da isoterma *liquidus*, em função da posição. Adaptado de (BERTELLI, 2012).

3.8.4 Intervalo de Solidificação Local

Na maioria das situações práticas de solidificação ao invés de elementos puros, são utilizadas misturas de dois ou mais componentes na forma de ligas, o que permite ampliar o espectro de características físicas e mecânicas disponibilizando um elenco de opções mais amplo na seleção de materiais. Nessas condições é necessário considerar o equivalente do ponto de fusão para uma liga. Os intervalos de tempo gasto entre o início da solidificação até sua conclusão, ou seja, o intervalo de tempo entre a temperatura T_L até atingir T_S é conhecido como intervalo de solidificação local (OSÓRIO, 2000).

$$t_{sL} = \frac{\Delta T}{\dot{T}} \quad \text{Eq. (15)}$$

Onde: ΔT = diferença de temperatura entre T_L e T_S ; e \dot{T} = taxa de resfriamento.

Na Figura 30, mostra o esquema de liga, com as temperaturas de vazamento, *liquidus* e *solidus*.

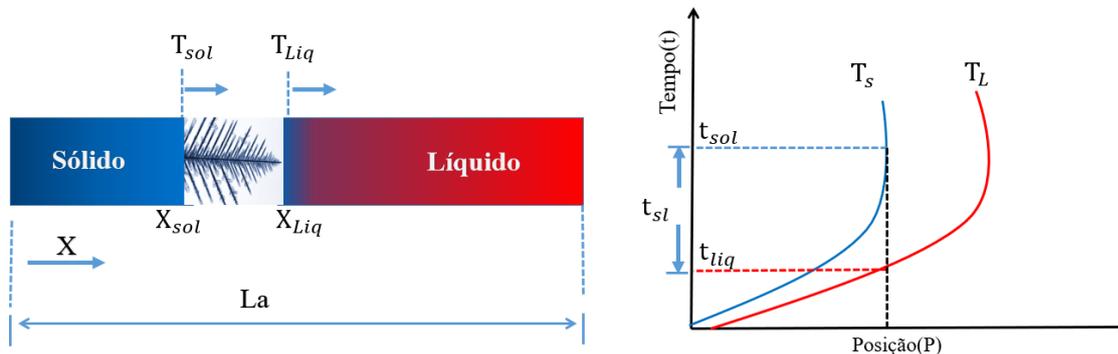


Figura 30: Desenho esquemático mostrando um gráfico dos deslocamentos das isoterma *solidus* e *liquidus* ao longo de um elemento de volume de comprimento L : T_L - isoterma *liquidus*; T_S - isoterma *solidus*. Adaptado de (BERTELLI, 2012).

3.9 Alumínio

O alumínio é um dos elementos metálicos mais abundantes na crosta terrestre, sendo o metal mais jovem utilizado em escala industrial, tendo produção comercial há 150 anos. É o metal não ferroso mais consumido no mundo, devido a sua variedade de aplicações que está ligada a suas características físico-químicas, como seu baixo peso específico, resistência a corrosão e alta condutividade térmica e elétrica (ABAL., 2007). O setor de transporte é o maior consumidor de alumínio no mundo, sendo também muito utilizado na produção de embalagens.

As principais características do alumínio: a leveza do alumínio, a resistência à corrosão, pois possui uma fina e invisível camada de óxido, a qual protege o metal de oxidações, a condutibilidade elétrica, a sua reflexão, a propriedade antimagnética, o indica na utilização de proteção em equipamentos eletrônicos, além disso, o metal não produz faíscas, o que é uma característica muito importante para garantir sua utilização na estocagem de substâncias inflamáveis ou explosivas, bem como em caminhões-tanque de transporte de combustíveis e a característica de ser reciclável, sem perda de suas propriedades físico-químicas (GOULART, 2005).

3.10 Ligas de Alumínio

O alumínio em estado puro apresenta limitações como a baixa temperatura de fusão 660°C , o que limita a temperatura de trabalho de suas ligas, se comparado ao do aço, que é da ordem de 1570°C . A baixa dureza e resistência mecânica, gera algumas restrições em aplicações específicas, logo, processos experimentais com a combinação com outros metais,

possibilitou um aumento significativo nas propriedades mecânicas, logo, ampliando sua aplicação, aumentando a resistência mecânica, sem alterar as demais propriedades.

De acordo com Martorano (MARTORANO, 1998), as ligas apresentam características diferentes daquelas apresentadas pelos seus metais constituintes, tais como dureza, ductilidade, condutividade, entre outras, além disso, as suas propriedades dependem fundamentalmente da composição, da microestrutura, do tratamento térmico ou mecânico.

No mercado das ligas fundidas não ferrosas, mais de 50% das mesmas apresenta o metal alumínio em sua composição, sendo o silício um soluto em destaque, onde aproximadamente 90% dos produtos obtidos a partir dessas ligas, originadas de ligas binárias Al-Si. As ligas denominadas hipereutéticas, ou seja, com composições maiores de 12,6% de silício que normalmente são utilizadas na indústria para a fabricação de componentes que serão expostos a condições críticas de desgaste, tais como peças de motor, pistões, cilindros, blocos e cabeçotes (GOULART, 2005).

Neste trabalho abordaremos as ligas hipoeutéticas como teor menor de 12,6% de silício, que possuem um vasto campo de aplicação e justificado devido a estas ligas fornecerem melhores propriedades mecânicas como: resistência à corrosão, propagação de defeitos de porosidades e trincas de contração. A redução do peso específico e da expansão térmica, além de apresentarem grande efeito na fundibilidade do alumínio, promovendo a fluidez ao componente (SPINELLI, 2005).

Segundo Goulart (GOULART, 2005), uma classificação de ligas Al-Si em função do teor de silício são:

- Ligas hipoeutéticas, são mais utilizadas por possuírem boas propriedades de fundição, moderadas propriedades mecânicas, mas quando adicionados outros elementos (Cu, Mg, ...), podem ser tratadas termicamente;
- Ligas eutéticas, possuem excelentes propriedades de fundição, mas fragilidade em função da morfologia do Si;
- Ligas hipereutéticas, utilizadas em aplicações especiais, como por exemplo, onde é exigida alta resistência ao desgaste.

3.11 O Diagrama de Fase

O diagrama de fase é um mapa que representa a composição do metal e temperatura como parâmetros variáveis e pressão. Existem vários tipos de diagramas de fases, mas este estudo restringe-se ao diagrama de fase binário, ou seja, quando existem dois componentes de ligas

apenas, que representa as relações entre a temperatura, as composições químicas e quantidades das fases em equilíbrio, as quais possuem grande influência na microestrutura de uma liga.

O diagrama de fase da Figura 31, exibe as transformações de fases das ligas binárias analisadas abaixo do eutético, ou seja, teores menores que 12,6%Si que englobam as ligas hipoeutéticas. A liga binária Al-Si, são caracterizadas no gráfico por temperaturas de fusão com um intervalo muito grande, enquanto a alumínio comercialmente puro possui $T_F = 660^\circ\text{C}$, o silício funde numa temperatura muito maior $T_F = 1414^\circ\text{C}$, mas quando combinados podemos observar uma $T_L = 638^\circ\text{C}$ com concentração 3%Si, $T_L = 632^\circ\text{C}$ para 5%Si e $T_L = 611^\circ\text{C}$ para a concentração de 7%Si, ou seja, quanto maior a concentração menor será a T_L .

As fases α que delimita o índice de solubilidade da liga em 1,6%Si, onde o soluto silício dissolve completamente no solvente alumínio. Na fase $\alpha + L$, podemos observar as T_L das três ligas analisadas, onde a inclinação mostra quando há a mudança da fase líquida para a fase sólida. Em $\alpha + \beta$ observamos a fase sólida com $T_S = 575^\circ\text{C}$ e por fim ponto eutético das ligas analisadas com concentração de 12,6%Si.

No presente trabalho os processos experimentais foram executados com as seguintes composições de ligas binárias com alumínio silício em peso, 3%, 5% e 7%Si, com suas respectivas temperaturas $T_L = 638, 632$ e 611°C , portanto como observado, abaixo do eutético.

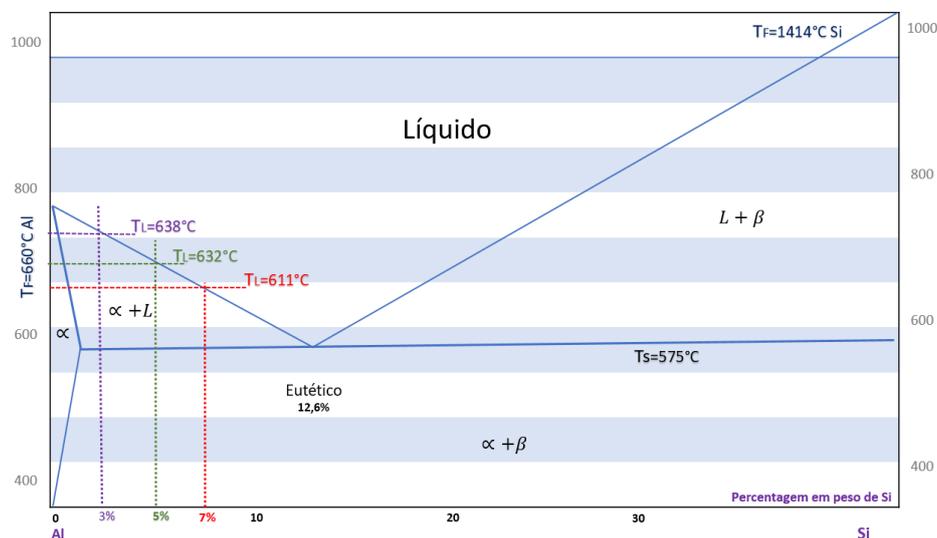


Figura 31: Diagrama de fase da composição alumínio silício, em regime de equilíbrio (FERREIRA, 2005).

3.12 Deformação Plástica Severa

O processo de deformação plástica em metais pode ser definido como a mudança permanente de um corpo sólido, através da aplicação de uma força acima de seu limite elástico.

Essa mudança de forma envolve a geração e movimento de vários tipos de defeitos, tais como discordâncias, falhas de empilhamento e maclas (FILHO, 2015).

A deformação plástica está associada à movimentação de discordâncias no cristal, e a tensão requerida para produzi-la aumenta com a densidade desses defeitos, portanto com a intensidade de deformação. O aumento da tensão necessária para produzir deslizamento, devido à deformação plástica do material é chamado endurecimento por deformação ou por trabalho a frio.

Os métodos de produção de metais de grãos ultrafinos baseados na deformação plástica severa são os que possibilitam a menor redução do tamanho médio de grão, sendo o valor atingido tipicamente inferior a $1\mu\text{m}$, podendo chegar a 10nm em processos como a torção por pressão a quente. As temperaturas de deformação para o processamento de metais através da deformação plástica severa variam do ambiente até temperaturas próximas a 500°C , dependendo da técnica de produção.

As técnicas mais difundidas são a Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP), Torção por Alta Pressão (TAP) e Colagem Acumulada de Rolos (CAR), (CALADO, 2012). Algumas vantagens dos métodos baseados na deformação plástica severa se destacam, devido a não requererem tratamentos térmicos elaborados após processamento e um controle preciso de temperatura.

3.12.1 Prensagem por Canais Equiangulares – ECAP

A prensagem por canais equiangulares é uma das técnicas de produção de metais de grão ultrafino mais estudada nos últimos anos. Alguns pesquisadores apontam que essa é umas das rotas de processamento mais promissoras para a produção de materiais metálicos de dimensões grandes o suficiente para aplicações industriais. Nessa técnica uma barra de metal é forçada a passar por um molde metálico contendo dois canais de seções transversais idênticas, conectados por um ângulo ϕ . Segundo Xu (XU, 2005), um ângulo adicional ψ define o raio de curvatura no outro ponto de intersecção dos canais. Tipicamente os ângulos que os canais formam entre si variam de 90° a 120° , e o ângulo de curvatura desses canais pode variar de 10° a 30° , Figura 32.

Com essa configuração um alto nível de deformação por cisalhamento pode ser introduzido no material sem provocar porosidade residual após cada passe. Durante a prensagem a barra de metal retém a mesma seção geométrica durante o processamento, de

forma que é possível repetir o processo por um número determinado de passes refinando a microestrutura após cada um deles.

Um alto nível de deformação plástica pode ser obtido após processamento em múltiplos passes. Em seu artigo Calado (CALADO, 2012), concluiu que o processamento de aços ferríticos de grãos ultrafinos a deformação equivalente acumulada após N passes de processamento (ϵ_N) pode ser estimada pela seguinte Equação 16:

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \cos \text{ec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (\text{Eq. 16})$$

Onde N é o número de passes.

De acordo com a Equação 15, a deformação equivalente em um passe único diminui com o aumento do ângulo de interseção e aumento do raio de curvatura dos canais. A deformação acumulada em cada passe é aproximadamente igual a 1 para um ângulo de interseção $\phi = 90^\circ$ e um raio de curvatura de ângulo $\psi = 20^\circ$. Entre cada dois passes adjacentes é possível girar a barra de metal ao longo do seu eixo longitudinal, criando diferentes sub rotas de processamento de ECAP. Cada sub rota de processamento ativa diferentes sistemas de escorregamento no metal, dessa forma diferentes microestruturas podem ser desenvolvidas afetando o refino e a forma dos grãos. Desse modo, um dos objetivos das pesquisas acerca do processo ECAP é determinar a sub rota que apresenta maior eficiência no refino de grão. Segal (SEGAL, 1995), foi o primeiro a notar a oportunidade em desenvolver diferentes microestruturas em qualquer material girando a amostra entre os passes sucessivos em uma matriz com dois canais de mesma seção transversal. Na década de 70, Segal e seus colaboradores (SEGAL, 1974) propuseram o processo por Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP) não sendo valorizada na época pela comunidade científica. Apenas na década de 90, que houve o surgimento de relatórios onde se documentavam a produção de metais com grãos ultrafinos e com propriedades novas e específicas a partir da técnica de ECAP, incentivando o início de uma investigação intensa da aplicação desse processo na indústria (VALIEV, 1999).

O processo consiste na passagem de um tarugo metálico através de dois canais que se interceptam formando um determinado ângulo. Um esquema deste processo pode ser visto na Figura 32. O tarugo tem as dimensões bem próximas às dos canais da matriz e é submetido a um cisalhamento simples na região de interseção desses canais, que resulta em uma intensa deformação plástica no tarugo. Essas deformações plásticas são acumuladas no tarugo sem que

ocorra a redução de sua seção transversal após o termino do processo, o que permite a repetição por diversas vezes (BEYERLEIN, 2003).

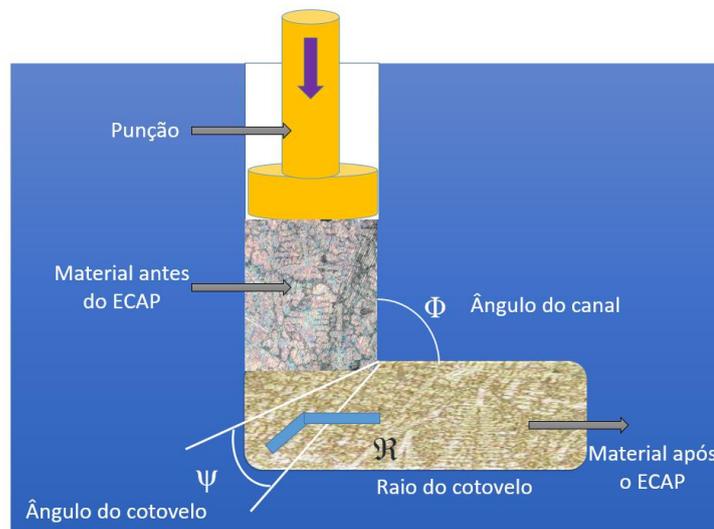


Figura 32: Esquema do Processo de Prensagem – ECAP (VALIEV, 2006) adaptado.

Dependendo da escolha pelo material a ser processado e das propriedades desejadas, o ângulo Φ pode variar entre 90° a $157,5^\circ$, (SEGAL, 1995; SIVAKUMAR, 2004; BEYERLEIN, 2003). Durante o processo, a amostra lubrificada é pressionada pela ação de uma punção e move-se dentro dos canais como um corpo rígido sofrendo deformações uniformes e de natureza de cisalhamento simples à medida que passa pela zona de interseção dos canais.

O ângulo de interseção dos canais, Φ , determina o nível de deformação do processo. Deste modo, para que não haja atrito entre o corpo de prova e a matriz, a deformação plástica verdadeira total após cada passe (N) de deformação via ECAP pode ser calculada pela Equação 16.

Uma característica que difere materiais que sofreram processo por DPS dos materiais que sofreram processos convencionais, tais como laminação e trefilação, é o elevado nível de deformação plástica através de várias prensagens sem perder a seção transversal da amostra, como ocorre no processo por Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP). Os três planos ortogonais na Figura 33 definem: o plano transversal perpendicular à direção do fluxo (plano X), o plano fluxo ou prensagem que é paralelo ao plano da face lateral no ponto de saída da matriz (plano Y) e o plano longitudinal (ou plano Z) que é paralelo à superfície de topo, no ponto de saída da matriz, respectivamente (VALIEV, 1999).

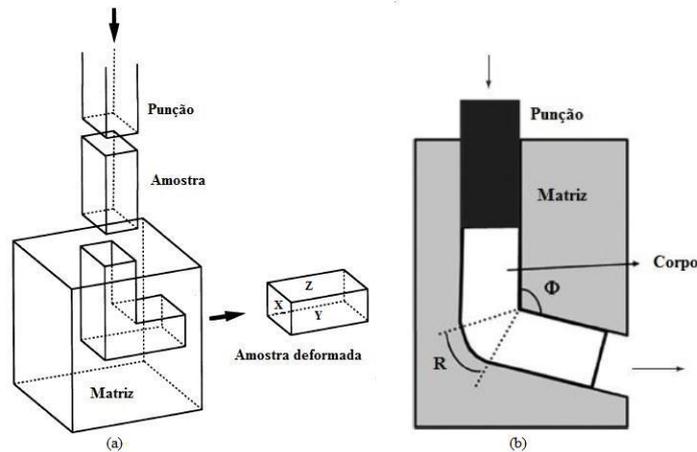


Figura 33: Ilustração esquemática do processo de prensagem por canais equiangulares e representação dos planos ortogonais. Adaptado de (VALIEV, 2006; KIM, 2003).

Existem quatro rotas clássicas de processamento que são usadas na deformação via ECAP sendo classificadas como rotas: A, Ba, Bc e C que se diferenciam pelas variadas combinações possíveis proporcionadas pela rotação da amostra em torno do seu próprio eixo durante os passes de deformação. Na rota A, a amostra é processada sem a rotação entre cada passe, na rota Ba a amostra é girada em 90° entre cada ciclo de extrusão em direções alternadas ($\pm 90^\circ$), na rota Bc a amostra é girada em 90° entre cada ciclo de extrusão sempre na mesma direção ($+90^\circ$) e na rota C a amostra é girada em 180° após cada ciclo de extrusão (SEGAL, 2004). A rota C é caracterizada como sendo um processo de deformação redundante uma vez que a deformação é restaurada após cada passe. Isso porque, o cisalhamento ocorre no mesmo plano e somente sua direção é invertida em cada passe. A Figura 34 apresenta as quatro rotas clássicas (FURUKAWA, 2005).

- Na rota A o material processado não sofre rotação entre os passes de deformação.
- Na rota B_A o material sofre rotações alternadas de 90° , em relação à direção de prensagem, nos sentidos horário e anti-horário.
- Na rota B_C o material sofre após cada passe uma rotação de 90° no sentido horário.
- Por fim, o que vai ser adotado neste trabalho será a rota C onde o material sofre uma rotação de 180° entre cada passe.

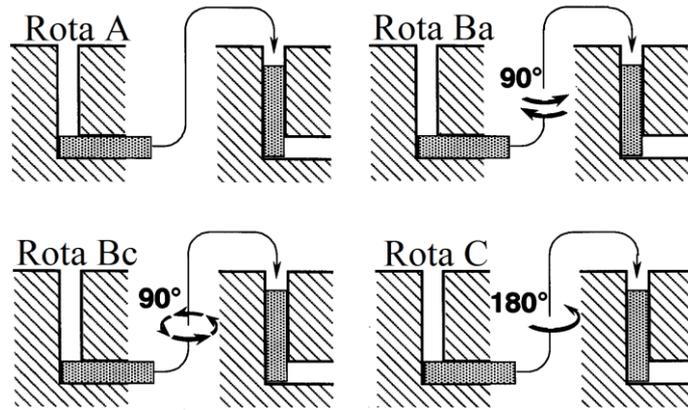


Figura 34: As quatro rotas clássicas de ECAP. Adaptado de (VALIEV, 2006).

Zhu (ZHU, 2000) e Kim (KIM, 2003), exploraram os distintos e contraditórios dados encontrados na literatura para o alumínio e suas ligas processados pelas rotas A, Ba, Bc e C argumentando que a incoerência nos resultados ocorre por uma possível relação existente entre a evolução da textura e o plano de cisalhamento ativado por cada uma das rotas de ECAP. Em seu trabalho Iwahashi (IWAHASHI, 1996), observou que a rota Bc é mais efetiva que a rota A e Berbon (BERBON, 1999), analisou as rotas Ba e Bc usando um ângulo $\Phi = 90^\circ$ e percebendo também que a rota Bc é a mais efetiva do que a rota Ba em relação ao refinamento microestrutural.

Furukawa, (FURUKAWA, 2005), abordou que na prática ocorre mudanças nas características de cisalhamento através da rotação da amostra entre os passes de deformação. A ativação de diferentes sistemas de deslizamentos associados a essas quatro rotas clássicas podem ser vistas na Figura 35. Para cada rota mencionada, os planos de cisalhamento e consequentemente as modalidades de deformação são diferentes. A rota C o cisalhamento ocorre no mesmo plano e somente sua direção é invertida em cada passe.

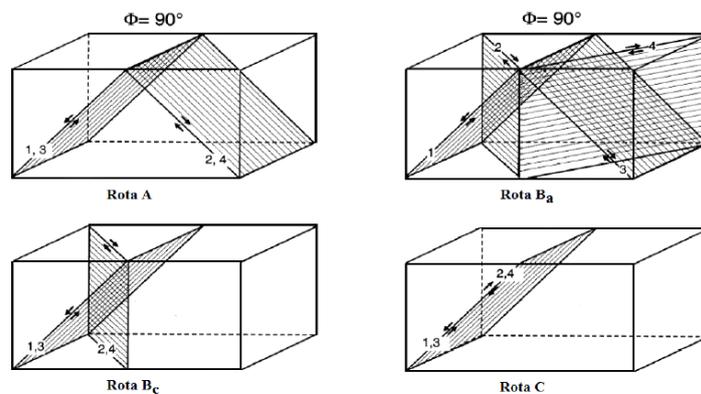


Figura 35: Planos preferenciais para deformação por cisalhamento em amostras deformadas na rota: A, Ba, Bc e C. Adaptado de ZHU, (2000).

Iwahashi (IWAHASHI, 1996) e colaboradores, investigaram o processo de evolução microestrutural do alumínio de alta pureza durante o ECAP via rotas A e C através de 10 passes. Os resultados apresentaram que os contornos de subgrão aumentam com a repetição dos passes até que depois de 10 passes ambas as rotas adquirem uma granulometria equiaxial e ultrafina.

Tolaminyad e Dehghani (TOLAMINYAD E DEHGHANI, 2012) realizaram a caracterização microestrutural e avaliaram algumas propriedades mecânicas dessa liga processada via ECAP através da rota B_C. Onde foram verificados dois tipos de comportamento, entre o primeiro e o quarto passe a microestrutura evoluiu de subgrãos alongados para uma matriz de grãos finos e equiaxiais e que a fração de contornos de alto ângulo e a diferença cristalográfica cresceram rapidamente até o quarto passe. Entre o quarto e o oitavo passe a velocidade de crescimento se reduziu e não foi notada nenhuma alteração significativa no tamanho dos grãos.

Mendes, (MENDES, 2019) em sua tese estudou o comportamento mecânico da liga Al AA1070 submetida ao ECAP via rota A por meio do ensaio de dureza Vickers. Foram analisadas as seções transversais do material de partida e do material após cada passe de deformação. Os resultados mostraram um acentuado aumento da medida de dureza após o primeiro passe. E este comportamento também foi relatado por diversos trabalhos e pode ser explicado devido ao intenso refinamento do material após o primeiro passe de deformação. Além disto, notou-se que do primeiro passe para os demais passe a alteração nos valores de dureza não foi significativa levando-se em conta os desvios padrões. Este comportamento caracteriza um estado estacionário que se justifica pela ocorrência do fenômeno de recuperação dinâmica durante o processo de deformação via ECAP, onde a quantidade de defeitos gerados durante a deformação é compensada pela quantidade de defeitos eliminados pela movimentação das discordâncias.

Iwahashi, (IWASHI, 1996) comparou a evolução da dureza Vickers em relação ao número passes através da rota A e C para o alumínio de alta pureza e observaram que em ambas as rotas houve um aumento significativo na dureza, de aproximadamente o dobro, após o primeiro passe. Subsequentemente, a dureza sofreu um ligeiro aumento até o terceiro passe de deformação e posteriormente houve um decréscimo gradual em seus valores com os com passes seguintes.

No presente trabalho a rota C foi escolhida para o processamento das amostras de alumínio. Os principais fatores que influenciam no processo de ECAP são: a magnitude de deformação, a distribuição da deformação e a temperatura. Os dois iniciais são afetados pelo número de passes, intensidade das forças de atrito e velocidade de descida da punção.

3.12.2 Fatores que influenciam no ECAP

Quando os materiais são processados utilizando ECAP, diversos fatores influenciam a trabalhabilidade e as características microestruturais. Esses fatores se dividem em três categorias distintas. Primeiramente, fatores associados diretamente com a facilidade experimental do processamento na matriz de ECAP, tais como os valores dos ângulos dentro da matriz entre as duas partes do canal e o arco de curvatura onde os canais se cruzam. Os fatores relacionados ao regime de processamento, nos quais o pesquisador pode exercer algum controle, são a velocidade da punção, a temperatura de operação e a presença ou ausência de uma contrapressão. O terceiro diz respeito a fatores de transformação que podem influenciar o refinamento de grão e a homogeneidade da microestrutura do material, incluindo a natureza da textura cristalográfica e a distribuição da orientação dos grãos no material não processado. Portanto, é muito importante realizar uma caracterização detalhada do material antes de iniciar a operação de ECAP (VALIEV, 2006; POGGIALI, 2015).

3.12.2.1 Influência do Ângulo do Canal, Φ

O ângulo do canal da matriz de ECAP, Φ , é o fator experimental mais significativo na natureza da microestrutura do material, uma vez que dita a deformação total imposta em cada passe. No entanto, a maioria das experiências relatadas utiliza matrizes com valores de Φ entre 90° e 120° , onde não se faz qualquer correlação de resultados obtidos a partir de ângulos diferentes.

Nakashima e colaboradores (NAKASHIMA, 2000), realizaram experimentos em quatro matrizes com ângulos diferentes (90° , $112,5^\circ$, 135° e $157,5^\circ$) e arco de curvatura Ψ variando entre 10° e 30° . Amostras de alumínio comercialmente puro foram processadas nestas matrizes à temperatura ambiente utilizando a rota B_C , onde a amostra é girada 90° na mesma direção entre cada passe. A fim de proporcionar uma comparação significativa entre os ângulos dos diversos canais, o número de passes em cada matriz foi ajustado de modo que o total de deformação imposta foi de ~ 4 para cada amostra. Identificaram nos experimentos com alumínio de alta pureza que, quando as comparações são feitas com as mesmas tensões totais, tanto a dureza como a evolução da microestrutura são idênticas quando se utiliza multipasses contendo um único plano de cisalhamento. Eles demonstraram que uma microestrutura de grãos equiaxiais, separados por contornos de grão havendo uma diferença de orientação, é obtido

mais facilmente quando o material é deformado em uma matriz com Φ próximo de 90° , (FILHO, 2015).

3.12.2.2 Influência do Ângulo de Curvatura, Ψ

O ângulo de curvatura, Ψ , equivale ao ângulo externo, onde as duas partes do canal se cruzam dentro da matriz. Este ângulo desempenha apenas um menor papel na determinação da deformação imposta à amostra. No entanto, é importante investigar a influência deste ângulo na produção de materiais de granulação ultrafina (VALIEV, 2006).

O papel deste ângulo também é importante porque, enquanto a matriz que é dividida em duas partes é facilmente construída com $\Psi=0^\circ$, todas as matrizes sólidas necessariamente possuem $\Psi>0^\circ$. O significado dessas diferenças foi cuidadosamente investigado utilizando amostras de alumínio puro e duas matrizes diferentes: uma matriz partida com $\Phi=90^\circ$ e $\Psi=0^\circ$, onde a amostra possui uma seção transversal quadrada de dimensões $10 \times 10 \text{ mm}^2$ e uma matriz sólida com $\Phi=90^\circ$ e $\Psi=20^\circ$, onde a amostra possui seção circular com um diâmetro de 10mm (SHAN, 2002; LANGDOM, 2007; VALIEV, 2006). As amostras foram processadas por entre ambas matrizes à temperatura ambiente em 4 passes, o equivalente a deformações impostas de 4,6 e 4,2 para a matriz dividida e matriz sólida, respectivamente, e as amostras foram então seccionadas perpendicularmente ao seu eixo longitudinal e os valores locais de microdureza Vickers foram registrados seguindo um padrão de grade regular, com espaçamento entre cada ponto de 0,5 mm.

Os resultados obtidos nessas medições mostraram uma excelente consistência entre essas duas configurações de matriz. Os valores médios da microdureza Vickers foram 42,1 e 43,2 para a matriz dividida e matriz sólida, respectivamente, onde estes valores são considerados idênticos experimentalmente.

3.12.2.3 Influência da Velocidade de Prensagem

O processamento por ECAP é geralmente conduzido utilizando prensas hidráulicas de alta capacidade que operam com velocidade da punção relativamente alta (na faixa de $\sim 1-20 \text{ mm s}^{-1}$). No entanto, é viável a construção de matrizes para uso em máquinas de ensaios mecânicos convencionais e está fornece a capacidade de modificar a velocidade de processamento em uma faixa mais ampla (VALIEV, 2006).

O primeiro exame detalhado da influência da velocidade da punção envolvendo o processamento de alumínio puro e uma liga Al-Mg 1% na faixa de velocidade da punção entre

10^{-2} e 10 mm s^{-1} foi feito por Berbon (BERBON, 1999). Estes resultados demonstram que a velocidade da punção não tem influência significativa sobre o tamanho de grãos ultrafinos formados por ECAP, mas, desde que a recuperação ocorra mais facilmente quando se processa em velocidades mais lentas, estas velocidades mais baixas produzem microestruturas equiaxiais. Estes resultados confirmam o aumento de tensão à medida que se aumenta o número de passes através da matriz, a tendência de estabilizar quando $N \sim 4$, e a falta de qualquer dependência com a velocidade da punção.

3.12.2.4 Influência da Temperatura de Prensagem

A temperatura de processamento é um fator chave para qualquer utilização do ECAP, pois pode ser controlada com relativa facilidade. A primeira investigação detalhada da influência da temperatura em amostras de alumínio puro, liga Al-3%Mg e Al-3%Mg0,2%Sc foi realizada à temperatura de $300 \text{ }^\circ\text{C}$ (YAMASHITA, 2000). A fim de assegurar um acompanhamento cuidadoso e correto da temperatura dentro da matriz, com erro de $+ 5^\circ\text{C}$ durante cada passe, uma matriz sólida foi construída com um termopar inserido em um pequeno orifício, perfurado horizontalmente até uma posição de $\sim 5\text{mm}$ em relação à parede do canal próximo ao plano de cisalhamento. O monitoramento foi feito cuidadosamente por cerca de 1 hora até atingir a temperatura necessária e cerca de 10 minutos para estabilizá-la. Assim, o processamento foi realizado utilizando duas amostras: a primeira amostra foi inserida na matriz e, depois de ~ 10 minutos, processada por ECAP, a segunda amostra foi aquecida à mesma temperatura em forno separado e depois processada (FURUKAWA, 1998).

Os resultados destes experimentos mostraram duas tendências importantes. Primeiro, houve um aumento no tamanho do grão com o aumento da temperatura. Em segundo lugar, concluiu-se a partir de um exame dos padrões SAED que a fração de contornos de baixo ângulo aumentou com o aumento da temperatura. No entanto, houve também uma dependência significativa do material, pois a transição para contornos de baixo ângulo ocorreu no processamento em temperaturas de $200 \text{ }^\circ\text{C}$ no alumínio puro e em $300 \text{ }^\circ\text{C}$ na liga Al-3%Mg.

3.12.3 Refinamento Microestrutural em Materiais Processados por ECAP

Processos de deformação plástica severa são definidos como aqueles capazes de produzir hiper deformação plástica em metais e ligas. Com isso obtêm-se os chamados materiais nanoestruturados, caracterizados por tamanhos de grão extremamente pequenos, entre dezenas

a centenas de nanômetros. Esses materiais são comumente classificados como submicrocristalinos e nano cristalinos, os primeiros englobando os que exibem tamanho de grão abaixo de 500 nm e os outros referentes a materiais com próximo ou menor que 100 nm. Materiais com granulação ultrafina obtidos por DPS têm atraído um interesse crescente dos especialistas em ciência dos materiais (MENDES, 2019).

Atualmente tem começado a emergir no cenário mundial uma transição da produção destes materiais em escala de laboratório para a escala comercial e muitas indústrias tem se envolvido em atividades de pesquisa e desenvolvimento desta área. É possível encontrar alguns produtos-piloto fabricados a partir de materiais nanoestruturados obtidos por DPS como, por exemplo, peças de Ti e suas ligas para aplicações biomédicas, ligas de Al e Cu para condutores elétricos, ligas de Mg para armazenamento de hidrogênio, microcomponentes eletrônicos e materiais magnéticos nanoestruturados para aplicação em máquinas elétricas de alta velocidade. É esperado um avanço significativo na aplicação industrial das tecnologias de DPS para os próximos anos (VALIEV, 2012).

A quantidade de passes, ou número de vezes que a amostra é processada, influencia diretamente na microestrutura da amostra deformada e conseqüentemente em suas propriedades. O aumento do número de passes permite elevar o nível de deformação do material e promover uma maior homogeneidade de deformação ao longo da amostra (GRANATO, 2018).

O refinamento de grão depende principalmente das condições de processamento do ECAP. A fragmentação de grão tende a ocorrer em materiais que podem ser deformados à temperatura ambiente e resistam a múltiplas passagens sem fratura. No caso da recristalização dinâmica o processamento acontece quando o material é deformado em temperaturas mais elevadas e taxas de deformação específicas, a fim de permitir a migração das discordâncias, e o tempo necessário para o realinhamento total em novos contornos de grão (CAO, 2003). A recristalização estática pode ser usada após a deformação em qualquer das temperaturas altas ou baixas. É normalmente empregada para produzir uma estrutura equiaxial da estrutura altamente deformada depois de apenas algumas passagens no processo de deformação (AZUSHIMA, 2002).

3.13 Ensaio de Microdureza Vickers

O conceito de dureza é um conceito lato que pode assumir diferentes significados dependendo da área tecnológica em que se insere. Em mineralogia, por exemplo, a dureza é

definida como a resistência de um material a ser riscado por outro. Logo, a dureza pode ser vista como a resistência oferecida pelo material à penetração. Dureza é a propriedade de um material que permite a ele resistir à deformação plástica, usualmente por penetração. O termo dureza também pode ser associado à resistência à flexão, risco, abrasão ou corte. A dureza não é uma propriedade intrínseca do material, ditada por definições precisas em termos de unidades fundamentais de massa, comprimento e tempo. Um valor da propriedade de dureza é o resultado de um procedimento específico de medição.

Assim, numa perspectiva mais mecânica, a dureza de um material é uma propriedade que traduz a capacidade desse material de resistir à deformação da sua superfície, ou à sua penetração, quando sujeito a uma força de compressão.

Como qualquer outro conceito físico, a dureza advém da microestrutura dos materiais. Nos materiais metálicos, a sua microestrutura apresenta uma forma cristalina onde os cristais se organizam de forma a formarem grãos que por sua vez constituem o material. Como os cristais se organizam de maneiras diferentes, os próprios grãos possuem defeitos e irregularidades entre si, bem como defeitos na sua estrutura cristalina. A dureza dos materiais vem desses defeitos da microestrutura dos materiais, que podem ser defeitos pontuais, defeitos lineares ou defeitos bidimensionais (FILHO, 2015)

O método mais comum de obtenção do valor de dureza é medir a profundidade ou área deixada por um instrumento de endentação de formato específico sobre o material, usando-se para tal uma força definida, aplicada durante um tempo específico. É a determinação da dureza por penetração.

Para materiais menos rígidos como borrachas e plásticos, a dureza é usualmente determinada por choque, onde um instrumento causa impacto sobre a superfície do material. Parte da energia do choque é usada para a medida da dureza. Os principais métodos padronizados de medição são: Brinell, Vickers e Rockwell.

O ensaio desenvolvido por Smith e Sandland (SMITH E SANDLAND, 1925) ficou conhecido como ensaio de dureza Vickers porque a empresa que fabricava as máquinas mais difundidas para operar com este método chamava-se Vickers-Armstrong.

A dureza Vickers se baseia na resistência que o material oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre faces de 136° , sob uma determinada carga. O endentador Vickers possui a forma de uma pirâmide em forma quadrada, conforme pode ser observado na Figura 36. Para calcular o valor da dureza de Pirâmide de diamante Vickers, as duas diagonais da endentação são medidas, e a média dos valores encontrados é

usada na Equação 16, para a determinação do valor da dureza Vickers HV. As vantagens do método Vickers são:

- Escala contínua;
- Precisão de medida;
- Impressões pequenas;
- Mede durezas superficiais (microdureza);

Algumas desvantagens do método Vickers são:

- Procedimento mais demorado pelo tempo necessário para medição das diagonais;
- Exige uma preparação mais cuidadosa do que os métodos anteriores, normalmente polimento e ataque metalográfico.

O valor de dureza Vickers (HV) é o quociente da carga aplicada (F) pela área de impressão (A) deixada no corpo ensaiado. Essa relação, expressa em linguagem matemática na Equação 17:

$$HV = \frac{F}{A} \quad \text{Eq. (17)}$$

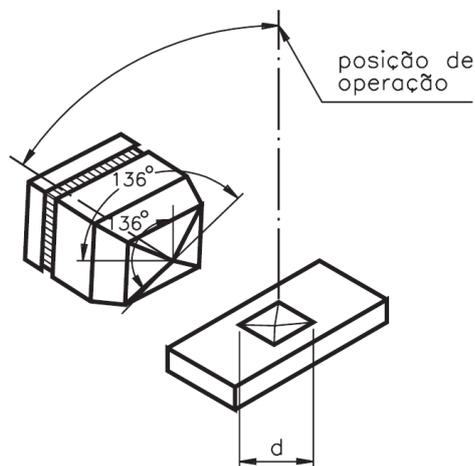


Figura 36: Medição de microdureza Vickers (GAJANAN, 2018)

A máquina que faz o ensaio Vickers não fornece o valor da área de impressão da pirâmide, mas permite obter, por meio de um microscópio acoplado, as medidas das diagonais (d_1 e d_2) formadas pelos vértices opostos da base da pirâmide, ilustrado na Figura 37.

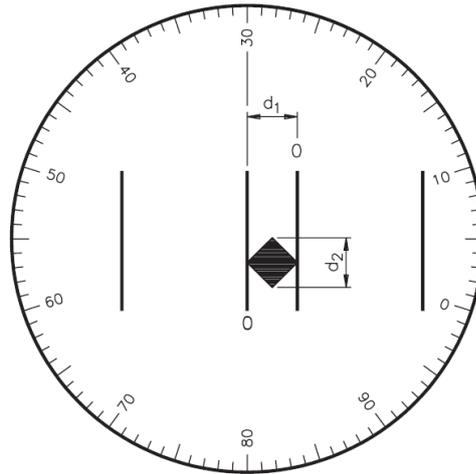


Figura 37: Medidas das diagonais no ensaio Vickers (MOUTINHO, 2011).

Conhecendo as medidas das diagonais, é possível calcular a área da pirâmide de base quadrada (A), utilizando a Equação 18:

$$A = \frac{d^2}{2 \operatorname{sen}\left(\frac{136^\circ}{2}\right)} \quad (\text{Eq. 18})$$

Voltando à fórmula para cálculo da HV, e substituindo A pela Equação 19 acima, temos:

$$HV = \frac{F}{\frac{d^2}{2 \operatorname{sen} 68^\circ}} \Rightarrow HV = \frac{F \times 2 \operatorname{sen} 68^\circ}{d^2} \Rightarrow HV = \frac{1,8544 F}{d^2} \quad (\text{Eq. 19})$$

Sendo: F = Carga em kgf;

d = Média aritmética das duas diagonais (mm);

HV = Dureza Vickers.

Na Equação 19 anterior, a força deve ser expressa em quilograma-força (kgf) e o “ d ” corresponde à diagonal média, ou seja:

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (\text{Eq. 20})$$

O ensaio Vickers fornece uma escala contínua de dureza, medindo todas as gamas de valores de dureza numa única escala. As impressões são extremamente pequenas e, na maioria dos casos, não inutilizam as peças, mesmo as acabadas. O penetrador, por ser de diamante, é praticamente indeformável, e pode ser aplicado a materiais de qualquer espessura, e pode

também ser usado para medir durezas superficiais e cuidados especiais evitam erros de medida ou de aplicação de carga, que podem alterar os valores reais de dureza. A preparação do corpo de prova para microdureza deve ser feita, obrigatoriamente, por metalografia, utilizando-se, de preferência, o polimento eletrolítico, para evitar o encruamento superficial. Quando no uso de cargas menores do que 300 gf, pode haver recuperação elástica, dificultando a medida das diagonais. A máquina de dureza Vickers requer aferição constante, pois qualquer erro na velocidade de aplicação da carga traz grandes diferenças nos valores de dureza, na Figura 38, ilustração do ensaio de dureza.

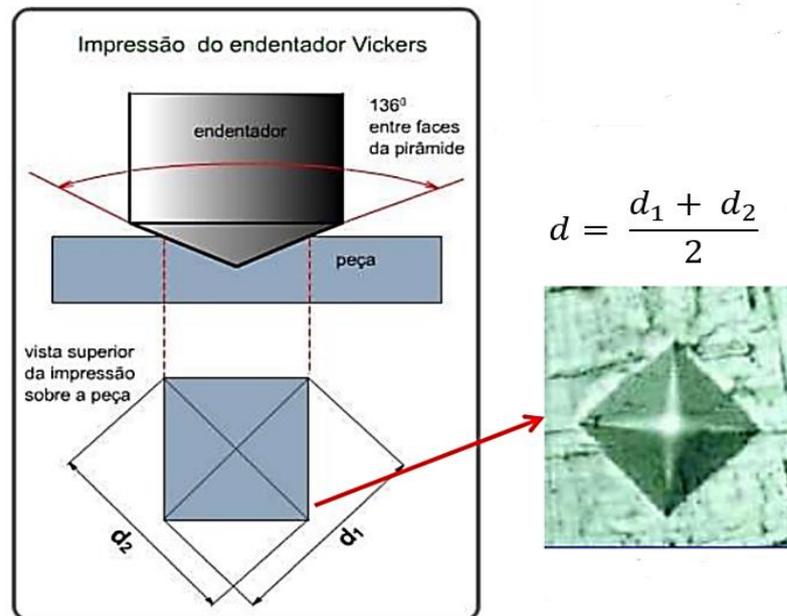


Figura 38: Esquema do ensaio de microdureza Vickers (POGGIALI, 2015).

CAPITULO IV

4 Materiais e Métodos

As etapas experimentais deste trabalho consistiram de:

1. Elaboração de ligas do sistema binário Al-Si;
2. Obtenção de lingotes solidificados unidirecionalmente vertical ascendente;
3. Registro das curvas de resfriamento lento das ligas;
4. Determinação do tempo de passagem das isothermas *liquidus* por posições específicas;
5. Análise da macroestrutura;
6. Análise da microestrutura e medição dos espaçamentos dendríticos terciários, λ_3 ;
7. Determinação das variáveis térmicas experimentais de solidificação: velocidade das isothermas *liquidus*, taxa de resfriamento, gradiente térmico e tempo de solidificação local;
8. Determinação da microsegregação através da medida da concentração média de soluto em diferentes posições ao longo do lingote para ligas Al-Si;
9. A aplicação da técnica de deformação plástica severa (DPS), através do processo de Prensagem por Canais Equiangulares (PCE);
10. Ensaios de microdureza nas amostras antes e após o processo de ECAP.

4.1 Material

Os materiais utilizados nos experimentos foram o alumínio comercialmente puro (solvente) com 99,97% de pureza e o silício eletrolítico (soluto) com 99,010% de pureza que foi adquirido na Empresa TED Importação Comércio e Representação de Metais Ltda e de

alumínio AA 1070, na forma de placa, adquiridas pela empresa Novelis do Brasil Ltda. As amostras obtidas após os experimentos unidirecionais vertical ascendente, são de uma liga (Al-Si), com as seguintes composições Al-Si, de 3%, 5% e 7% em peso.

A Tabela 1 apresenta a composição química nominal da placa de alumínio AA 1070 e silício metálico.

Tabela 1: composição química da placa de alumínio AA 1070 e silício metálico.

Silício Metálico com Granulometria 2 a 10 mm							
Elementos	Si	Ca	Al	Fe	P	Ti	C
Porcentagem	99,010%	0,31%	0,25%	0,43%	0,00%	0,00%	0,05%
Alumínio comercialmente puro AA1070							
Elementos	Al	Si	Ga	Mg	Pb	Ti	Fe
Porcentagem	99,72%	0,07%	0,001%	0,00%	0,002%	0,02%	0,18%

A obtenção dos lingotes com as composições desejadas ocorreu a partir metais de elevada pureza, cuja as análises são mostradas na Tabela 2. As análises químicas realizadas nas amostras obtidas após os experimentos de solidificação, foram determinadas, através de análise espectrometria de fluorescência de raio-x no laboratório da Companhia Siderúrgica Nacional (CSN).

Tabela 2: Composição química (%) e massa (gramas) dos metais empregados na preparação da liga.

Identificação dos elementos	Al-3%Si	Al-5%Si	Al-7%Si
Peso do alumínio (g)	1.398,86	1.540,11	1.289,47
Peso do silício (g)	41,96	77,06	90,26

4.1.1 Equipamentos e Utensílios

Nos experimentos foram utilizados os seguintes materiais e utensílios:

- **Serra fita FM 500**, da marca Franho, com velocidade de 30,55 e 80 m/min, com motor Weg W22 Plus, utilizada para os cortes longitudinais dos lingotes solidificados;
- **Balança de precisão Shimdzu UW6200H**, carga máxima 5.000g e carga mínima 0,25g, utilizada para a pesagem dos materiais utilizados na elaboração das ligas;

- **Cadinho de Carboneto de Silício**, modelo AS 6 da Carbosil, revestido internamente com camada de suspensão à base de alumina, na especificação cimento à base de fibra cerâmica silício-aluminosa massa QF-180 UNIFRAX, COD. 400 000 442, fabricante Thermofrax Isolantes Termoacústicos Carborundum modelo QF – 180, para evitar contaminação do banho de metal líquido, utilizado para armazenar as ligas no processo da fundição;
- **Forno tipo mufla da marca JUNG**, modelo 7018, 6Kw, 28 amperes, duas fases, da linha laboratorial N1200, 1300°C, 220v, peso 250 Kg, utilizado na fundição das ligas deste trabalho;
- **Termopares** foram utilizados para auxiliar no registro das temperaturas pelo sistema de aquisição de dados. As especificações dos termopares utilizados são: tipo K com isolamento mineral com pote tipo K simples montagem reta bainha inox 310 bainha Ø 6 mm pote em aço inox pote 9,5 mm mola de acabamento cabo "K"- 24 AWG, com capacidade de temperatura até 1200 °C;
- **Lingoteira Bipartida**, molde utilizado no dispositivo de solidificação que dá origem ao lingote. É feita em aço inoxidável, com diâmetro interno de 60 mm, altura de 157 mm e espessura de parede de 5 mm, e a base, chapa molde, em aço ao carbono com espessura de 3 mm. A lingoteira tem na sua lateral oito furos de 1,6 mm de diâmetro para a passagem dos termopares utilizados para registro da evolução das temperaturas no metal a ser solidificado. A extração de calor do metal líquido é realizada pela base da lingoteira através da chapa molde refrigerada a água, pela bomba D'água Eletroplas motobomba, modelo ICS-50B, potência 0.5 HP-monofásica;
- **Dispositivo de Solidificação Vertical Ascendente**, projetado com o objetivo de permitir a realização do processo de solidificação unidirecional vertical no sentido ascendente, possibilitando a obtenção de uma faixa de taxas de resfriamento e espaçamentos microestruturais em um mesmo lingote. O equipamento é um forno, com uma carcaça externa em aço no formato cilíndrico, e possui uma camada interna de massa refratária seguida de suportes refratários para as resistências elétricas. As resistências têm sua potência controlada em duas zonas de aquecimento, através de sensores digitais de temperatura. No espaço interno aos suportes das resistências, coloca-se a lingoteira para vazamento do metal fundido. O sistema de arrefecimento do dispositivo é formado por um duto, que se localiza na parte inferior do espaço onde fica a lingoteira, possibilitando ao fluido de arrefecimento atingir a lingoteira na parte inferior, promovendo a extração de calor unidirecional e a solidificação;

- **Equipamento de Aquisição de Dados**, as variações de temperatura no metal desde o enchimento do molde até o final da solidificação foram registradas em um sistema de aquisição de dados, fabricação Lynx de 12 bits de resolução, acoplado a um microcomputador. O sistema de aquisição possui duas placas, uma para 16 termopares tipo K e outra para 16 termopares tipo J, sendo o primeiro canal da placa K reservado para medir a temperatura do ambiente (junta fria). O equipamento foi programado para a obtenção de 100 leituras de temperatura por segundo;
- **Serra de precisão Buehler IsoMet**, utilizada na realização cortes transversais milimétricos das amostras, com um disco diamantado, *Diamond Wafering Blades*, no embutimento a frio de amostras usamos a Resina acrílica RPI Arotec para realização da micrografia;
- **Lixadeira e Politriz Arotec Aropol W**, com potência em 600 RPM, utilizada no lixamento com lixas d'água *waterproof carborundum 07F*, com granularidade 80-2000 e polimento das amostras com pasta de diamante de 6 μm , de modo a se obter uma superfície espelhada e para realização nos ataques químicos para a revelação das macros e microestruturas, foi utilizado o reagente químico composto por HCl, HNO₃ e HF;
- **Notebook Dell XPS**, utilizado no processamento dos dados experimentais, com a configuração, Core i7 2720QM (2,2 GHz), com 8 GB de RAM, placa de vídeo Nvidia *Geforce GT 540M* (2 GB de RAM) com tela Full HD (1920 x 1080), disco rígido de 750 GB;
- **Microdurômetro Leitz Wetzlar**, (HVM) SHIMADZU, utilizado nos ensaios mecânicos de dureza por micro impressão Vickers nas amostras;
- **Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**, modelo EVO MA10 do fabricante ZEISS com filamento LaB₆, utilizado nas medições das microsegregações das amostras, operado no modo de elétrons retroespalhados e secundários e tensão de aceleração 15 kV.

4.2 Métodos

As estratégias adotadas no desenvolvimento desse trabalho foi utilizar três ligas do sistema binário Al-Si, e uma liga de alumínio comercialmente puro. O alumínio adotado no trabalho é conhecido como comercialmente puro, e Si grau metalúrgico.

4.2.1 Fluxograma do Desenvolvimento Experimental

A fase experimental pode ser observada no fluxograma da Figura 39, onde a maioria dos processos envolvidos mostra uma interdependência de ações típicas deste projeto, como, fusão, solidificação, metalografia, medições das microsegregações, ensaio de dureza e o processamento de ECAP, com o material de partida e posteriormente, com as amostras após o ECAP.

Na Figura 39, observamos os principais passos para o processo experimental:

- 1. Preparação das composições da liga Al-Si:** com os procedimentos do corte da barra de alumínio comercialmente puro, trituração do silício, pesagem das massas Al e Si, preparação do cadinho de carvão e montagem do molde com 8 termopares;
- 2. Fundição e vazamento das ligas Al-Si e Al-puro:** Fusão das ligas Al-3, 5 e 7%Si e Al-puro, vazamento do metal líquido na lingoteira, liberação do lingote e termopares;
- 3. Obtenção dos perfis térmicos:** Configuração do aquisidor de dados, registro da passagem da isoterma *liquidus*, identificação dos perfis térmicos e plotagem dos gráficos no TecPlot;
- 4. Determinação dos parâmetros térmicos:** Identificação das curvas Posição($P=f(t)$), as velocidades ($V_L=f(P)$), taxas de resfriamento ($(\dot{T} = \dot{f}(P))$) e gradientes térmicos ($G_L=f(P)$);
- 5. Caracterização da Macro e Microestruturas:** Cortes longitudinais e transversais das amostras, embutimento, lixamento, polimento, ataque químico, obtenção das imagens para medir os espaçamentos terciários e ensaio de dureza;
- 6. Medidas da microsegregação:** Preparação das amostras, realização da varredura microscópica;
- 7. Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP):** Obtenção dos tarugos, execução do ECAP em rota C, preparação para caracterização microestrutural das amostras;
- 8. Ensaio de dureza Vickers:** Preparação das amostras, realização do ensaio e análise dos resultados obtidos.



Figura 39: Fluxograma de Desenvolvimento Experimental.

4.2.2 Preparação dos Materiais e Equipamentos

A preparação, teve início com o alumínio obtido a partir de um lingote cortado com uma Serra fita FM 500, marca Franho, com velocidade de 30, 55 e 80 m/min, disposta com uma fita 1,5 mm de espessura, específica para cortes de metais não ferrosos, com seu sistema de arrefecimento a água ligado, Figura 40a.

Na definição das ligas, observamos na Figura 40b, a balança Shimdzu UW6200H, Uni Bloc, importante na pesagem dos componentes da liga Al-Si. O alumínio foi cortado com peso inferior a 1600g, valor necessário para o completo preenchimento do molde.

O silício foi triturado no intuito de diminuir a granularidade, buscando uma melhor homogeneização no banho metálico. Em seguida foi pesado na balança de precisão, de modo a se atingir um percentual de 3%, 5% e 7% de silício em peso na liga.

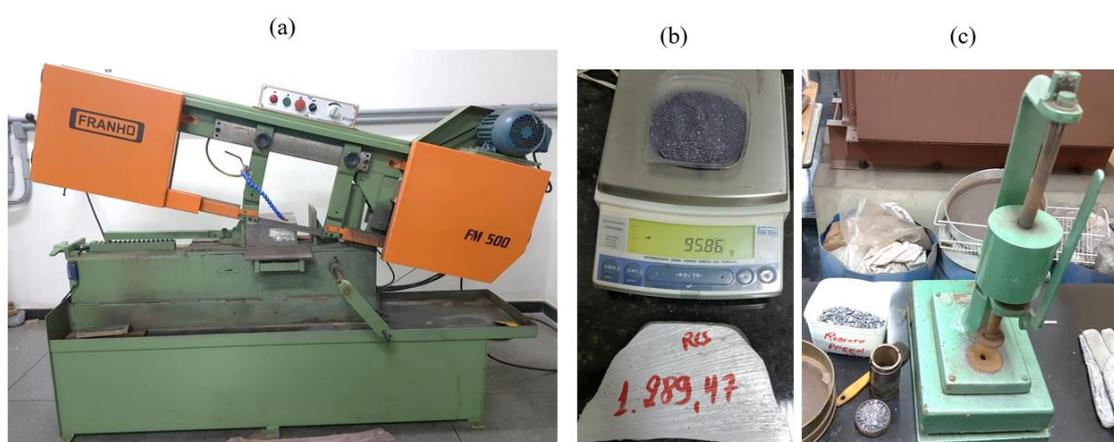


Figura 40: (a) Serra tipo fita da marca Franho FM 500, (b) Balança de precisão Shimdzu UW6200H, (c) Triturador de silício disposto no Laboratório de Materiais Cerâmicos – UFF-EEIMVR.

Após a definição dos componentes de ligas, foi realizado a preparação do molde metálico, onde foi aplicado a unção de alumina por três vezes consecutivas, em intervalos de 24h, criando uma camada de 2 mm de fibra cerâmica silício-aluminosa QF-180, com a função de diminuir o contato do metal líquido com o molde metálico.

A montagem dos termopares, seguem a ordem dos chanfros no molde metálico para inserção dos 8 termopares nas posições em 5, 10, 15, 20, 35, 45, 60 e 85 mm, com uma inserção de 10 mm na direção ao centro da lingoteira. Realizou-se a preparação da lingoteira, colocando uma camada de alumina em sua superfície interna, em seguida, feito o encaixe do molde, e o tempo de secagem foi de 24h. O molde foi montado na lingoteira, conforme Figura 41a. Nas

posições 5, 10, 15, 20, 35, 45, 60 e 85 mm, a aplicação de alumina QF-180 pode ser observada, conforme a Figura 41b.

O cadinho de carbetto que tem a função de receber os elementos de liga, que levado ao forno para fusão em até 1200°C, e sua preparação foi realizada com a aplicação de alumina por três vezes consecutivas, em intervalos de 24h, criando uma camada de 2 mm de fibra cerâmica silício-aluminosa QF-180, com secagem necessária de 72h, conforme Figura 41c.

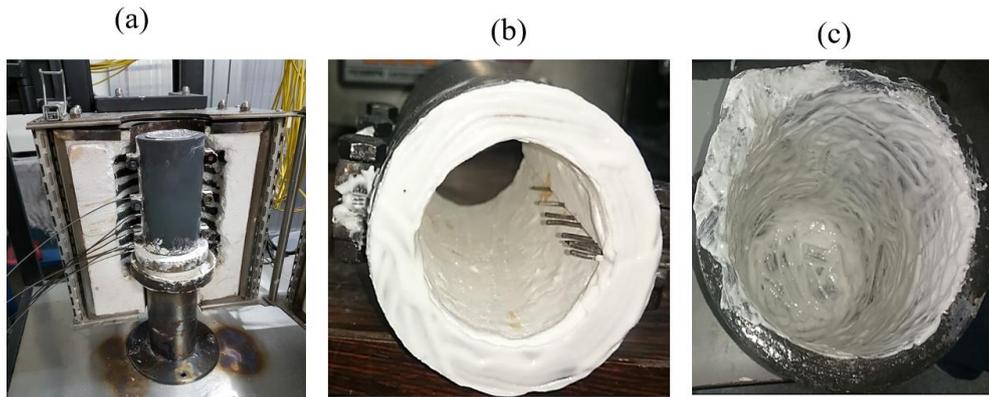


Figura 41: (a) Molde instalado na lingoteira com os 8 termopares tipo K, (b) Termopares instalados no molde com 2 mm de alumina, (c) Cadinho cerâmico untado com alumina QF-180, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.

4.2.3 Processo Experimental de Solidificação Unidirecional Ascendente

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Solidificação Controlada situado na EEIMVR/UFF. A primeira parte deste trabalho destinará ao preparo, fusão e solidificação unidirecional vertical ascendente, primeiramente com as ligas binárias Al-3%, 5% e 7%Si em peso, e depois com alumínio comercialmente puro. A fase experimental das ligas de Al-Si e Al-Puro, ocorreram em duas fases distintas, primeiramente foi determinados as curvas de resfriamento lento e em seguida a fundição e vazamento para determinação das curvas de resfriamento rápido (FLEMINGS, 1984).

A técnica da solidificação unidirecional transitória pode ser utilizada experimentalmente em diferentes condições: vertical ascendente, vertical descendente e horizontal, é possível a obtenção de uma gama de microestruturas em função de um perfil decrescente da taxa de resfriamento e de velocidade da isoterma superfície refrigerada do lingote caracterização microestrutural crescimento celular e crescimento dendrítico (primário, secundário e terciário)

em função de \dot{T} e V_L , em condições transitórias de extração calor. A solidificação unidirecional vertical ascendente, caracteriza-se como o processo de solidificação no sentido vertical, onde soluto/solvente rejeitado na frente de solidificação pode eventualmente instabilizar o líquido. E dependendo do par soluto/solvente, pode ocorrer a formação de um líquido interdendrítico mais denso que o restante do volume global de metal líquido, fazendo com que a solidificação se processe de forma completamente estável sob ponto de vista de movimentação do líquido. Numa situação oposta ocorrerá convecção induzida por diferença de densidades. Como o perfil de temperatura no líquido é crescente em direção ao topo do lingote, o líquido mais denso localiza-se junto à fronteira de transformação sólido/líquido, e não ocorrem correntes convectivas por diferenças de temperatura (GOMES, 2013).

4.2.3.1 Determinação Experimental das Curvas de Resfriamento Lento

No forno tipo mufla, marca Jung, foi fundida a liga em um cadinho cerâmico, previamente preparado com alumina, após a fusão, o cadinho foi retirado do forno, e submetida a solidificação em temperatura ambiente, visando obter a curva de resfriamento das ligas, determinando as temperaturas *liquidus* (T_L) e *solidus* (T_S) em condições de resfriamento lento. O experimento foi realizado com os passos:

1. Um cadinho contendo uma barra de alumínio comercialmente puro, foi colocado no forno tipo Mufla;
2. O forno foi configurado para aquecer em três estágios de temperaturas em 400°C, 800°C e 1200°C, conforme Figura 42a;
3. O cadinho foi retirado do forno para adição do soluto silício triturado e uma primeira homogeneização foi realizada;
4. O forno a uma temperatura de 800°C, o cadinho foi novamente retirado por duas vezes para homogeneização com um bastão de vidro, na Figura 42b observamos o lingotamento;
5. O cadinho então foi retirado pela última vez, um termopar tipo K foi inserido para fazer a determinação das curvas de resfriamento, com o auxílio do aquisidor de dados.

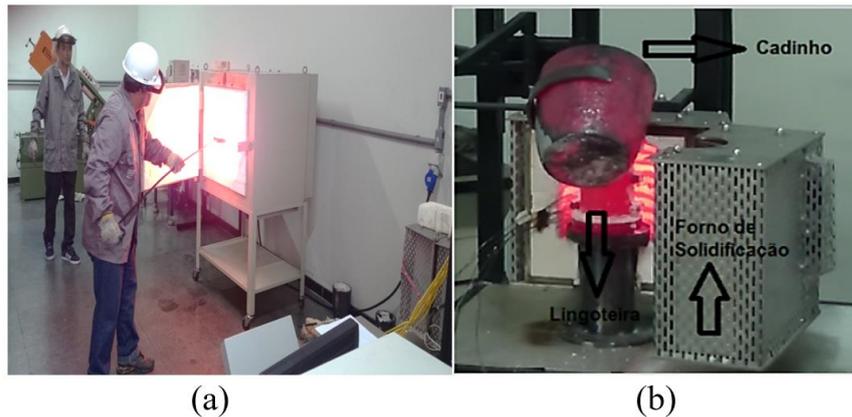


Figura 42: (a) Forno tipo mufla da marca JUNG com temperatura máxima de 1300°C
 (b) Vazamento em lingoteira/molde pré-aquecido - Laboratório de Solidificação Controlada –
 UFF- EEIMVR.

4.2.3.2 Determinação Experimental das Variáveis Térmicas

Os parâmetros térmicos de solidificação como tempo de passagem da isoterma liquidus (t_L) para cada posição dos termopares, velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), taxa de resfriamento (\dot{T}), gradiente térmico (G_L) e tempo local de solidificação ($t_{L,S}$), foram obtidas a partir das curvas de resfriamento determinadas durante os experimentos de solidificação unidirecional (CANTÉ, 2009).

A determinação dos parâmetros se deu em duas etapas:

1. Primeiramente foi realizada a coleta dos dados da solidificação onde os termopares posicionados enviam as informações ao dispositivo conectado a um microcomputador que transforma a leitura de dados em um arquivo texto em forma tabelar em pares ordenados, tempo e temperatura (t , T), para cada termopar;
2. A partir dessas curvas de resfriamentos, foram feitos os cálculos dos parâmetros térmicos de solidificação.

Os seguintes procedimentos foram implementados:

- a) **Tempo de passagem da isoterma *liquidus*:** Os resultados dos pares ordenados (P , t), posição do termopar em relação à base refrigerada do lingote e tempo, obtidos a partir do procedimento experimental permitem, que sejam traçados gráficos da posição da isoterma *liquidus* com o tempo. Esses tempos são obtidos, onde a partir da T_L da liga analisada traça-se uma reta paralela ao eixo dos tempos. Através das interseções dessa reta com as

respectivas curvas de resfriamento, em cada uma das oito posições, obtêm-se os tempos correspondentes, sendo os tempos de passagem da isoterma *liquidus* em cada posição. A Figura 43 representa esquematicamente a indicação dos tempos em que a T_L é atingida para diferentes posições dos termopares, sendo P_1 o termopar mais próximo da superfície do molde com seu respectivo tempo t_1 e P_4 o mais afastado, com a indicação do tempo t_4 .

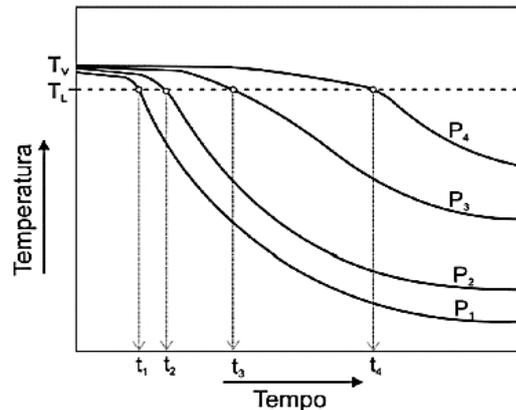


Figura 43: Perfil de temperatura indicando o tempo de passagem da isoterma *liquidus* (OSÓRIO, 2000).

(b) **A obtenção das coordenadas “posição x tempo”**: permite que seja traçado o gráfico experimental para o deslocamento da posição da isoterma *liquidus* em função do tempo durante o processo de solidificação. Para gerar uma curva que represente o deslocamento desta isoterma em todo o lingote solidificado, os dados são ajustados matematicamente pelo programa computacional através do método dos mínimos quadrados, gerando uma função $P(t) = a.t^b$. A Figura 44 apresenta um esquema do gráfico com os pontos experimentais de coordenadas (posição, tempo) e o ajuste matemático.

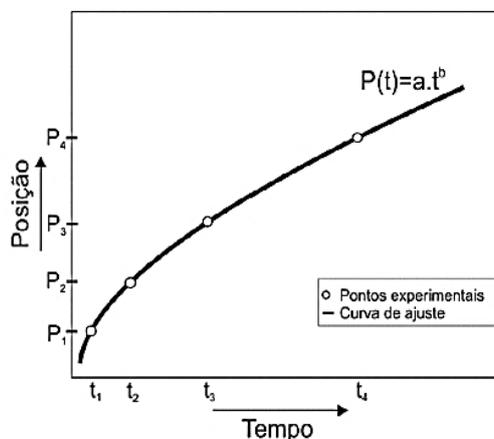


Figura 44: Deslocamento da posição da isoterma *liquidus* em função do tempo, (CANTÉ, 2009).

(c) **Velocidade de Deslocamento da Isoterma *Liquidus* (V_L):** As velocidades experimentais da isoterma *liquidus* (V_L), para todas as ligas analisadas, foram determinadas através das derivadas das funções $P=f(t)$, isto é, $V_L = dP/dt$. A velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* a partir da interface metal/molde em função do tempo, corresponde à passagem da frente de solidificação por cada termopar. No gráfico (t, V_L) pode-se obter um novo gráfico (P, V_L), obtendo uma equação de velocidade em função da posição $V_L = aP^b$, a Figura 45 mostra a representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição.

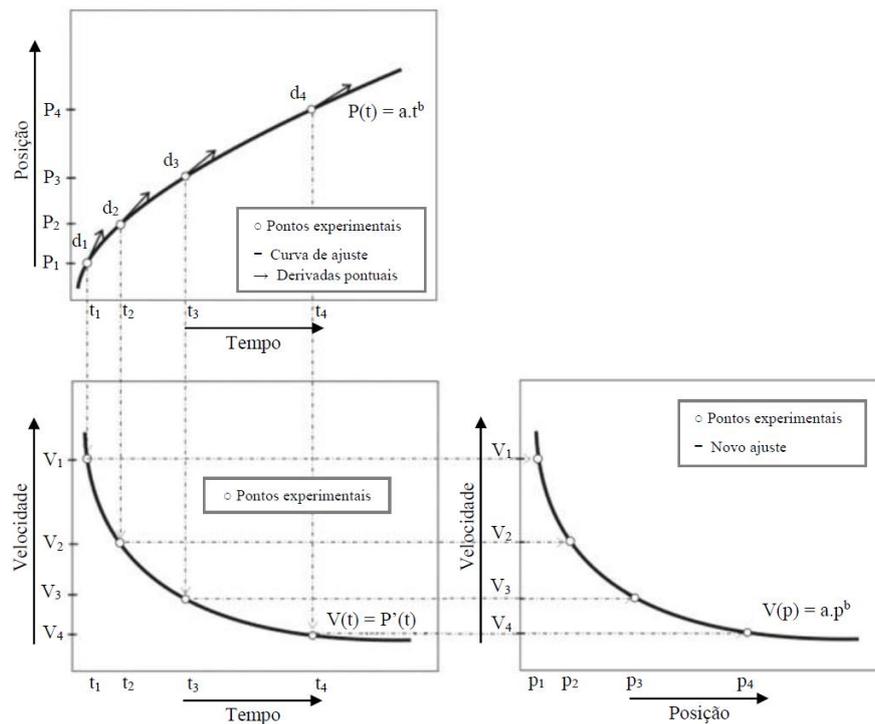


Figura 45: Representação esquemática da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição (CRUZ, 2008).

(d) **Taxa de resfriamento (\dot{T}):** Os valores das taxas de resfriamento foram determinados considerando os perfis experimentais de temperatura obtidos, ou seja, a taxa de resfriamento para cada posição dos termopares foi determinada a partir das interseções da reta da temperatura *liquidus* com os perfis térmicos equivalentes a cada posição dos 8 termopares, através do resultado da leitura direta do quociente das temperaturas imediatamente antes e depois da temperatura *liquidus* e dos tempos correspondentes, isto é, $(\dot{T} = \frac{dT}{dt})$ (OKAMOTO, 1975). Assim, com base nos pontos experimentais foram geradas funções potência da taxa de resfriamento em função da posição. A obtenção do gráfico de taxa de

resfriamento em função da posição é semelhantemente à metodologia exemplificada para obtenção das curvas ($V_L \times P$), o esquema da Figura 46.

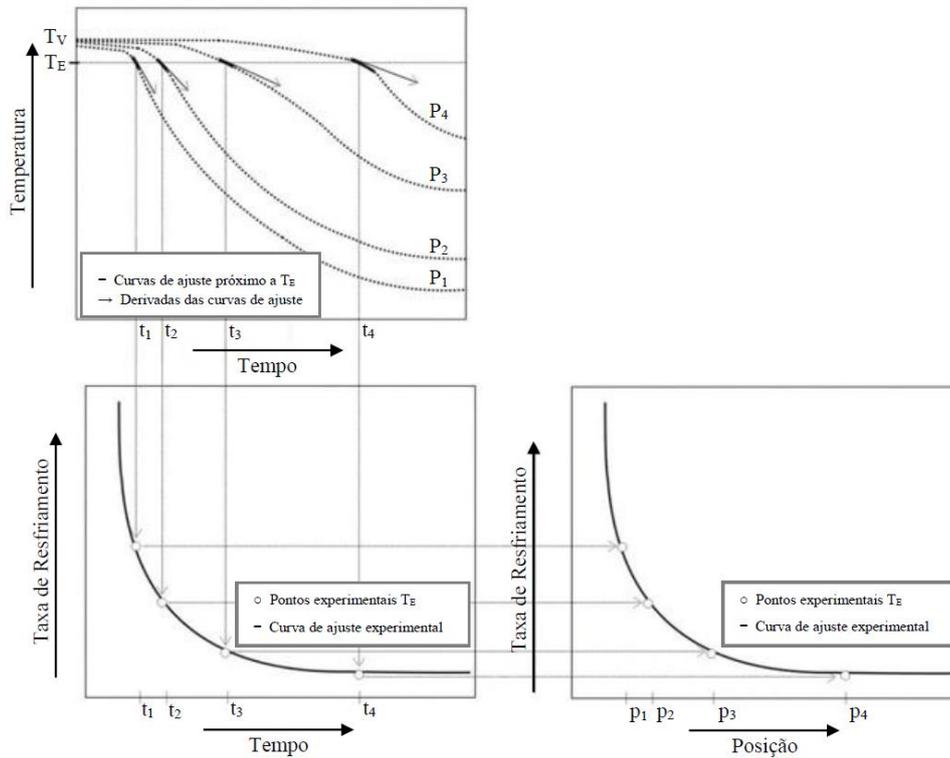


Figura 46: Esquema para o cálculo das taxas de resfriamento (\dot{T}) em função do tempo e da posição (CRUZ, 2008).

- (e) **Gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido (G_L):** O gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido (G_L), indica como a temperatura está distribuída por unidade de comprimento, podendo ser definida em caso unidirecional da forma explicitada de $G_L = \frac{dT}{dP}$. Este gradiente é a diferença da temperatura da parte sólida em relação à parte ainda no estado líquido (PARADELA, 2019).
- (f) **Tempo Local de solidificação local (t_{SL}):** é definido como a diferença entre o tempo de passagem da isoterma *solidus* (t_s) e o tempo de passagem da isoterma *liquidus* (t_L) por um determinado ponto da peça em solidificação, $t_{SL} = t_s - t_L$. Ainda na forma aproximada podemos calcular o tempo local de solidificação como: $t_{SL} = \Delta T_{SL} / \dot{T}$, onde $\Delta T_{SL} = T_L - T_s$ é o intervalo de solidificação para condição transiente de extração de calor e \dot{T} representada a taxa de resfriamento, (FERREIRA, 2004).

A determinação de todas as variáveis térmicas de solidificação é baseada no mapeamento térmico dos lingotes feitos no aparato experimental de solidificação e para se obter as curvas de resfriamento de cada liga, as temperaturas foram monitoradas em diferentes posições a partir

da interface metal/molde. Todo o sistema pode-se ser visto na Figura 47. Em 47a, a lingoteira com um molde montado com 8 termopares, para a solidificação unidirecional vertical ascendente. Em 47b, o forno FlyEver importante na acomodação do metal líquido. Em 47c, observamos, a bomba d'água responsável pelo resfriamento e por fim em 47d, o leitor de sinais ENG ADS500 Lynx responsável pela leitura dos sinais provenientes dos termopares posicionados no molde e interligando ao ambiente computacional.

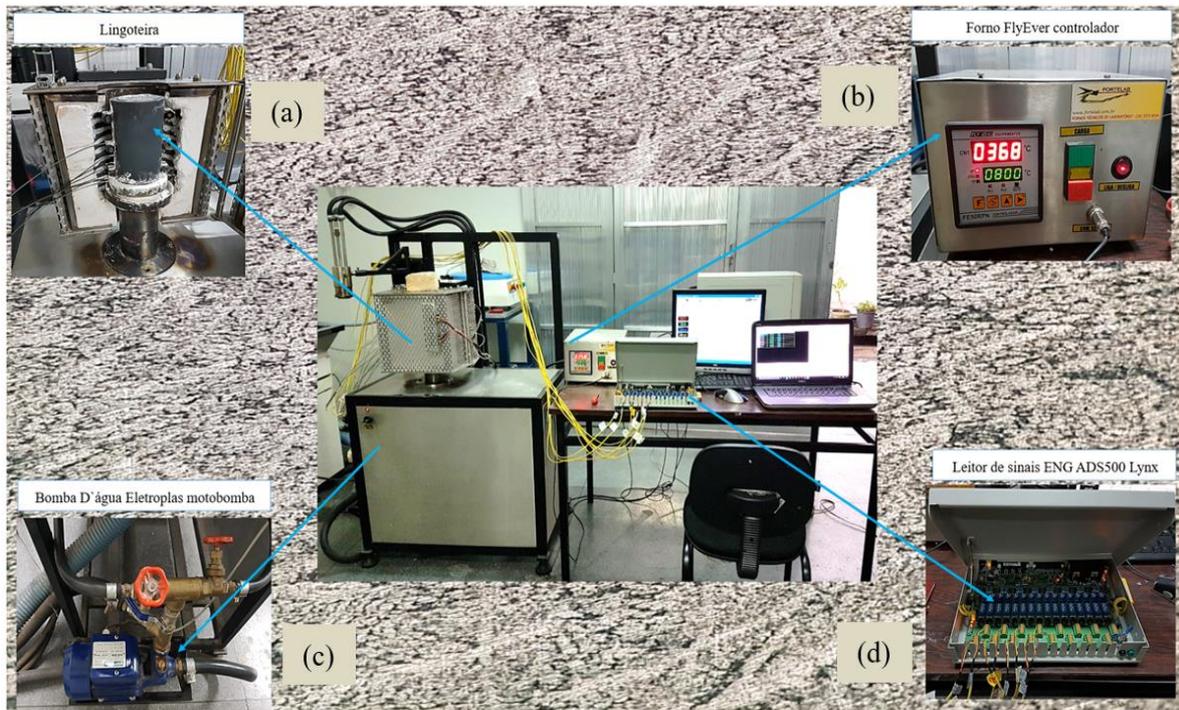


Figura 47: Dispositivos utilizados no processo de solidificação vertical, (a) Lingoteira, (b) Forno FlyEver, (c) Bomba D'água e (d) Aquisidor de dados, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.

4.2.4 Caracterização das Macros e Microestruturas

4.2.4.1 Macrografia

O processo de solidificação finalizado obtemos o lingote solidificado com aproximadamente 140 mm, que retirado da lingoteira, para serem feitos os cortes, longitudinais. Os cortes longitudinais são para verificar a existência e quantificar a extensão da região colunar. Foram obtidas as macrografias, conforme procedimento descrito a seguir:

1. Remoção do molde da lingoteira e liberação do lingote solidificado e seccionado, sendo que uma metade foi lixada com lixas de granulação 100 a 1000 *mesh*;

2. Uma seção do lingote foi enviada a Empresa JBF – Usinagem e Fabricação TDA, para cortes das amostras em forma de paralelepípedos de dimensões 10mm x 10mm x 70mm, conforme matriz ECAP. Os cortes podem ser visualizados conforme Figura 48.

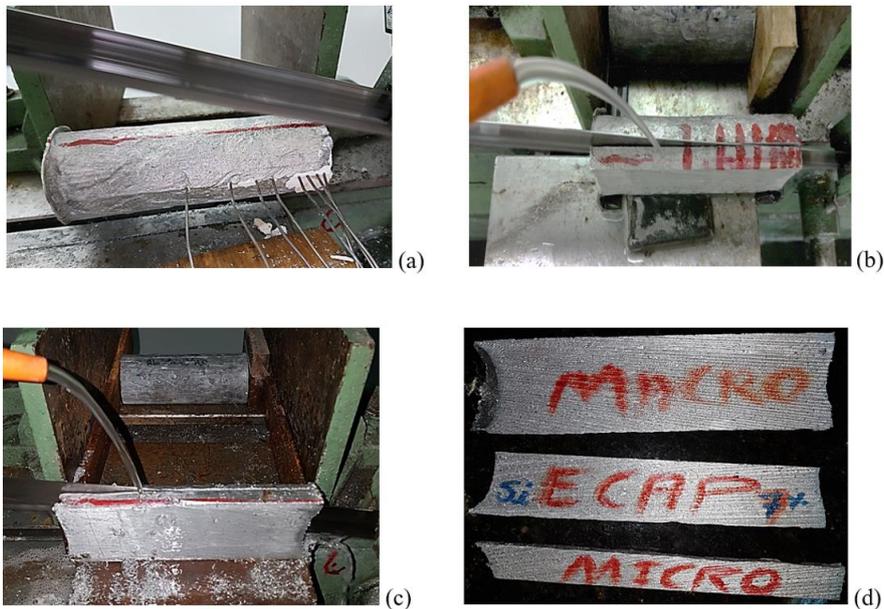


Figura 48: (a) Corte longitudinal do lingote, para remoção dos termopares, (b) Corte longitudinal do lingote, para a macrografia, (c) Corte longitudinal do lingote, para o ECAP e (d) Os cortes finalizados, para o processo de ECAP, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.

Para a macro e micrografia fez-se o polimento da amostra com pasta de diamante de 6 μm , de modo a se obter uma superfície espelhada, que será aplicado o ataque químico, conforme Figura 49. Após o polimento, um ataque químico foi realizado para a revelação da macrografia com utilização de reagente químico composto por HCl, HNO₃ e HF, como sugerido por Gomes (GOMES, 2013). A face de interesse da amostra ficou submersa na solução por cerca de 15 segundos, a fim de se revelar a macroestrutura.



Figura 49: Ataque químico do lingote, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.

4.2.4.2 Micrografia

As amostras para análise microestrutural foram retiradas em posições a partir da interface metal/molde, sendo selecionadas a partir das posições 5, 10, 15, 20, 35, 45, 60 e 85 mm de cada lingote analisado, Figura 50.

As amostras para análise das microestruturas após cortadas, foram embutidas em uma mistura de resina acrílica e líquido polimerizante, em seguida foram lixadas com lixas de carvão de silício desde a lixa de 220 mesh até polimento com alumina na granulometria de 1 μ m e por sílica coloidal. Para esta etapa foi usada uma lixadeira e politriz. As microestruturas das ligas Al-Si e Al-puro foram reveladas com reagente conforme Tabela 3.

Tabela 3: Procedimentos metalográficos para análise estrutural. (GOULART, 2005); (GRUGEL, 1993); (KURTZ, 1998).

Tipo de Análise	Polimento	Ataque Químico	Procedimento
Macroestrutural	Lixas: 120; 220; 400; 600; 800; 1000; 1500 e 2500 Pasta de diamante: 6 μ m	HCl, HNO ₃ e HF 55 ml	Imersão da amostra por 15 s, ou até obter o contraste desejado. Lavagem com água.
Microestrutural	Lixas: 120; 220; 400; 600; 800; 1000; 1500; 2500 e 4000 Pasta de diamante: 6 e 1 μ m Sílica Coloidal: 0,05 μ m	HCl, HNO ₃ e HF 35 ml	Ataque inicial com reagente durante 10 s, após o ataque, lavagem com água corrente.



Figura 50: Serra de precisão para os cortes transversais, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.

As amostras retiradas de posições próxima dos termopares foram utilizadas na análise micrográficas através do microscópio óptico, da marca Nikon, Figura 51. Foram feitas as imagens micrográficas em cada uma das amostras das 8 posições desde a base com 5 mm de altura até o topo em 85 mm, para isso adotamos um aumento entre 50x e 100x. De posse das micrografias foi possível medir o espaçamento dendrítico terciário com auxílio do software “*image J*”.

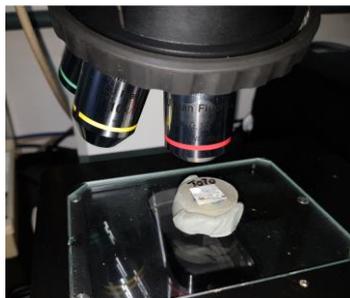


Figura 51: Microscópio Nikon, utilizado na verificação das microestruturas, Laboratório de Solidificação Controlada – UFF- EEIMVR.

4.2.5 Medida de Espaçamento Dendrítico

Segundo Cruz (CRUZ, 2008), quando se encontram presentes espaçamentos dendríticos na estrutura bruta de solidificação, recomenda-se que as propriedades tenham que ser relacionadas com o espaçamento de maior grau, que no caso em questão é o terciário. Para medição do espaçamento terciário (λ_3), foram escolhidos oito campos representativos em cada amostra e fotografados no aumento de 50x e 100x gerando 56 imagens. O método para quantificar os valores desses espaçamentos foi discutido por Rosa (ROSA, 2006). O cálculo do espaçamento λ_3 é feito pela razão da dimensão do tronco principal L da seção transversal do lingote com número de braços laterais.

A Figura 52, representa, esquematicamente, a metodologia em questão.

$$\lambda_3 = \frac{L}{1-n}$$

Eq. (21)

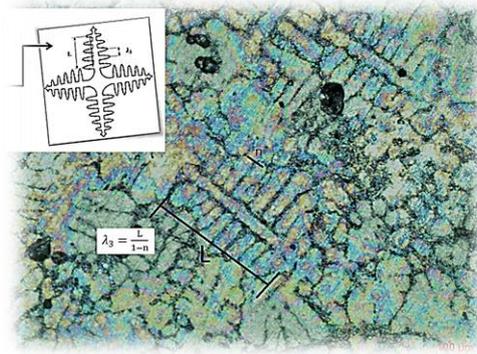


Figura 52: Método de medição dos espaçamentos terciários (FERREIRA, 2004), adaptado.

4.2.6 Caracterização da Microsegregação.

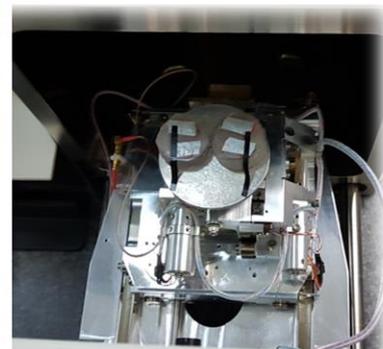
O microscópio eletrônico de varredura, do modelo EVO MA10 do fabricante Zeiss com filamento LaB6, Figura 53, que se encontra instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF foi utilizado para a observação das microestruturas das amostras. O microscópio foi operado no modo de elétrons retro espalhados e secundários e tensão de aceleração 15 kV.

O experimental teve os seguintes passos:

- Preparação e higienização das amostras para inserção no MEV, uma fita dupla-face de carbono especial é colada na parte de resina acrílica da amostra, transpassando sobre o metal da liga;
- Utilização do MEV-EDAX na caracterização dos perfis de microsegregação;
- Análise, quantificação, e plotagem de gráficos com os resultados das medidas da microsegregação, em uma planilha Excel (BAPTISTA, 2018).



(a)



(b)

Figura 53: (a) Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) – UFF, (b). Amostras sendo inseridas no MEV para retirada do vácuo - Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF.

As amostras foram submetidas ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) para definição das regiões a serem feitas as microanálises químicas pelo software EDAX, através de espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Em cada uma das amostras, foram definidas 10 linhas, correspondentes à distância entre braços adjacentes de dendritas terciárias para medições pontuais de concentração de soluto, conforme mostrado na Figura 54.

O caminho de microanálises escolhido foi o do tipo "+-", definidos por Flemings (FLEMINGS, 1984) para obtenção dos perfis de concentração de soluto, conforme Figura 54. Para cada amostra, o caminho adotado foi do tipo "X", de modo que suas estruturas dendríticas adjacentes tivessem aproximadamente as mesmas dimensões. O software de análise é executado de forma a gerar 11 medições ao longo da linha de varredura, equivalente 0%, 20%, 40%, 60%, 80% e 100% da fração sólida. O ponto 1 coincide com o centro e o ponto 6 corresponde à borda da dendrita, Figura 55.

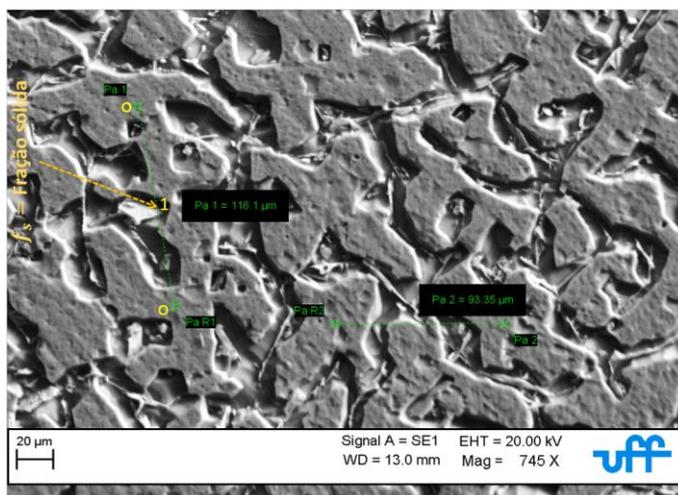


Figura 54: Imagem de uma estrutura dendrítica de Al-Si obtida no MEV-EDAX - Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF.

Ao longo da linha selecionada, o programa EDAX fez o escaneamento em medições pontuais equidistantes com quantidade variando entre 30 e 60 pontos de medições de concentração de soluto. A partir destes resultados, foram definidos 11 pontos como sendo as concentrações médias de segmentos desta linha, conforme representado esquematicamente na Figura 55.

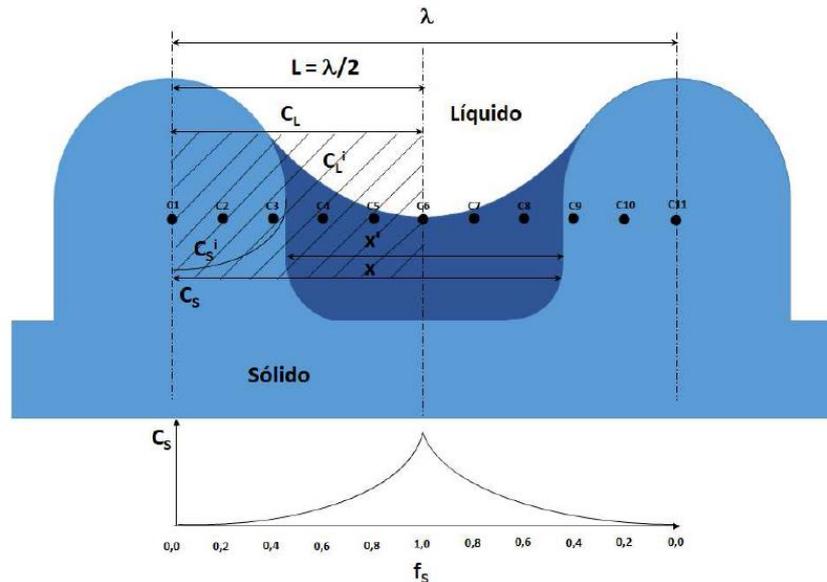


Figura 55: Representação esquemática dos pontos de medição de concentração de soluto para avaliação de microsegregação. Adaptado de (GARCIA, 2012).

4.2.7 Deformação Plástica Severa com ECAP

O processamento ECAP foi realizado no Laboratório de Ensaio Mecânicos da EEIMVR/UFF, utilizando uma máquina de tração e compressão universal EMIC DL-60 com capacidade máxima de carga de 600 KN, uma matriz ECAP bipartida de aço ferramenta H13 com dois canais idênticos com dimensões de 10x10 mm formando um ângulo de 90° e um punção de aço ferramenta H13. O raio de adoçamento dos canais é de 5 mm ($\Psi \approx 37^\circ$) a fim de facilitar o fluxo do tarugo entre os canais e reduzir a carga de prensagem.

A montagem das matrizes teve o procedimento de estabelecer a altura da punção em relação a matriz, configuração da distância de descida do tarugo nas matrizes e testes de descida manual. A carga utilizada na prensagem depende das características do material, do atrito, da geometria da matriz e da forma do lingote (MENDES, 2019) e nesse trabalho foi 120 MPA.

No processamento ECAP, tarugos de alumínio com formato de paralelepípedos retangulares com dimensões de 70 x 10 x 10 mm, forçados a escoar por dois canais de secção transversal igual e constante no interior de uma matriz totalmente rígida, sofrendo deformações de natureza de cisalhamento simples, conforme passam pela zona de interseção entre os dois canais. Os canais foram lubrificadas com graxa de alto desempenho de sulfonato de cálcio e a rota utilizada no processamento foi a C, que consiste em girar o corpo de prova em 180° após cada deformação. Foram realizados 3 passes consecutivos.

O experimental teve os seguintes passos:

- Corte das amostras com dimensões de 10 mm x 10 mm x 70 mm, compreendendo as posições 05,10,15,20,35,45,60 e 85mm do lingote solidificado;
- Configuração da descida da punção no *software* Tesc, como velocidade de 5 mm/s e pressão em 120 MPa;
- Execução do processo de ECAP em rota C com 3 passes consecutivos;
- Efetuação dos cortes transversais nas amostras para micrografia após ECAP;
- Ensaio de dureza das amostras;

Na Figura 56, podemos observar uma ilustração, onde em (a) tem o lingote cortado nas dimensões da matriz de ECAP, com medidas de 10 mm x 10 mm x 70 mm. Vale ressaltar que foram cortados 2 tarugos por cada liga de 3%, 5% e 7%Si, e do Al-Puro, para as posições 5, 10, 15, 20, 35, 45 e 60 mm, e um segundo tarugo com o termopar de 85 mm, num total de 16 tarugos, em (b) temos a rota C escolhida para esse trabalho, que caracteriza-se com ângulo de 90°, com a imagem da matriz e a punção utilizada. O lingote é retirado da matriz e girado em 180°, para depois ser inserido novamente na matriz, previamente untada com graxa. Em (c) temos a máquina de Tração e Compressão universal EMIC DL-60 com capacidade máxima de carga de 600 KN. E por fim em (d) observamos o tarugo após o ECAP.

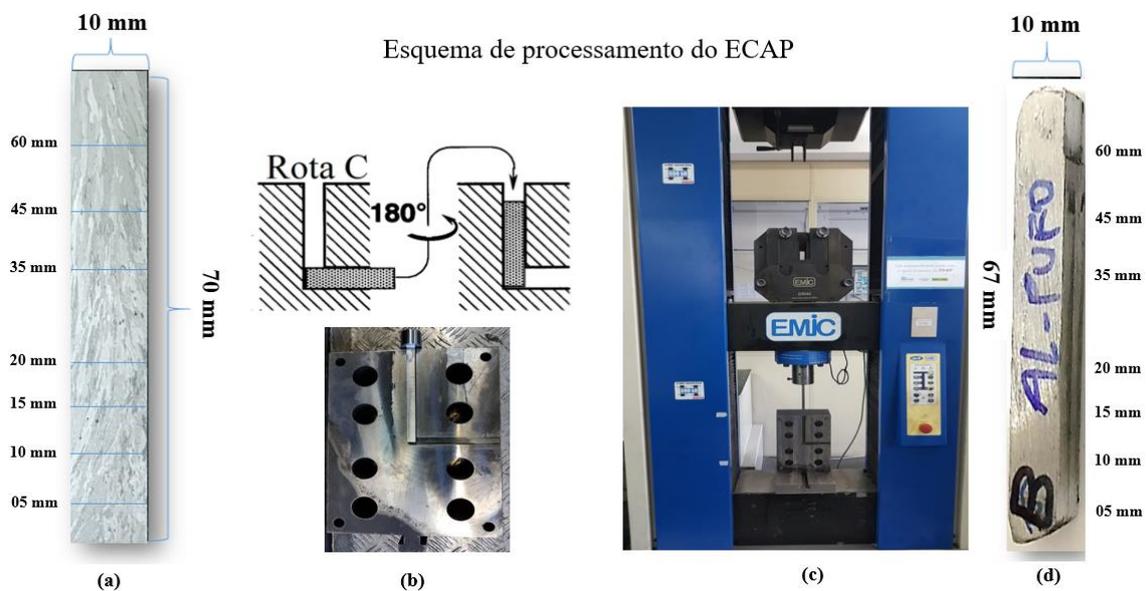


Figura 56: (a) Tarugo de entrada sem ECAP, (b) Rota e ângulos de rotação, (c) Máquina de tração máquina e compressão universal EMIC DL-6 e em (d) Tarugo após o processo de ECAP.

Na Figura 57, observamos em (a) matriz utilizada no processo da técnica de prensagem ECAP com 03 passes com a rota C. Onde uma punção é pressionada sobre o tarugo de 10 mm x 10 mm x 70 mm. E em (b) temos as cavidades da matriz preenchida com a punção e tarugo de alumínio puro.

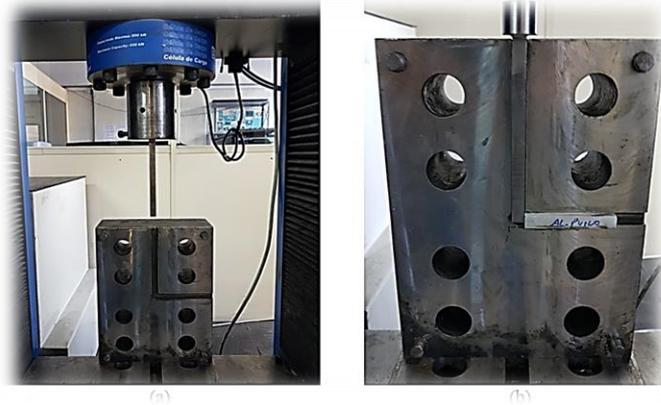


Figura 57: (a) Matriz de prensagem ECAP, (b) A punção e tarugo de Al-Puro - Laboratório de Ensaio Mecânicos.

4.2.8 Ensaio de Microdureza Vickers

O ensaio foi realizado em um microdurômetro da *Shimadzu* modelo HVM-2T instalado no Laboratório de Caracterização Microestrutural na EEIMVR/UFF. As micro impressões Vickers foram realizadas a uma carga de 100gf durante 30s. Foram realizadas 20 medidas em cada amostra, na seção transversal. Um método amplamente utilizado é o ensaio com impressão pirâmide de diamante, com base quadrada e 136°, com carga 1 a 100 kgf, que pode ser aplicado a todos os aços e ligas não ferrosas (SAMUEL, 2016).

As medições foram realizadas pelo método direto utilizando a própria lupa graduado do microdurômetro conforme Figura 58a. As medições de dureza foram realizadas, a uma temperatura de aproximadamente 20 °C. Na Figura 58b, observamos duas endentações em formato de pirâmides.

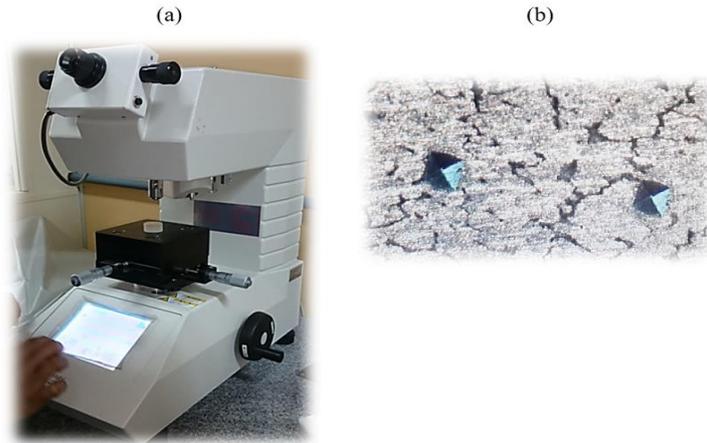


Figura 58: (a) Microdurômetro *Leitz Wetzlar*, (b) Amostra com 02 pontos representativos.

As amostras submetidas a esse ensaio foram cortadas da parte central do lingote, nas posições correspondentes aos oito termopares, embutidas a frio com resina acrílica e as superfícies submetidas a lixamento e polimento, porém sem ataque químico. Para cada amostra foi feita vinte medições, de modo aleatório, mas que preservasse a distância de no mínimo 3 vezes a distância entre uma medição com a outra.

CAPITULO V

5 Resultados e Discussões

5.1 Considerações Iniciais

Neste Capítulo, serão apresentados os resultados, das atividades desenvolvidas conforme previstas no cronograma desta pesquisa de Doutorado. Levando em consideração as particularidades experimentais, envolvendo a fusão de alumínio comercialmente puro e de ligas alumínio silício com as seguintes composições em massa, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.

O conjunto dos resultados de cada experimento do alumínio puro e das ligas no sistema de solidificação unidirecional vertical ascendente, foram:

- Curva de resfriamento lento para alumínio comercialmente puro e ligas de Al-Si;
- Curva de resfriamento com sistema resfriado a água acionado para alumínio comercialmente puro e ligas de Al-Si;
- Cálculo das variáveis térmicas de solidificação;
- Caracterização macro e microestrutural do Al-puro e ligas de Al-Si;
- Proposição de leis de crescimento experimental de microestrutura dendríticas em função da taxa de resfriamento, velocidade da isoterma *liquidus*, gradientes térmicos e tempo de solidificação local;
- Medição dos espaçamentos dendríticos terciários, correlacionando com as variáveis térmicas (V_L), (\dot{T}), (t_{SL}) e (G_L));
- Determinação dos perfis de microsegregação das ligas;
- Aplicação da técnica de deformação plástica severa, através do processo de prensagem equiangular (ECAP) em rota C, com três passes;
- Ensaio de microdureza Vickers nas amostras antes e após o ECAP.

5.2 Diagrama de Fases do Sistema Al-Si Calculado via Thermo-Calc

A identificação das curvas de resfriamento lento para Al-Puro e ligas com composições Al-3%Si, Al-5%Si, Al-7%Si obtidas experimentalmente, são de grande importância na definição das temperaturas críticas.

Na Figura 59, temos o diagrama de fases para o sistema Al-Si. A temperatura de fusão do solvente de alumínio puro é de 660°C, para o soluto de silício, observamos uma temperatura de fusão muito superior ao solvente em torno de 1414°C.

As três ligas com concentrações 3%, 5% e 7% Si estão representadas no diagrama, onde podemos destacar:

- Fase **líquida** acima da linha *liquidus*. A linha *liquidus* representa o início da solidificação para as três ligas consideradas;
- As fases **sólida/líquida** (FCC_A1+LIQUIDO), estão contidas no intervalo de solidificação entre as temperaturas *liquidus* das ligas (638, 626 e 611°C) e temperatura *solidus*(575°C);

- A fase **sólida monofásica** (FCC_A1), rica em alumínio. Na temperatura de 575°C, temos a máxima solubilidade de silício em alumínio, cerca de 1,65%Si;
- O **ponto eutético** que envolve a reação onde um líquido transforma-se em dois sólidos (DIAMOND_A4+FCC_A1), representado pela temperatura de 575°C e composição 12,6%Si;
- As **fases sólidas** (DIAMOND_A4+FCC_A1), onde a primeira fase (DIAMOND_A4) é mais rica em silício e a segunda enriquecida em alumínio, podem ser encontradas a temperaturas inferiores a 575°C com um teor de silício acima de 1,65%;
- O **coeficiente de partição em equilíbrio** (K_{eq}) é determinado pela relação da concentração de soluto no sólido e a concentração de soluto em líquido ($K_{eq}=C_S/C_L$), cujos os valores para as ligas de Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si são de 0,117, 0,104 e 0,101, respectivamente;
- Os intervalos de solidificação ($\Delta T=T_L-T_S$), são da ordem de 63°C, 51°C e 36°C para as ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, respectivamente. Esses intervalos possuem uma relação direta com as respectivas concentrações iniciais das ligas, onde quanto menor a concentração, maior será a temperatura *liquidus*, como consequência maior será o intervalo de solidificação. Para o caso da liga Al-3%Si temos a $T_L = 638^\circ\text{C}$, com composição de Al-5%Si temos $T_L=626^\circ\text{C}$ e na maior concentração Al-7%Si a $T_L = 611^\circ\text{C}$.

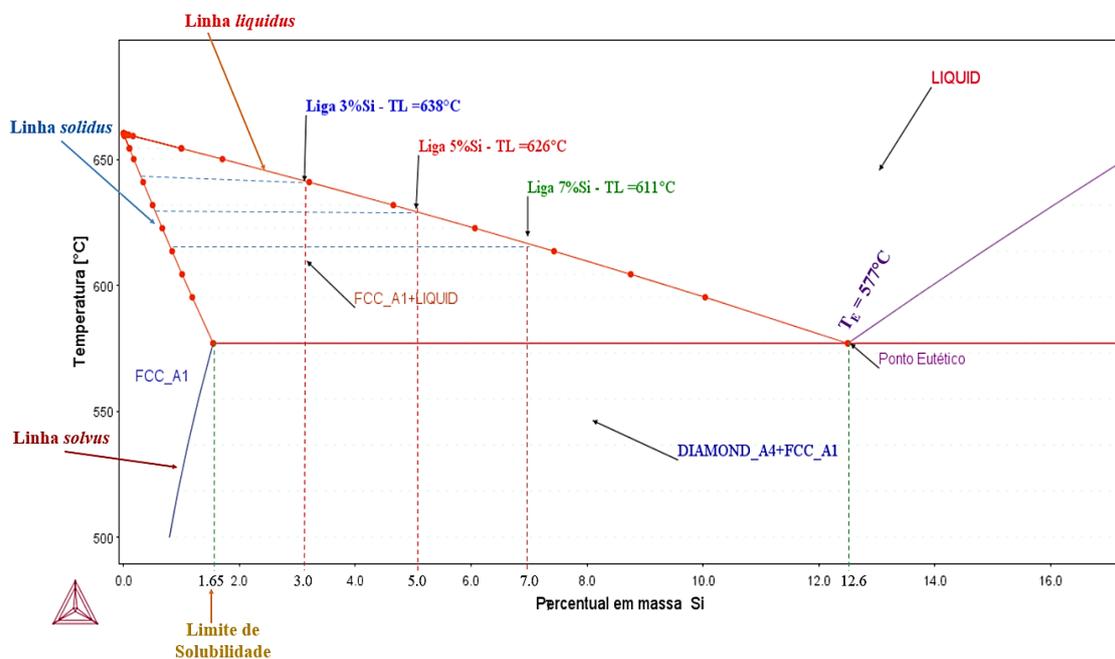


Figura 59: Diagrama de Fases do Sistema Al-Si determinado via Thermo-Calc com o banco de dados ALDEMO: Aluminum Demo Database v2.0.

5.2.1 Curva Experimental de Resfriamento Lento do Al-Puro

A Figura 60 apresenta a curva de resfriamento lento obtida experimentalmente para o alumínio comercialmente puro. Acima da temperatura de fusão(660°C), identificamos a fase líquida com um superaquecimento de 840°C. O tempo de solidificação local foi em torno de 8,5 minutos, observado no patamar de transformação de fases, correspondente ao tempo de liberação do calor latente. O processo de solidificação lento ocorreu com uma taxa de resfriamento em torno de 0,85 °C/s no meio líquido e 0,5 °C/s em meio sólido. Nesse caso em particular do resfriamento lento, observamos um único patamar, pois para o caso de solidificação de materiais puros o início e fim da solidificação ocorre em torno da temperatura de fusão.

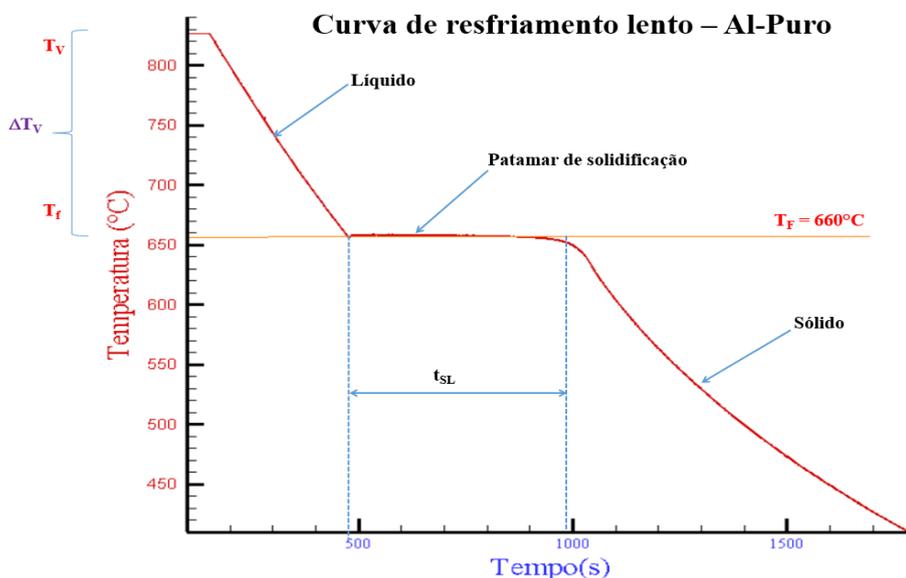


Figura 60: Curva experimental de resfriamento do Al-Puro.

5.2.2 Curva Experimental de Resfriamento Lento das Ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si

As Figuras 61, 62 e 63 expressam o experimental da curva de resfriamento lento das ligas com concentrações 3%, 5% e 7%Si. A aquisição dos dados começou a partir da fase líquida superaquecida com temperaturas em torno de 845°C, 835°C e 812°C para as Figuras 61, 62 e 63, respectivamente. O resfriamento lento acontece pela troca de calor do metal líquido no cadinho com o meio externo, sem ajuda de nenhum dispositivo de resfriamento.

À medida que ocorre o resfriamento lento nas Figuras 61, 62 e 63, foram identificadas as temperaturas *liquidus* (T_L) de 638°C, 626°C e 611°C, para as suas respectivas ligas de Al-

3%, Al-5% e Al-7%Si, através dos patamares observados durante os experimentos. Podemos concluir que o aumento da concentração de soluto, está associada a diminuição da temperatura *liquidus*. Esses valores da temperatura *liquidus* estão em concordância com os valores apresentados no Diagrama de Fases, Figura 59. Essa concordância entre os resultados obtidos experimentalmente em condições de solidificação lenta com os valores encontrados no Diagrama de Fases, reiteram que as composições das ligas adotadas são Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.

O tempo de solidificação local, é de 700s para a liga Al-3%Si (Figura 61), 620s para a liga Al-5%Si (Figura 62) e 440s para a liga Al-7%Si (Figura 63). Podemos concluir que concentrações menores e favorece um tempo de solidificação local foi maior, como previamente apresentado acima. Isso é devido ao aumento da temperatura *liquidus* com a diminuição da concentração de silício. Observamos nas Figuras 61, 62 e 63 que as taxas de resfriamento na fase líquida são da ordem de 0,77 °C/s para a liga Al-3%Si, 0,68 °C/s para a liga Al-5%Si e 0,63 °C/s para o caso da liga Al-7%Si, as quais são superiores as taxas de resfriamento encontradas na fase sólida que foram experimentalmente calculadas em 0,42 °C/s, 0,38 °C/s e 0,36 °C/s, respectivamente. Essa referida elevada taxa de resfriamento em meio líquido se deve a boa extração de calor em meio líquido durante o experimento de solidificação. Podemos observar nas Figuras 61, 62 e 63, um patamar bem definido a 575°C o qual representa a temperatura *solidus* seguido de uma queda abrupta de temperatura.

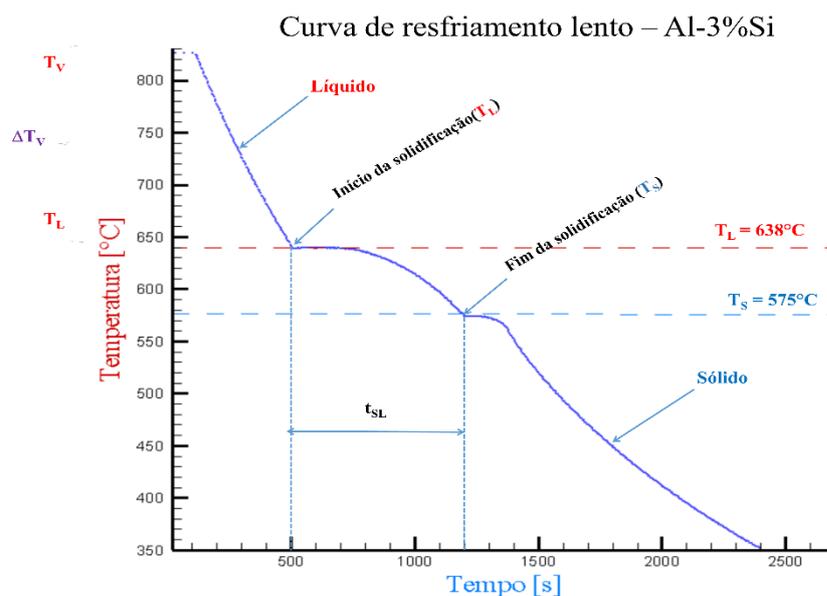


Figura 61: Curva experimental do resfriamento lento da liga Al-3%Si.

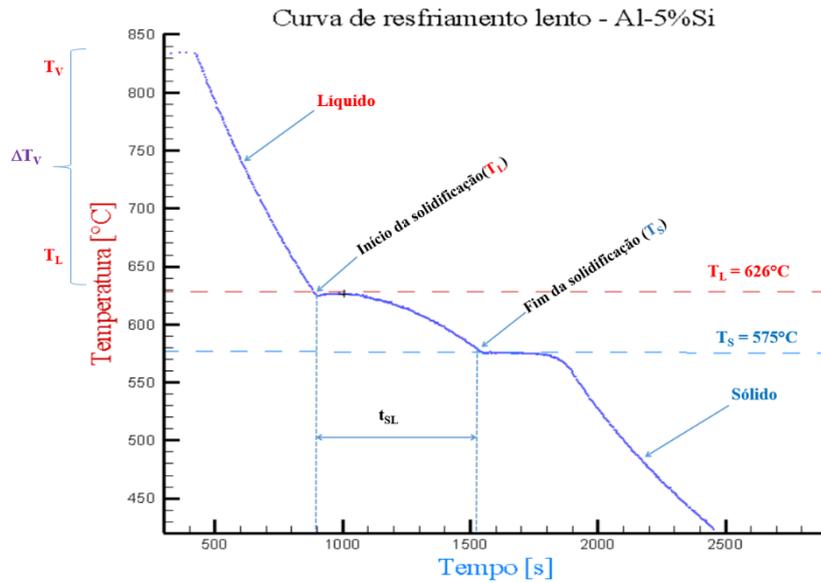


Figura 62: Curva experimental do resfriamento lento da liga Al-5%Si.

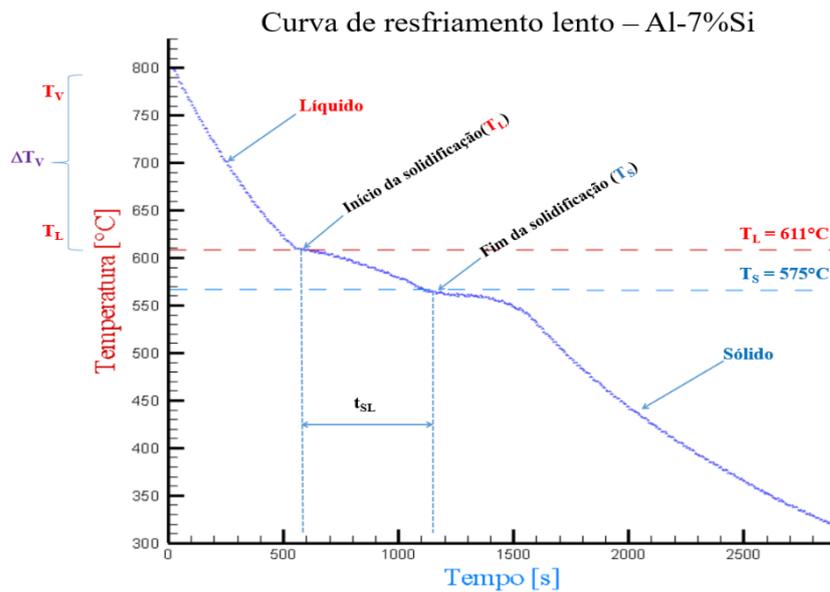


Figura 63: Curva experimental do resfriamento lento da liga Al-7%Si.

5.2.3 Curva de resfriamento das ligas Al-3%, Al-5% e Al-7%Si calculada via Thermo-Calc

As Figuras 64, 65 e 66 apresentam a variação da temperatura em função da fração de sólido determinada via Thermo-Calc utilizando-se da equação de Scheil. A linha pontilhada corresponde a um resfriamento em condições de equilíbrio. Para a liga Al-3%Si temos uma temperatura *liquidus* acerca de 642°C (Figura 64), enquanto que para liga Al-5%Si encontramos

uma temperatura *liquidus* de 629°C (Figura 65) e para a liga Al-7%Si a temperatura *liquidus* calculada foi aproximadamente de 611°C (Figura 66), acima das citadas T_L temos a fase líquida. Vale aqui ressaltar que a pequena diferença entre as temperaturas *liquidus* aqui apresentadas com as obtidas através do diagrama de fases do sistema Al-Si (Figura 59) se deve a precisão na determinação das referidas temperaturas a partir dos gráficos gerados.

Os resultados calculados expressos nas Figuras 64, 65 e 66, em comparação com os resultados experimentais identificados nas Figuras 61, 62 e 63, apresentam uma boa concordância. Ao analisarmos o caminho da solidificação apresentado nas Figuras 64, 65 e 66, podemos concluir que a fase sólida primária formada é denominada FCC_A1. A proporção dessa fase sólida primária (FCC_A1) é aumentada a partir de T_L , enquanto que a fase líquida é diminuída. Vale aqui destacar que ambas as fases (sólido e líquido) irão coexistir entre as temperaturas *liquidus* e *solidus*. Ao atingir a temperatura *solidus* (577°C) observamos uma fração solidificada (sólido primário, FCC_A1) de 0,87 para a liga Al-3%Si (Figura 64), 0,69 para a liga Al-5%Si (Figura 65) e 0,51 para o caso da liga Al-7%Si (Figura 66). A fração de líquido remanescente com elevada concentração de silício ($\cong 12,6\%Si$) a temperatura *solidus* é 0,13 para a liga Al-3%Si (Figura 65), 0,31 para a liga Al-5%Si e finalmente 0,49 para o caso da liga Al-7%Si. Assim, podemos concluir que após o processo de solidificação, o nosso material considerado, será constituído de microestruturas ricas em alumínio (sólido primário, FCC_A1) cercados por uma região com alto teor de silício (DIAMOND_A4+FCC_A1) conforme apresentado nas Figuras 64, 65 e 66.

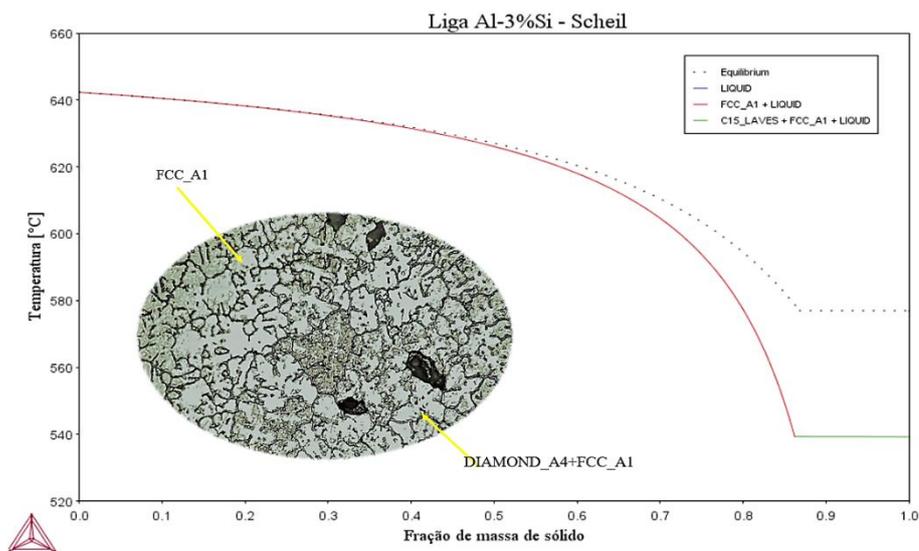


Figura 64: Curva de resfriamento lento Al-3%Si via Thermo-Calc calculada pela equação de Scheil.

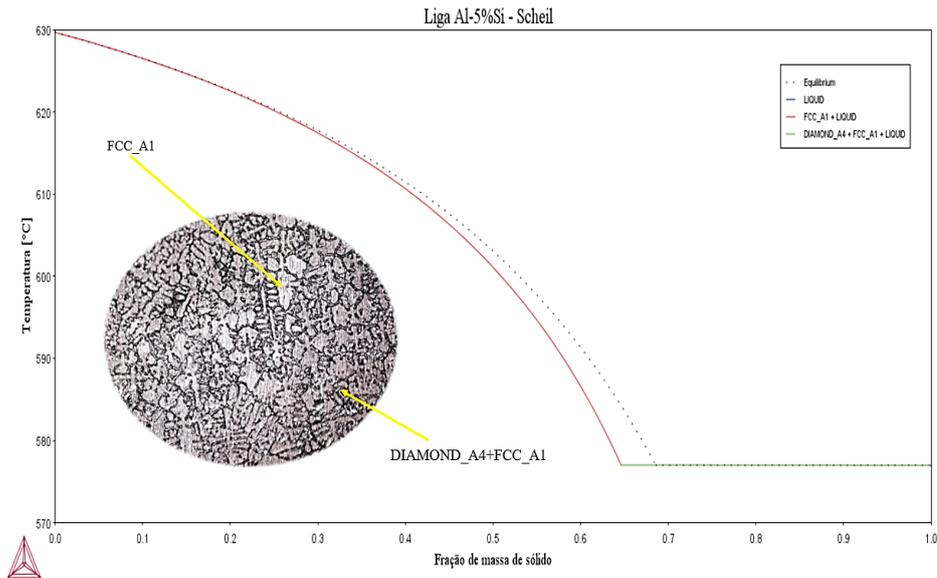


Figura 65: Curva de resfriamento lento Al-5%Si via Thermo-Calc calculada pela equação de Scheil.

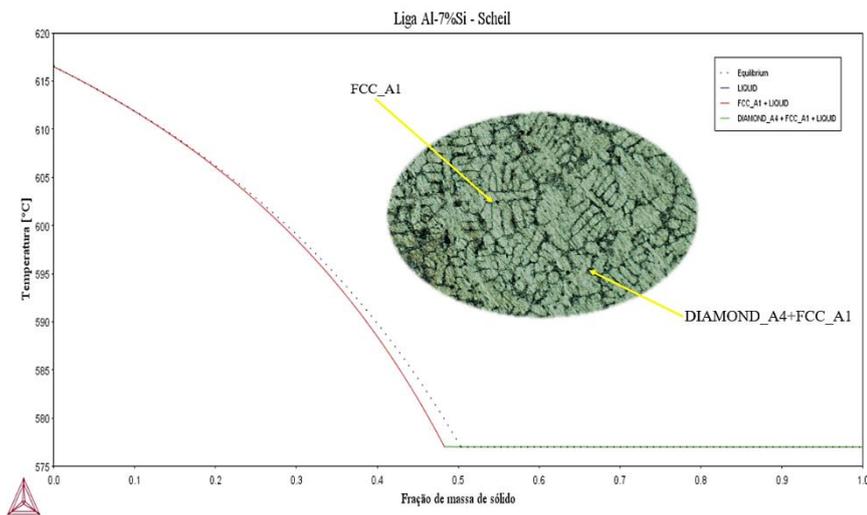


Figura 66: Curva de resfriamento lento Al-7%Si via Thermo-Calc calculada pela equação de Scheil.

O coeficiente de partição, temperatura *liquidus* e *solidus*, intervalo de solidificação e proporção de fases sólido e líquido no ponto eutético para as ligas consideradas no presente trabalho, são evidenciados na Tabela 4. Vale aqui destacarmos que menores coeficientes de partição bem como maiores intervalos de solidificação podem favorecer o fenômeno de segregação durante o processo de solidificação em ligas de alumínio.

Tabela 4: Propriedades termofísicas das ligas de Al-Si.

Liga de Al-Si	Coeficiente de partição (k _{eq})	Temperatura <i>liquidus</i> (T _L)	Temperatura <i>solidus</i> (T _S)	Intervalo de solidificação (T _L - T _S)	Ponto Eutético	
					Sólido (%)	Líquido (%)
Al-3%Si	0,117	638°C	575°C	63°C	87%	13%
Al-5%Si	0,104	626°C	575°C	51°C	69%	31%
Al-7%Si	0,101	611°C	575°C	36°C	51%	49%

5.3 As Variáveis Térmicas Obtidas nos Experimentos de Solidificação

As curvas de resfriamento do Al-Puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, foram obtidas durante os experimentos de solidificação unidirecional vertical ascendente. Os dados provenientes da análise das curvas de resfriamento (temperatura versus tempo), permitiram a determinação dos seguintes parâmetros térmicos de solidificação: velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), taxa de resfriamento (\dot{T}), gradiente térmico (G_L) e o tempo de solidificação local (t_{SL}). Esses resultados obtidos a partir dos experimentos de solidificação dos materiais considerados no presente trabalho, são apresentados e discutidos a seguir.

5.3.1 Curvas de Resfriamento de Al-Puro

Na Figura 67, observamos os resultados obtidos experimentalmente do Al-puro, que foi vazado no molde metálico, com uma temperatura de vazamento de 759°C, em torno de 15% de superaquecimento acima da T_F = 660°C. Na Figura 67, podemos observar uma maior inclinação das curvas temperatura em posições mais próximas a base do lingote, por outro lado, à medida que afastamos da base, essa citada inclinação torna-se menos acentuada. Isso se deve ao fato, que a base da lingoteira é resfriada pelo sistema de resfriamento a água. Quanto mais afastados estamos em relação ao sistema de resfriamento, maior será a proporção da camada solidificada, o que pode influenciar na taxa de extração de calor do sistema.

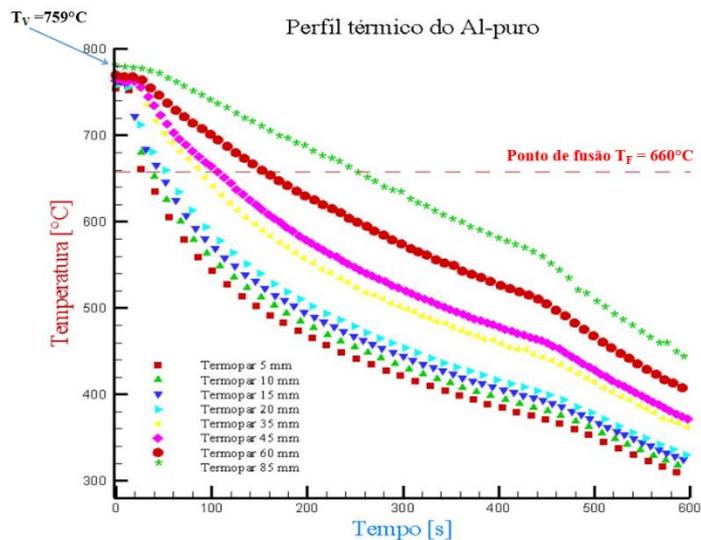


Figura 67: Temperatura versus tempo em diferentes posições do lingote para Al-Puro.

5.3.2 Curvas de Resfriamento das Ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si

Na Figura 68, observamos os resultados obtidos experimentalmente da liga Al-3%Si, que foi vazada no molde metálico, com uma temperatura de vazamento (T_V), em torno de 15% acima da temperatura *liquidus* de ($T_L = 638^\circ\text{C}$), ou seja, uma temperatura de vazamento de $733,7^\circ\text{C}$. A liga Al-3%Si, neste teor, consideramos que a solidificação se inicia ao atingir a temperatura *liquidus* de 638°C e finaliza a transformação ao atingir a temperatura *solidus* de 575°C . Vale aqui destacar que, com as temperaturas *liquidus* e *solidus* consideradas, a liga binária Al-3%Si apresenta um intervalo de solidificação de 63°C .

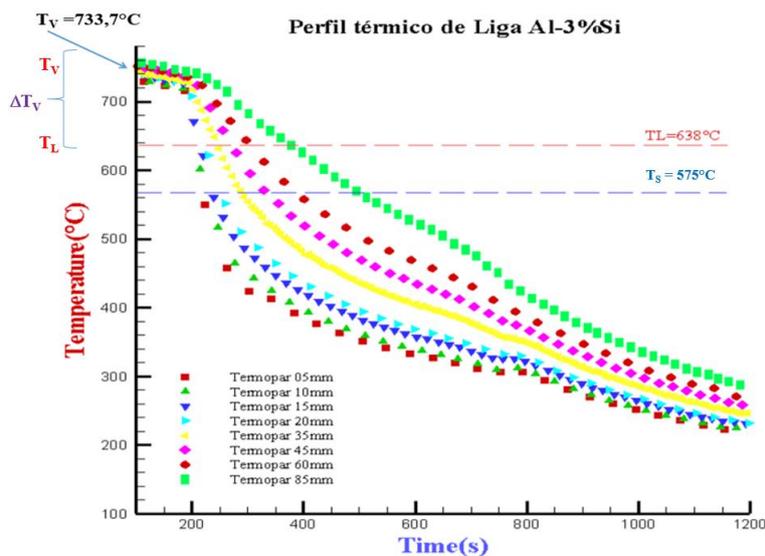


Figura 68: Temperatura versus tempo para diferentes posições do lingote da liga Al-3%Si.

Na Figura 69, observamos os resultados obtidos para liga Al-5%Si. Essa liga foi vazada no molde metálico com uma temperatura de 720°C, a qual admitimos como a nossa temperatura de vazamento. Sendo a temperatura de vazamento (T_V) em torno de 15% acima de sua respectiva temperatura *liquidus* de 626°C. Neste composto, admitimos que a solidificação se inicia ao atingir a temperatura de 626°C e finaliza o processo de solidificação ao atingir sua temperatura *solidus* de 575°C, com um respectivo intervalo de solidificação de 51°C.

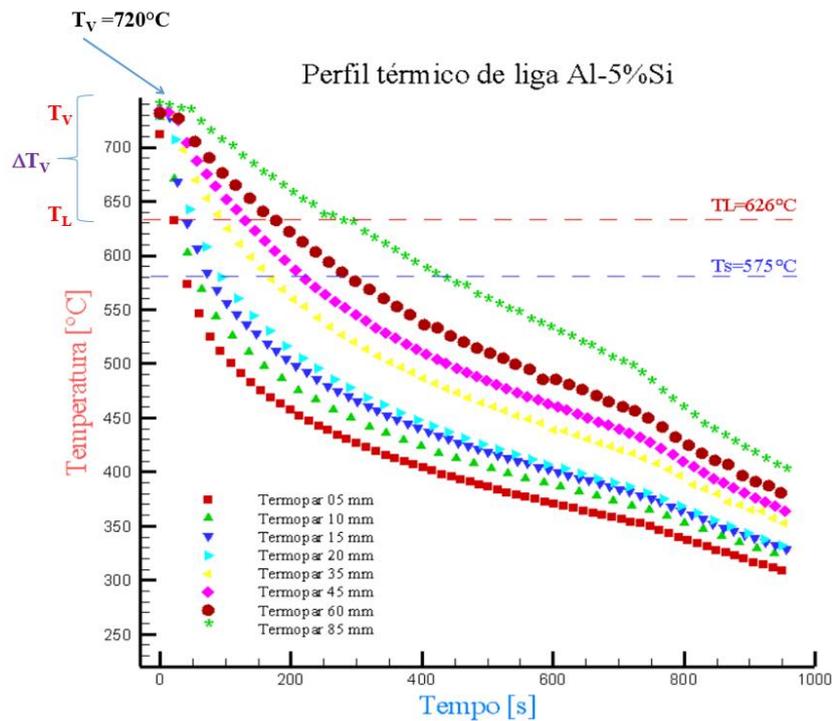


Figura 69: Temperatura versus tempo em diferentes posições do lingote para liga Al-5%Si.

Na Figura 70, os resultados da temperatura versus tempo, obtidos para liga Al-7%Si são apresentados e discutidos. Novamente procuramos adotar uma padronização em nossos experimentos, ou seja, projetamos nosso sistema de arrefecimento a água para ser acionado quando a temperatura da lingoteira estivesse a uma temperatura equivalente a 15% acima da temperatura *liquidus* da liga considerada. Vale aqui destacar que essa padronização na temperatura de vazamento (T_V) se faz necessário, uma vez que esse citado parâmetro poderia afetar as condições dos experimentos de solidificação, como por exemplo: velocidade de solidificação, taxa de solidificação e tempo de solidificação local. Para a liga considerada (Al-7%Si) a temperatura *liquidus* admitida foi de 611°C, com uma temperatura de vazamento de 703°C. Assim como nos experimentos de solidificação das ligas anteriores, consideramos que a solidificação iniciou em T_L (611°C) e finalizou em sua T_S (575°C), com um intervalo de solidificação de 36°C.

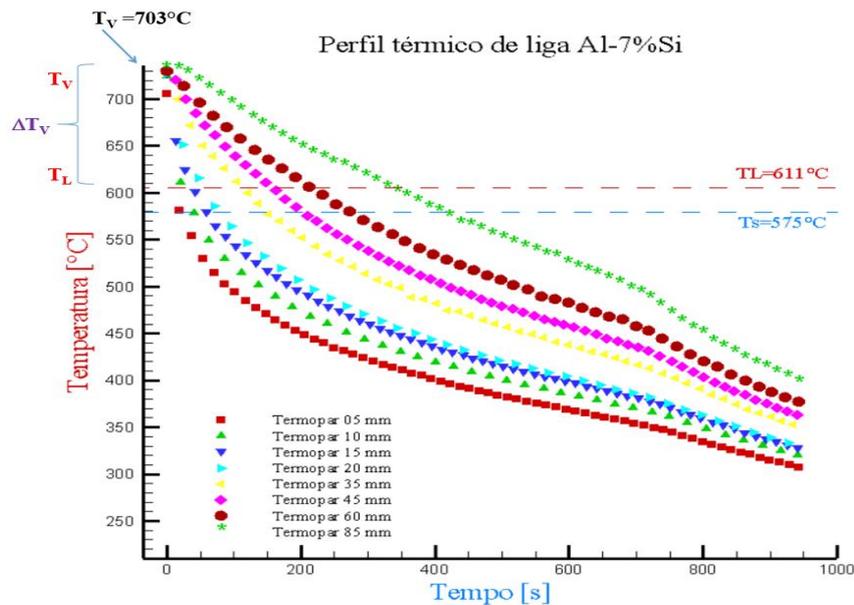


Figura 70: Temperatura versus tempo em diferentes posições do lingote para liga Al-7%Si.

As curvas de resfriamento (temperatura versus tempo) até aqui apresentadas, Figuras 67, 68, 69 e 70, apresentaram perfis semelhantes, ou seja, curvas acentuadas em regiões próximas a base do lingote, onde se encontra o sistema de resfriamento, e à medida que afastamos da base da lingoteira, observamos uma diminuição dessas inclinações.

5.3.3 Tempo de Passagem das Temperaturas Críticas

A partir dos resultados apresentados nas Figuras 67, 68, 69 e 70, o tempo de passagem em cada posição dos termopares ao longo dos lingotes para a temperatura de fusão (alumínio puro) e temperatura *liquidus* (ligas) puderam ser determinados, como é mostrado e discutido nas Figuras 71, 72, 73 e 74. O tempo de passagem das citadas temperaturas críticas (T_f e T_L), são representados pelos resultados dos pares ordenados da posição versus tempo. Onde a posição (P) é em relação à base do lingote solidificado, enquanto o tempo (t), representa o instante em que a posição atingiu as suas respectivas temperaturas críticas (T_f ou T_L).

Podemos observar na Figura 75, que o sistema Al-3%Si superestimou os valores posição versus tempo quando comparado aos outros sistemas (Al-Puro, Al-5%Si e Al-7%Si). Por outro lado, para o metal puro (Al) esses valores foram subestimados quando confrontados com os demais resultados. Vale também ressaltar que foi possível observar uma tendência do efeito do teor de silício sobre essa variável, ou seja, quanto maior teor de silício a curva desloca-se para baixo.

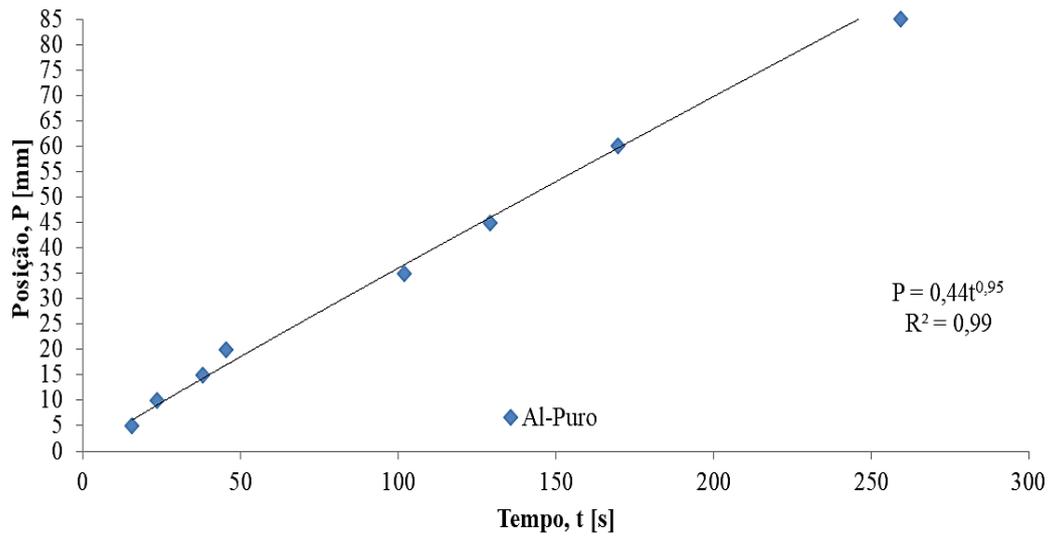


Figura 71: Posição da temperatura de fusão versus tempo para Al-Puro.

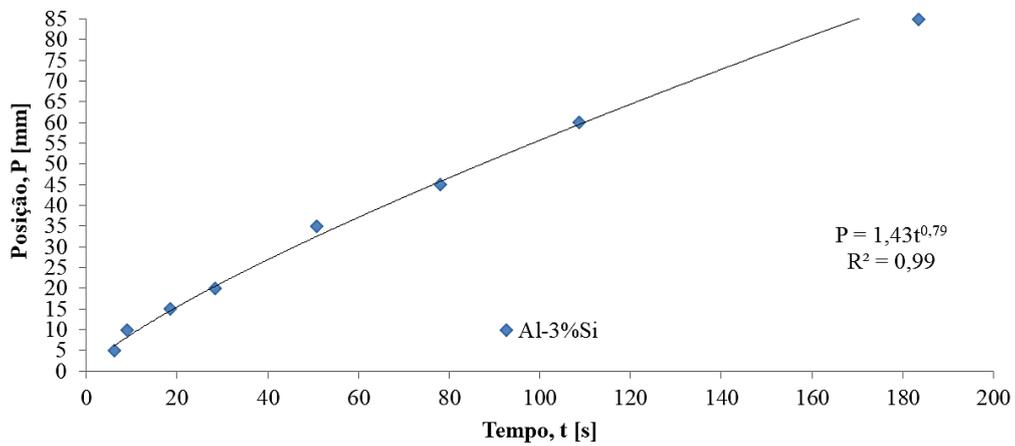


Figura 72: Posição da temperatura *liquidus* versus tempo para liga Al-3%Si.

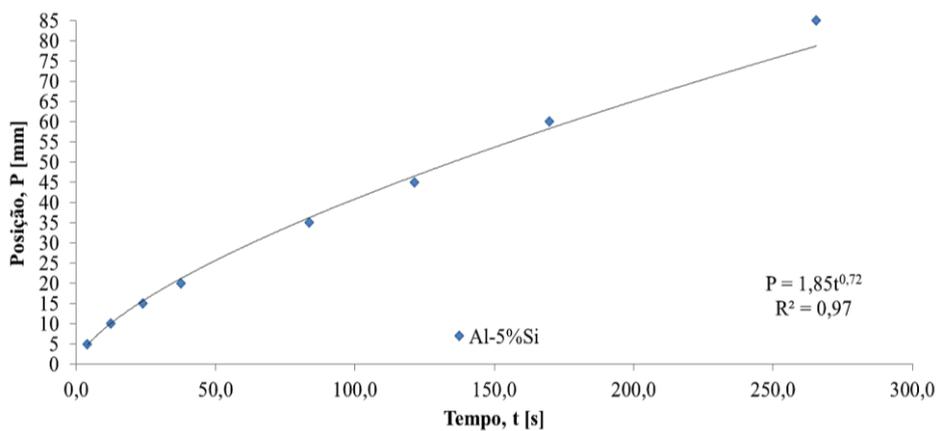


Figura 73: Posição da temperatura *liquidus* versus tempo para liga Al-5%Si.

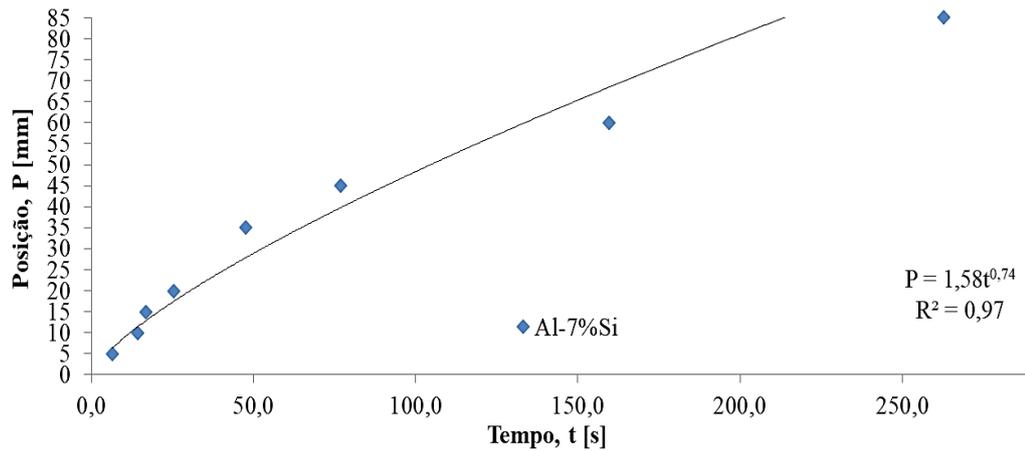


Figura 74: Posição da temperatura *liquidus* versus tempo para liga Al-7%Si.

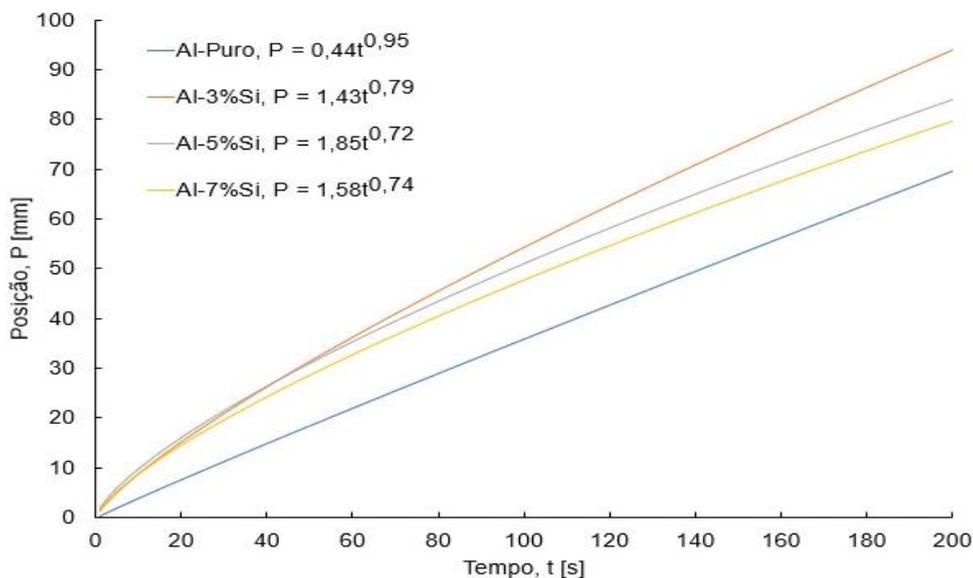


Figura 75: Posição das temperaturas críticas (T_F e T_L) versus tempo.

A partir das equações experimentais ($P=f(t)$) aqui apresentadas, utilizando-se da derivação em relação ao tempo, podemos determinar a velocidade em função do tempo ($V_L = f'(t)$), como será apresentado e discutido no item a seguir.

5.3.4 Velocidade de Deslocamento (V_L) das Temperaturas Críticas

Para propósito de comparação, as curvas de velocidade versus tempo são plotadas no mesmo gráfico, Figura 76.

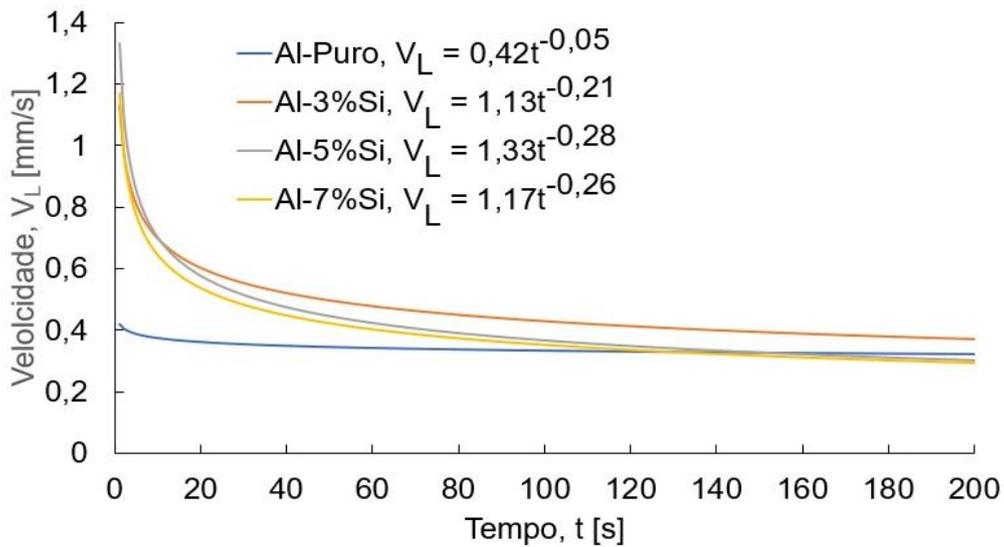


Figura 76: Velocidade de deslocamento das temperaturas críticas (T_F e T_L) versus tempo (t).

Podemos observar na Figura 76 que o sistema da liga Al-3%Si apresentou as maiores velocidades de deslocamento, seguida das ligas Al-5%Si, Al-7%Si e por último o metal puro Al. É interessante destacarmos que para o caso das ligas binárias (Al-Si) observamos uma ampla variação nas velocidades de deslocamento das temperaturas *liquidus*, ou seja, de aproximadamente 1,4 mm/s no início da solidificação a 0,3 mm/s em tempos mais avançados dos referidos experimentos. Altas velocidades de solidificação poderá afetar na macroestrutura fundida, bem como nos perfis de microsegregação, por outro lado, o citado amplo intervalo de velocidades (de 1,4 a 0,3 mm/s) poderá ter efeito sobre a variação do refinamento microestrutural bem como nas propriedades mecânicas da peça fundida. A partir das equações $P = f(t)$ e $V_L = f(t)$, podemos obter a seguinte relação de $V_L = f(P)$ para os sistemas com Al-Puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, essas relações são mostradas na Figura 77.

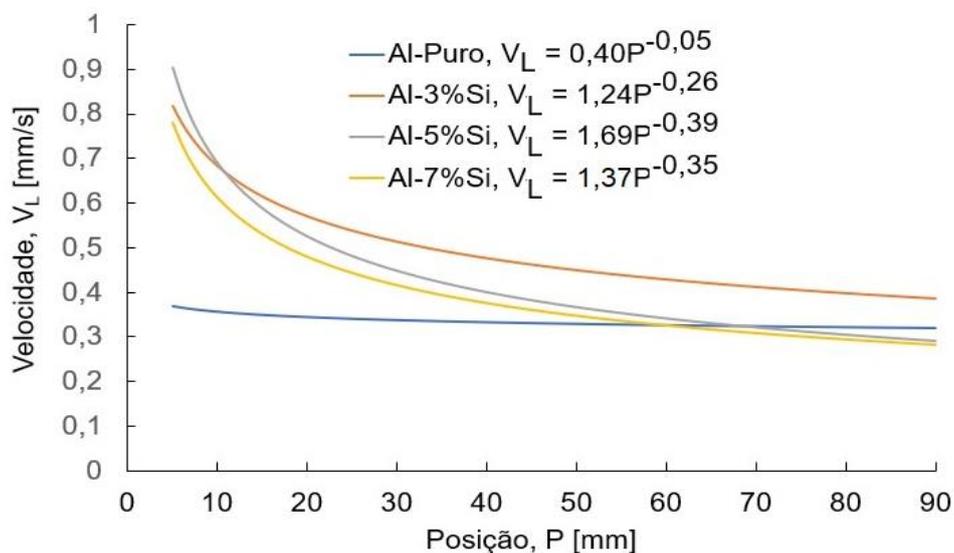


Figura 77: Velocidade de deslocamento das temperaturas críticas (T_F e T_L) versus posição (P).

Os perfis apresentados na Figura 77, são semelhantes a aqueles apresentados na Figura 76, ou seja, para a liga Al-3%Si observamos as maiores velocidades de deslocamento da temperatura *liquidus*, seguida em ordem decrescente das curvas das velocidades de deslocamento das temperaturas críticas para Al-5%Si, Al-7%Si e Al-puro. Destacamos também os amplos intervalos de velocidades das ligas (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si), por outro lado, a velocidade de deslocamento do Al-puro apresentou pouca variação, sendo o seu valor em torno de 0,35 mm/s. Para a liga Al-3%Si encontramos a maior velocidade em torno de 0,8 mm/s na posição de 5 mm e em posições mais afastadas da base da lingoteira, essa velocidade foi determinada em 0,4 mm/s. Essas variações nas velocidades de deslocamento estão associadas ao sistema de resfriamento a água, localizada na base da lingoteira e também ao aumento da resistência térmica das regiões solidificadas. Os perfis de velocidade versus posição são resultados amplamente discutidos em diversos artigos, entre eles podemos citar (BAPTISTA, 2018), (PARADELA, 2019) e (CHRISÓSTIMO, 2019). No item a seguir será discutido as taxas de resfriamento determinadas durante os experimentos de solidificação unidirecional ascendente do metal puro (Al) e das ligas binárias (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si).

5.3.5 Taxas de Resfriamento (\dot{T})

As taxas de resfriamento (\dot{T}) versus posição, expressas nas Figuras 78, 79, 80 e 81, foram obtidas experimentalmente a partir da intersecção das retas de cada temperatura crítica (T_F e T_L) nas curvas de resfriamento das posições dos 8 termopares (Figuras 67, 68, 69 e 70), através do resultado da leitura do gradiente das temperaturas, imediatamente antes e após as passagens das temperaturas críticas com os seus tempos correspondentes, isto é, $\dot{T} = \Delta T/\Delta t$.

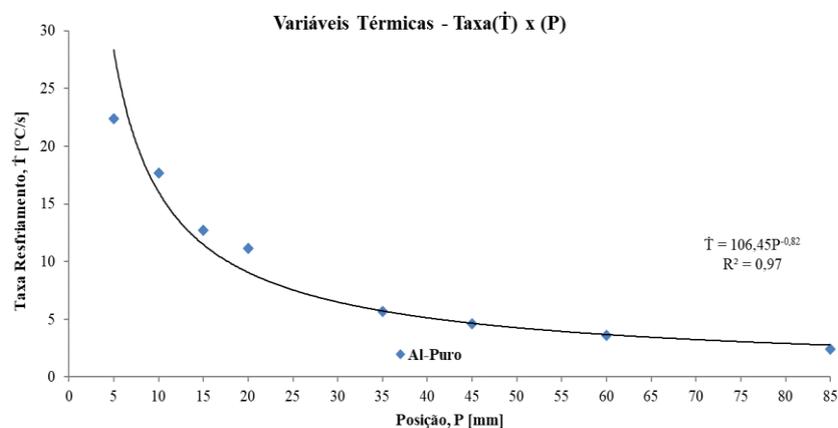


Figura 78: Taxa de resfriamento em função da posição para Al-Puro.

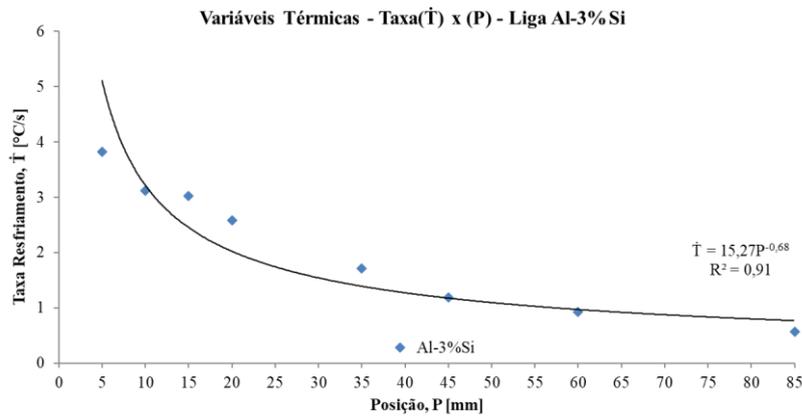


Figura 79: Taxa de resfriamento em função da posição para liga Al-3%Si.

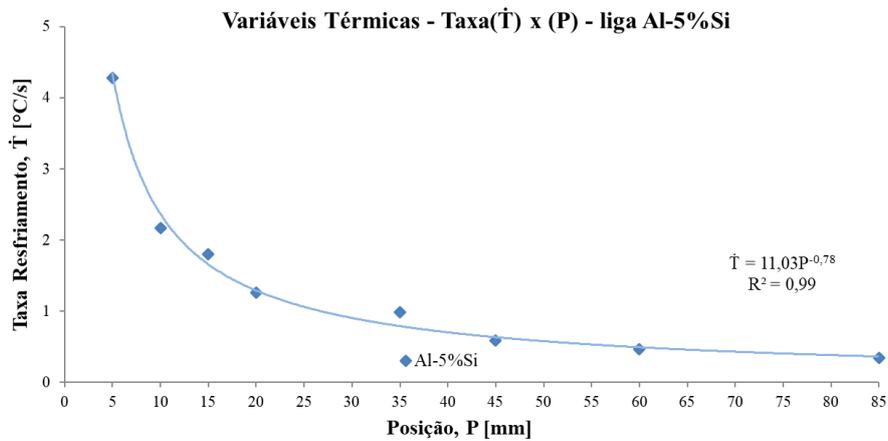


Figura 80: Taxa de resfriamento em função da posição para a Al-5%Si.

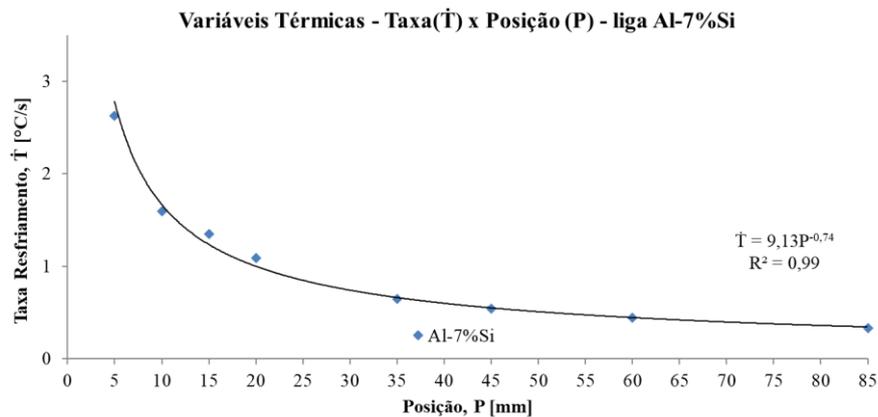


Figura 81: Taxa de resfriamento em função da posição para a liga Al-7%Si.

Nas Figuras 78, 79, 80 e 81, podemos observar altas taxas de resfriamento em posições próximas a base do lingote, onde foi posicionado o sistema de resfriamento, à medida que afastamos da sua base, observamos uma diminuição gradual dessa taxa de resfriamento. A

razão desse comportamento, também está associada ao sistema de resfriamento e ao aumento da resistência térmica das novas camadas solidificadas durante os experimentos. Para propósito de comparação entre as taxas de resfriamento para diferentes sistemas considerados (Al, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si), apresentamos a Figura 82.

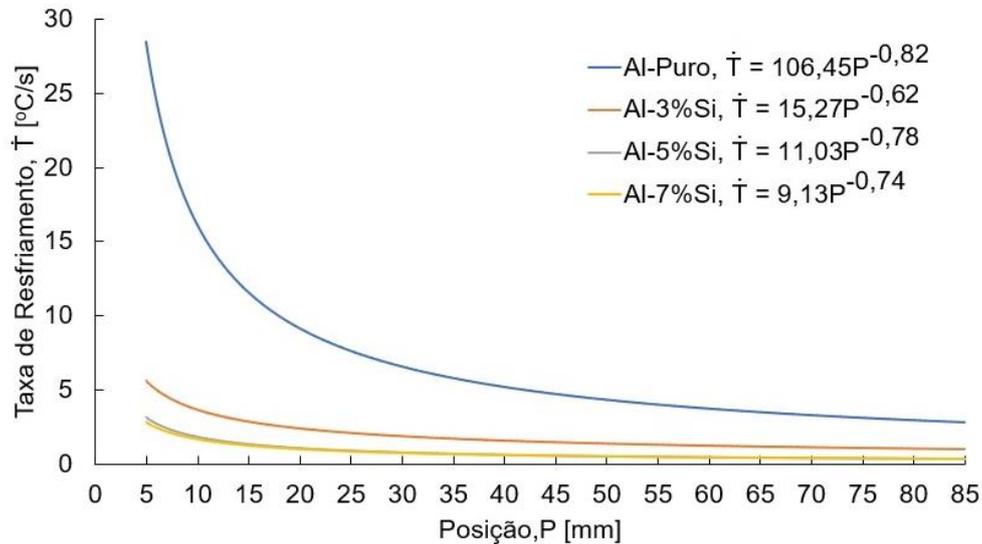


Figura 82: Taxa de resfriamento em função da posição para os sistemas considerados (Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si).

A partir da Figura 82, podemos concluir que as maiores taxas de resfriamento estão associadas a pureza do material, ou seja, o sistema considerando o alumínio puro superestimou os valores da taxa de resfriamento quando comparamos aos demais sistemas binários (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si). Esse comportamento apresentado na Figura 82, se deve ao fato que a condutividade térmica do Al-puro é de aproximadamente $237 \text{ W/m}^2 \text{ }^\circ\text{C}$ enquanto que para as ligas de Al-Si suas respectivas condutividades são da ordem de $145 \text{ W/m}^2 \text{ }^\circ\text{C}$, como sugerido por (JUNIOR, 2020) e (BAPTISTA, 2020). As adições de 3%Si em massa, provocou uma redução média de 70% na taxa de resfriamento, enquanto que as adições de 5%Si e 7%Si a redução média da referida variável térmica ficou na ordem de 88% quando comparado ao sistema para Al-puro.

5.3.6 Gradiente Térmico (G_L)

A representação da distribuição das temperaturas por unidade de comprimento na solidificação, Figura 83, é determinada pela diferença de temperatura a frente da interface S/L, sendo definido por $G_L = dT/dx$. A existência de elevados gradientes térmicos torna favorável

o surgimento de grãos colunares e um conseqüente refinamento da estrutura, (CHRISÓSTIMO, 2019), (QUINELATO, 2020). O citado gradiente diminui com o avanço da solidificação, visto que a temperatura ao longo do lingote tende a ser mais homogênea. O deslocamento da interface S/L, caracteriza-se por uma queda da diferença temperatura entre a fase sólida recém formada e o material ainda líquido. Uma forma alternativa de determinar os gradientes é através da relação, $G = \frac{\dot{T}}{v_L}$, como previamente discutido, e considerado no presente trabalho.

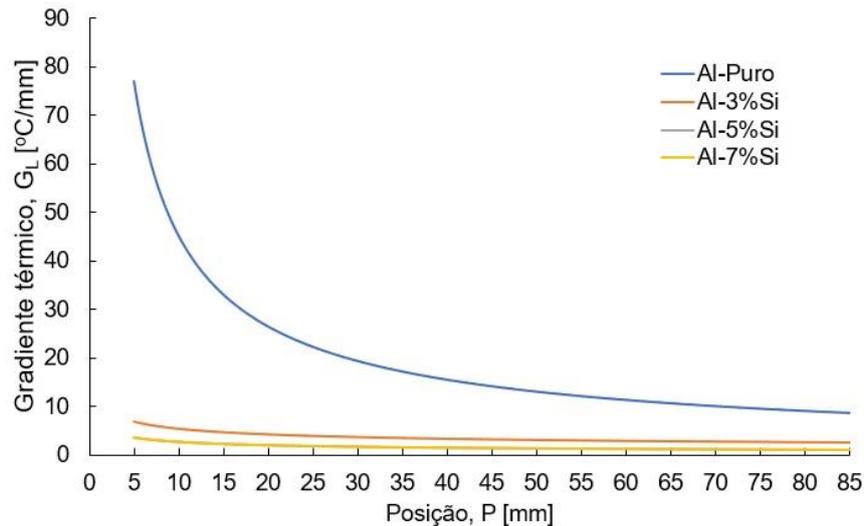


Figura 83: Gradiente térmico em função da posição para os sistemas de Al-Puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.

Assim como observado nos resultados para a taxa de resfriamento versus posição, Figura 82, os resultados apresentados na Figura 83, indicam que a pureza do material favorece o gradiente térmico, ou seja, o Al-puro apresentou os maiores valores do gradiente quando comparados aos sistemas binários (Al-Si). Entre as ligas binárias, o Al-3%Si, o qual tem o menor teor de soluto apresentou o segundo maior gradiente térmico. Pode-se também observar uma diminuição do gradiente térmico com a posição do lingote solidificado, ou seja, à medida que interface sólido-líquido se desloca ao longo do fundido há uma queda dos valores do gradiente de temperatura entre a fase sólida recém formada e o material ainda no estado líquido. Vale aqui destacar que as variáveis térmicas como taxa de resfriamento e gradiente térmicos podem influenciar fortemente os surgimentos de novos grãos, como consequência favorecendo uma microestrutura refinada segundo Júnior (JÚNIOR, 2020).

5.3.7 Tempo de Solidificação Local (t_{SL})

O tempo de solidificação local (t_{SL}) é determinado como a diferença entre o tempo de passagem da isoterma *solidus* e o tempo de passagem da isoterma *liquidus* por uma determinada posição P ao longo da peça em solidificação. Uma forma alternativa de calcular esse tempo local de solidificação e também adotada no presente trabalho, é através da relação $t_{SL} = T_L - T_S / \dot{T}$, segundo Baptista (BAPTISTA, 2018). Os valores de t_{SL} versus P , para todos os sistemas binários considerados (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si) são apresentados na Figura 84, para propósitos de comparação. Os tempos entre as passagens das isotermas *liquidus* e *solidus* expressos na Figura 84, demonstram que seus valores são menores em posições próximas à base refrigerada, isto ocorre devido à maiores velocidades de deslocamento das temperaturas críticas, ocorridas nessas regiões em consequência dos altos valores das taxas de resfriamento. Os valores do tempo de solidificação local tendem a crescer à medida que as taxas de resfriamento e velocidade de solidificação decrescem, fato esse observado em regiões próximas ao topo do lingote solidificado. Admitindo que a temperatura na ponta da dendrita seja igual à temperatura *liquidus*, a velocidade da ponta da dendrita é igual à velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*. Assim como a temperatura na raiz da dendrita é a *solidus*, e então a velocidade da raiz da mesma é igual a velocidade de avanço da isoterma *solidus*, (JUNIOR, 2019) e (SOUSA, 2019). Vale aqui destacar que o tempo de solidificação local é dependente do intervalo de solidificação ($T_L - T_S$) e da taxa de resfriamento (\dot{T}), no entanto, o efeito do teor de silício sobre essa referida variável térmica não pode ser observado.

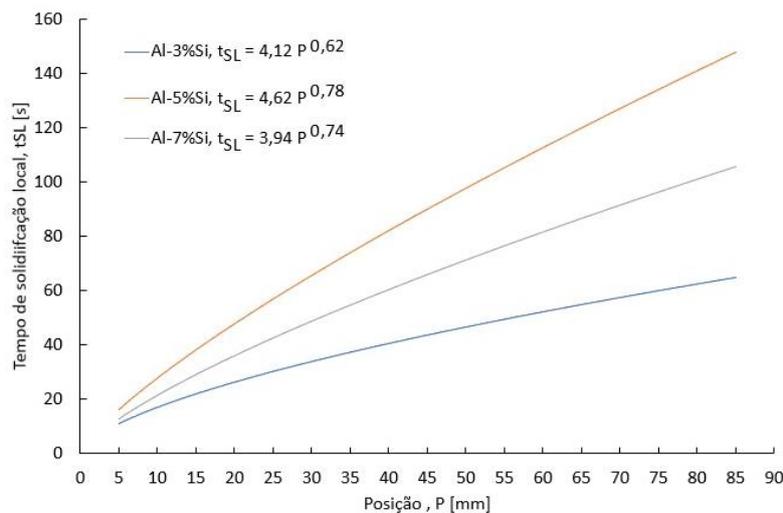


Figura 84: Tempo de solidificação local em função da posição para os sistemas binários (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si).

Elevados tempos de solidificação local tendem a favorecer microestruturas mais grosseiras, como discutidos por (CHRISÓSTIMO, 2019) e (PARADELA, 2020). Um resumo das variáveis térmicas para os sistemas considerados (Al-Puro e ligas binárias) são apresentados na Tabela 5 a seguir.

Tabela 5: Variáveis térmicas identificadas para Al-Puro e ligas binárias de Al-Si.

Ligas	$P(\text{mm/s}) \times t$	$V_L(\text{mm/s}) \times P$	$V_L(\text{mm/s}) \times t$	$\dot{T}(\text{K/s}) \times P$	$G_L(\text{K/mm}) \times P$	$t_{SL}(\text{s}) \times P$
Al-Puro	$P = 0,44t^{0,95}$	$V_L = 0,40P^{-0,05}$	$V_L = 0,42t^{-0,05}$	$\dot{T} = 106,45P^{-0,82}$	$G_L = 181,69P^{-0,38}$	--
Al-3%Si	$P = 1,43t^{0,79}$	$V_L = 1,24P^{-0,26}$	$V_L = 1,13t^{-0,21}$	$\dot{T} = 15,27P^{-0,65}$	$G_L = 13,42P^{-0,47}$	$t_{SL} = 4,12P^{0,62}$
Al-5%Si	$P = 1,85t^{0,72}$	$V_L = 1,69P^{-0,39}$	$V_L = 1,33s^{-0,28}$	$\dot{T} = 11,032P^{-0,78}$	$G_L = 9,31P^{-0,46}$	$t_{SL} = 4,62P^{0,78}$
Al-7%Si	$P = 1,58t^{0,74}$	$V_L = 1,37P^{-0,35}$	$V_L = 1,17t^{-0,26}$	$\dot{T} = 9,13P^{-0,74}$	$G_L = 5,08P^{-0,47}$	$t_{sl} = 3,94P^{0,74}$

5.4 Macroestrutura e Microestruturas

A caracterização das estruturas de solidificação, particularmente das macros e microestruturas dos sistemas Al-puro e das ligas Al-Si, é fundamental para a análise subsequente que se fará quanto a relação das variáveis térmicas e das características das dessas estruturas. O levantamento metalográfico foi realizado no Laboratório de Metalografia da UFF, objetivando definir e quantificar as macros e microestruturas fundidas.

5.4.1 Macroestruturas do Al-Puro e das Ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si

As macroestruturas dos sistemas Al-Puro e das três ligas de Al-Si solidificadas unidirecionalmente na forma vertical ascendente são apresentadas na Figura 85, para propósito de comparação. Nos lingotes obtidos para todos os sistemas analisados, observou-se a ocorrência de estruturas predominantemente colunares, o que dá indicações seguras de que a solidificação ocorreu através transferência de calor unidirecional. O Al-Puro e as ligas foram solidificadas unidirecionalmente na forma ascendente em moldes descrito anteriormente e vazadas com superaquecimento conforme previamente discutido. Constata-se, na Figura 85, a ocorrência de estruturas totalmente colunares para o Al-Puro e colunares e equiaxiais para as

ligas Al-Si, com surgimento não abrupto da Transição Colunar/Equiaxial (TCE), isto é, com uma região gradual de transição colunar/equiaxial. Vale aqui destacar que a TCE é mais facilmente detectada para as ligas Al-3%Si e Al-5%Si, enquanto que a liga com maior teor de silício (Al-7%Si), essa transição de estrutura colunar para equiaxial não é claramente observada. A região da transição colunar/equiaxial a partir da base do lingote diminui com o aumento do teor de Si da liga, como mostrado na Figura 85. A Tabela 6 mostra os resultados das posições da TCE, das velocidades da isoterma *liquidus*, gradientes térmicos e taxas de resfriamento determinados experimentalmente, para todas as ligas binárias consideradas (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si). A partir da Tabela 6, podemos constatar que o teor de silício afetou a posição da TCE, ou seja, uma maior concentração de soluto favoreceu a antecipação da TCE. No entanto, essa discussão é controversa na Literatura, pois autores como GANDIN, 2000 e PERES, 2005, em seus trabalhos declararam não ser possível observar o efeito do teor de soluto na TCE, enquanto que GOMES, 2012 apresentou resultados com ligas binárias que identificam o efeito do teor de soluto na TCE. A partir dos relatos aqui apresentados, esse assunto precisa ser melhor discutido, com trabalhos que foquem apenas nessa relação entre teor de soluto e TCE.

Tabela 6: Relação da TCE com V_L , G_L e \dot{T} .

Sistemas	Posição da TCE (mm)	Velocidade da Temperatura <i>liquidus</i> (mm/s)	Gradiente térmico (°C/mm)	Taxa de Resfriamento (°C/s)
Al-3%Si	130	0,35	1,36	0,64
Al-5%Si	121	0,26	1,02	0,26
Al-7%Si	≈110	0,26	0,56	0,27

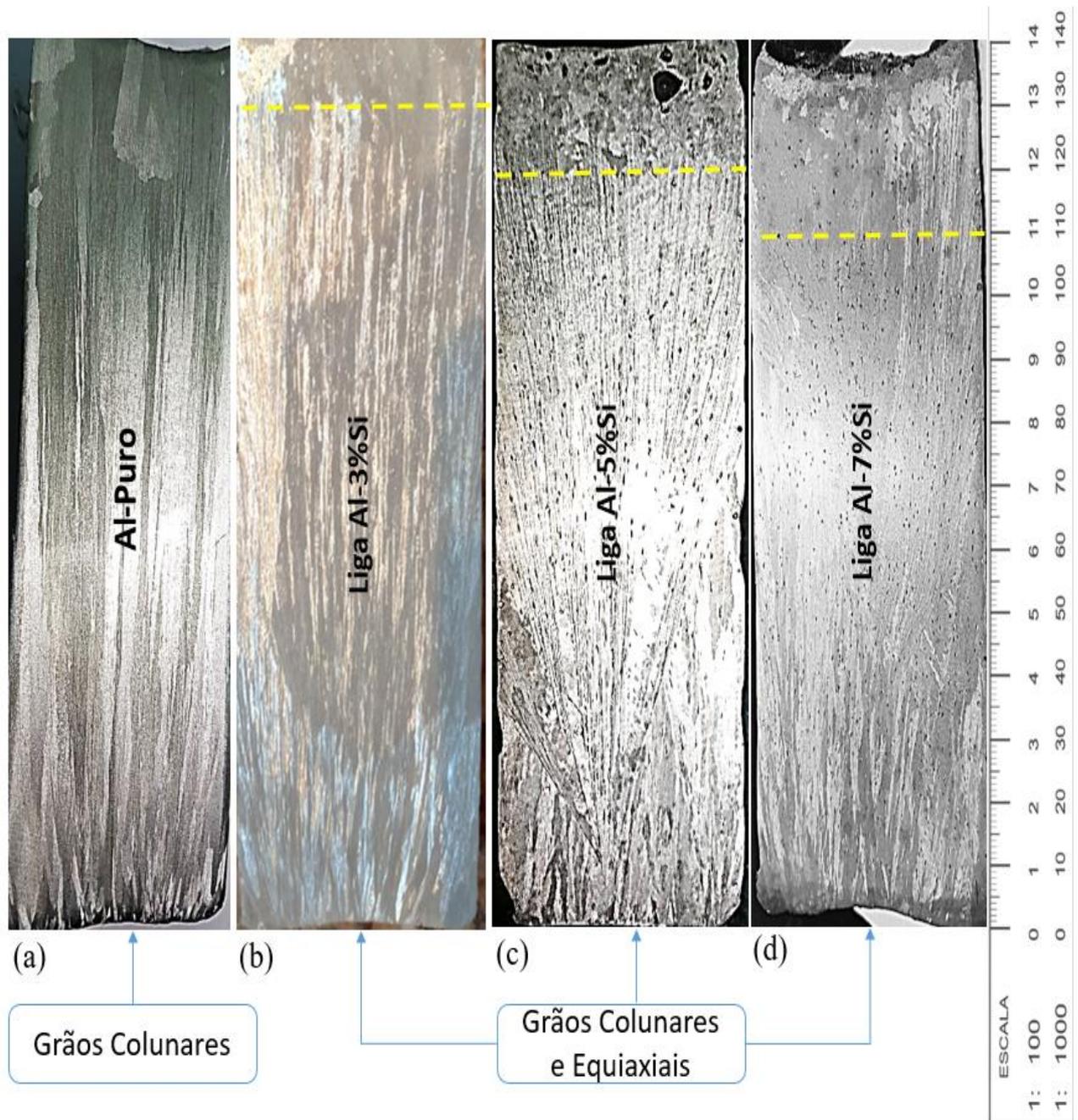


Figura 85: Macrografia do Al-Puro e das ligas de Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.

Podemos também constatar que a ocorrência de estruturas colunares e equiaxiais, com surgimento da Transição Colunar/Equiaxial (TCE) a partir da base do lingote é favorecida com diminuição das variáveis térmicas como velocidade da temperatura *liquidus* (V_L), gradiente térmico (G_L) e a taxa de resfriamento (\dot{T}). A TCE tem despertado o interesse de muitos pesquisadores, pois o seu entendimento pode permitir o controle da quantidade de grãos colunares e equiaxiais na macroestrutura. Logo, existe uma grande motivação para se determinarem os parâmetros que afetam direta ou indiretamente a formação da macroestrutura de grãos. Segundo (MARTORANO, 2017), as variáveis que afetam de forma significativa a

macroestrutura bruta de solidificação de por consequência a CET são: a composição da liga; o superaquecimento inicial do metal líquido; a convecção natural ou forçada do líquido; o tipo de liga e a adição de inoculantes.

5.4.2 Microestruturas do Al-Puro e das Ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si

A caracterização das microestruturas de solidificação do Al-Puro e das ligas binárias Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, são apresentadas nas Figuras 86, 87, 88 e 89, respectivamente. As microestruturas observadas ao longo das secções transversais do Al-Puro apresentaram morfologia celular, enquanto que para as ligas do sistema binário Al-Si solidificadas unidirecionalmente em molde refrigerado apresentaram morfologia dendríticas para as composições 3%, 5% e 7%. Ao lado das respectivas microestruturas tem-se também a posição da qual foi retirada a amostra transversal e as variáveis térmicas como V_L e \dot{T} . Pode-se constatar para as Figuras 86, 87, 88 e 89 as microestruturas tornam-se mais grosseiras à medida que afastamos da base resfriada, ou seja, com o aumento da posição (P), enquanto que os valores das suas respectivas variáveis térmicas decrescem. Nota-se que os valores dos espaçamentos dendríticos terciários para as ligas binárias Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, aumentam com a posição (P), isto é, à medida que a taxa de resfriamento (\dot{T}) e velocidade da isoterma *liquidus* (V_L) diminuem.

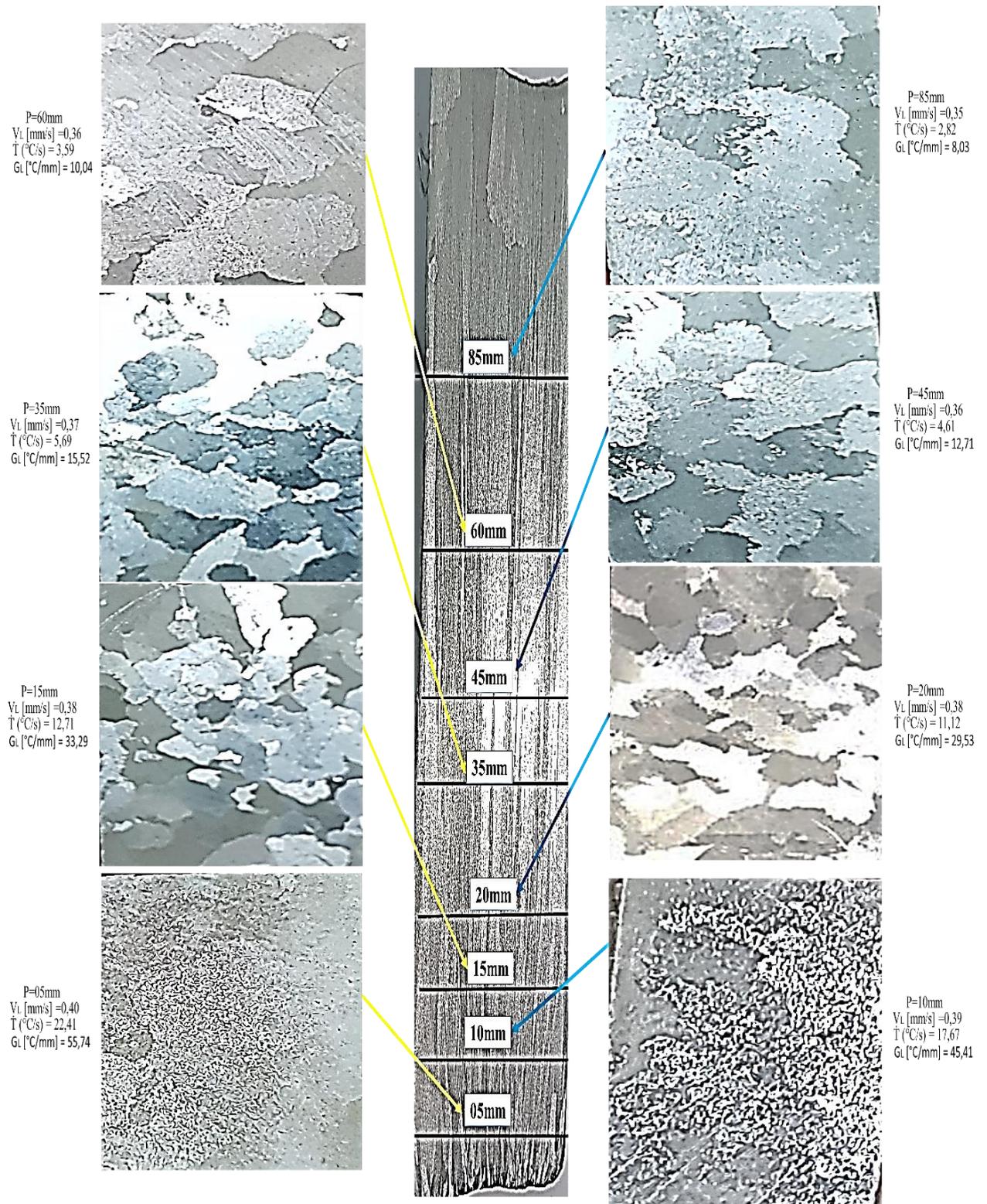


Figura 86: Macroestrutura e microestruturas do Al-Puro.

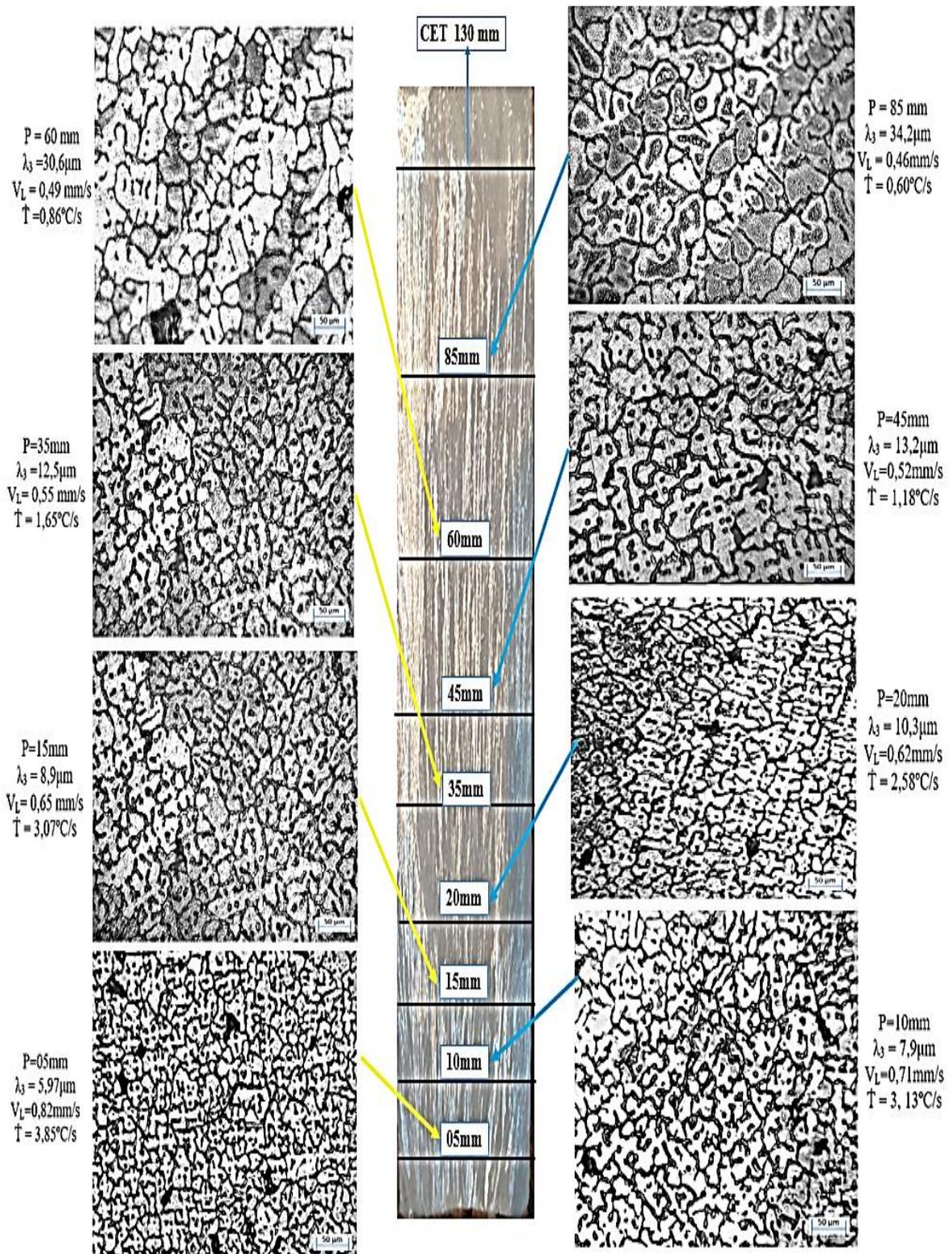


Figura 87: Macroestrutura e microestruturas dendríticas da liga Al-3%Si.

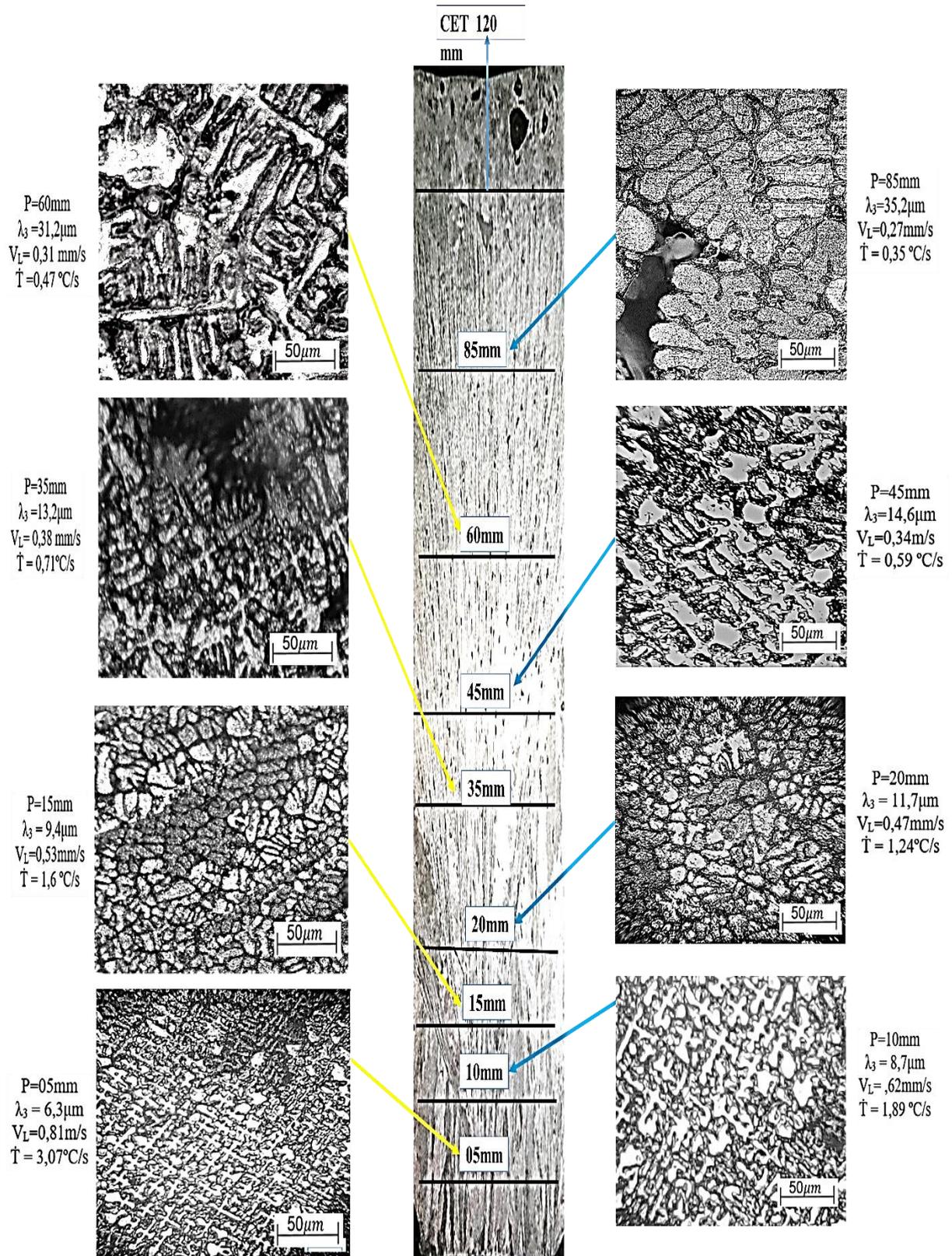


Figura 88: Macroestrutura e microestruturas dendríticas da liga Al-5%Si.

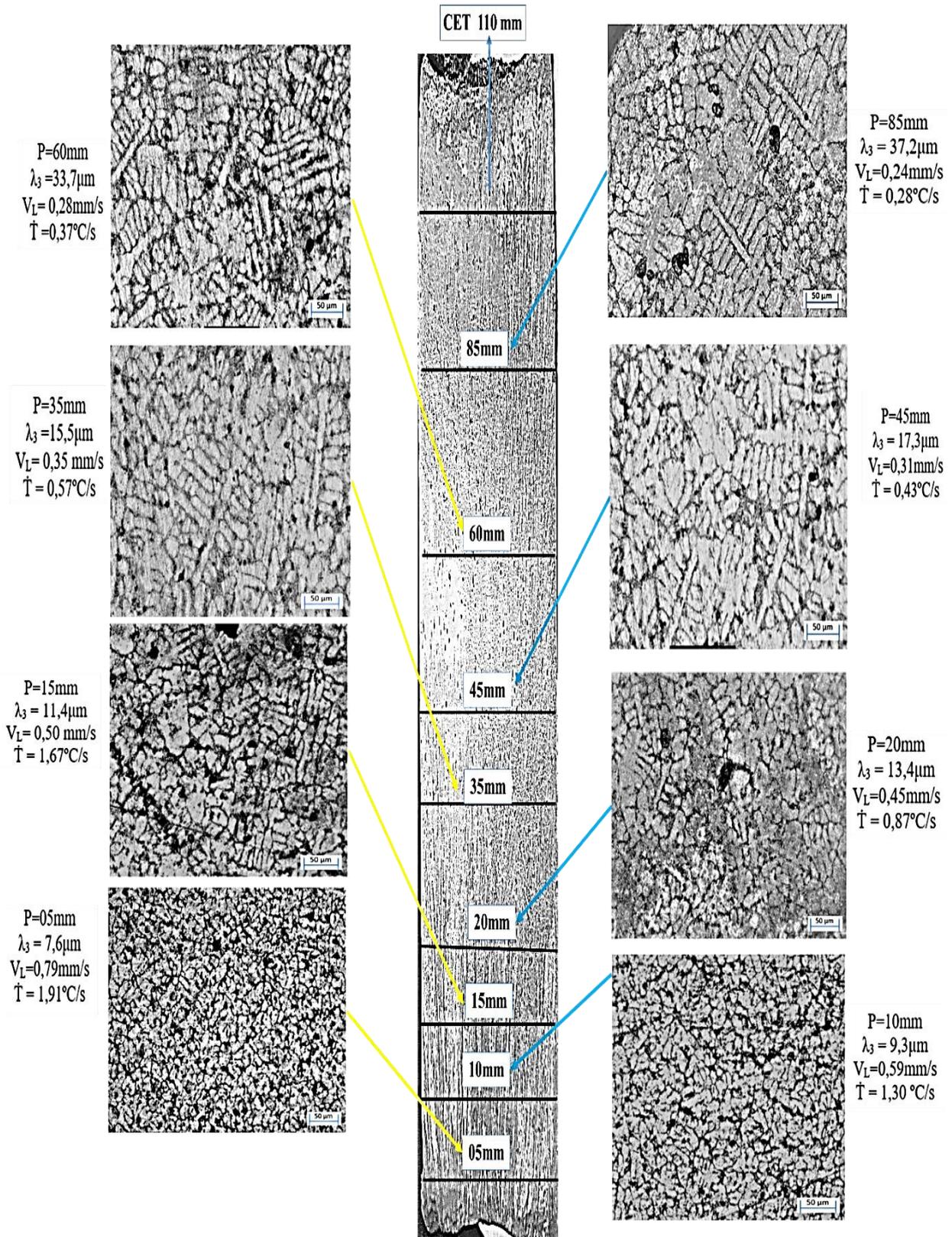


Figura 89: Macroestrutura e microestruturas dendríticas da liga Al-7%Si.

As microestruturas das ligas hipoeutéticas de Al-Si são constituídas por uma fase primária rica em alumínio (FCC_A1) cercado por um composto intermetálico com alto teor de silício (DIAMOND_A4+FCC_A1), como previamente discutido.

5.4.3 – Correlação entre as Variáveis Térmicas e os Espaçamentos Dendríticos Terciários

Utilizando-se de equipamentos e métodos descritos previamente, foram realizadas as medições dos espaçamentos dendríticos terciários em posições específicas (5, 10, 15, 20, 45, 46 60 e 85mm) a partir da base do molde. Os resultados obtidos para as ligas Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si são apresentados nas Figuras 90, 91 e 92, respectivamente.

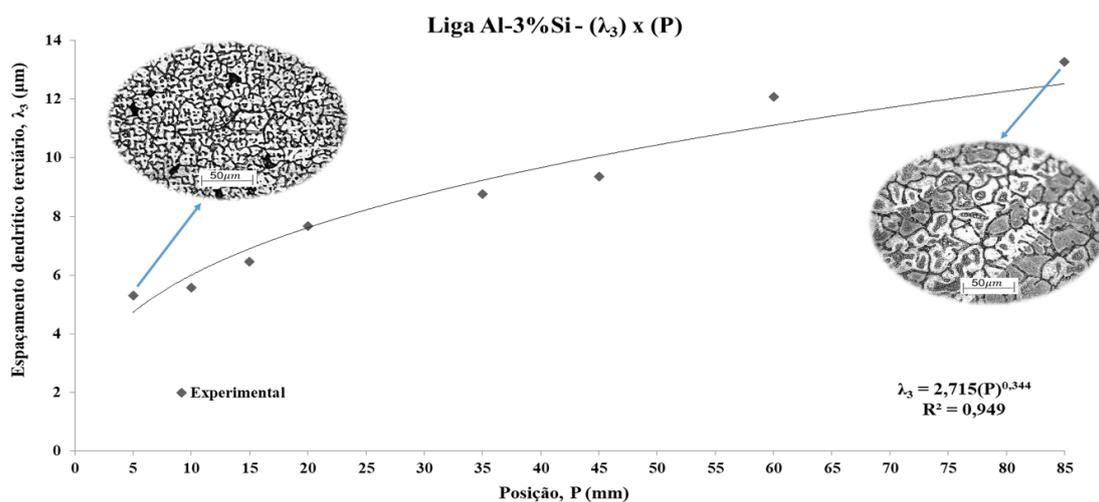


Figura 90: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) em função da posição (P) para o sistema Al-3%Si.

Na Figura 90, na posição 5 mm, próxima a base refrigerada o valor de λ_3 é próximo de 5,3 μm apresentando dendritas mais refinadas quando comparadas as microestruturas dendríticas encontradas na posição 85 mm próxima ao topo do lingote, onde o valor de λ_3 é próximo de 13,3 μm . Esse mesmo comportamento, onde as dendritas mais refinadas são encontradas na base, com dendritas grosseiras encontradas no topo do lingote é apresentado para os sistemas Al-5%Si e Al-7%Si, Figuras 91 e 92, respectivamente.

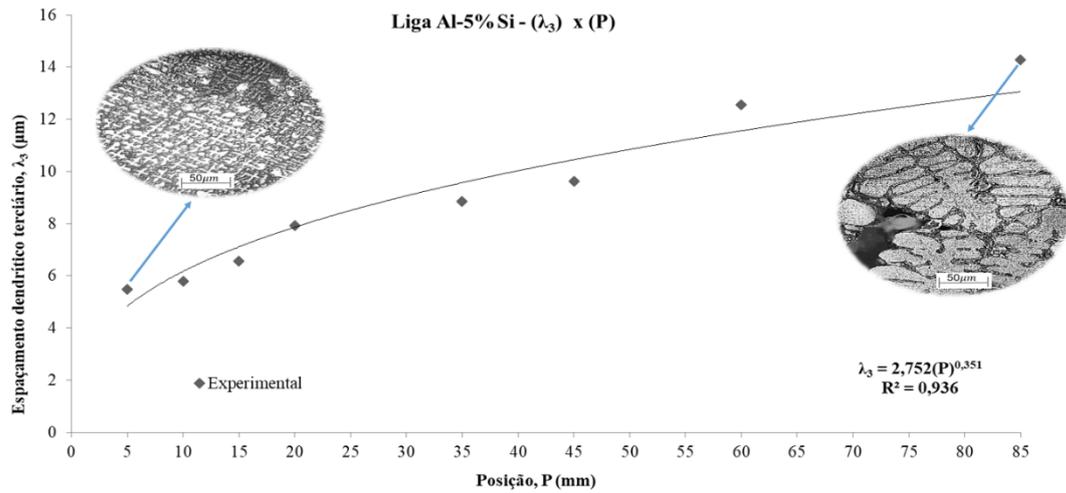


Figura 91: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) em função da posição (**P**) para o sistema Al-5%Si.

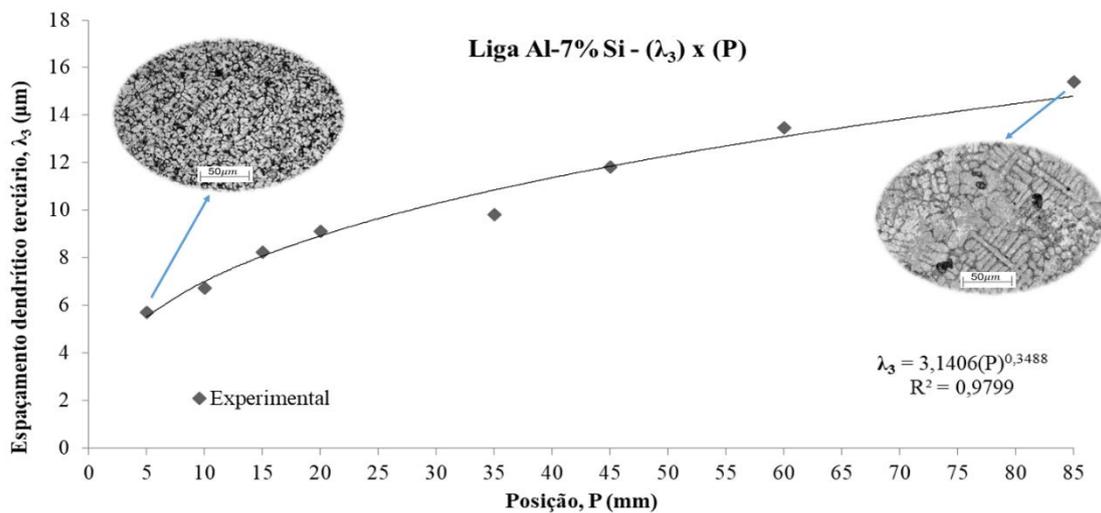


Figura 92: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) em função da posição (**P**) para o sistema Al-7%Si.

Para propósito de comparação, a Figura 93 apresenta o espaçamento dendrítico terciário versus posição para os três sistemas binários. Os perfis apresentados na Figura 93, corroboram com os resultados apresentados nas Figuras 90, 91 e 92, ou seja, λ_3 aumenta com **P** para os três sistemas. Um outro comportamento apresentado na Figura 93 é o efeito de engrossamento da estrutura dendrítica com o teor de silício, ou seja, o aumento do teor de silício de 3% para 7% em massa, atuou no favorecimento de microestruturas mais grosseiras.

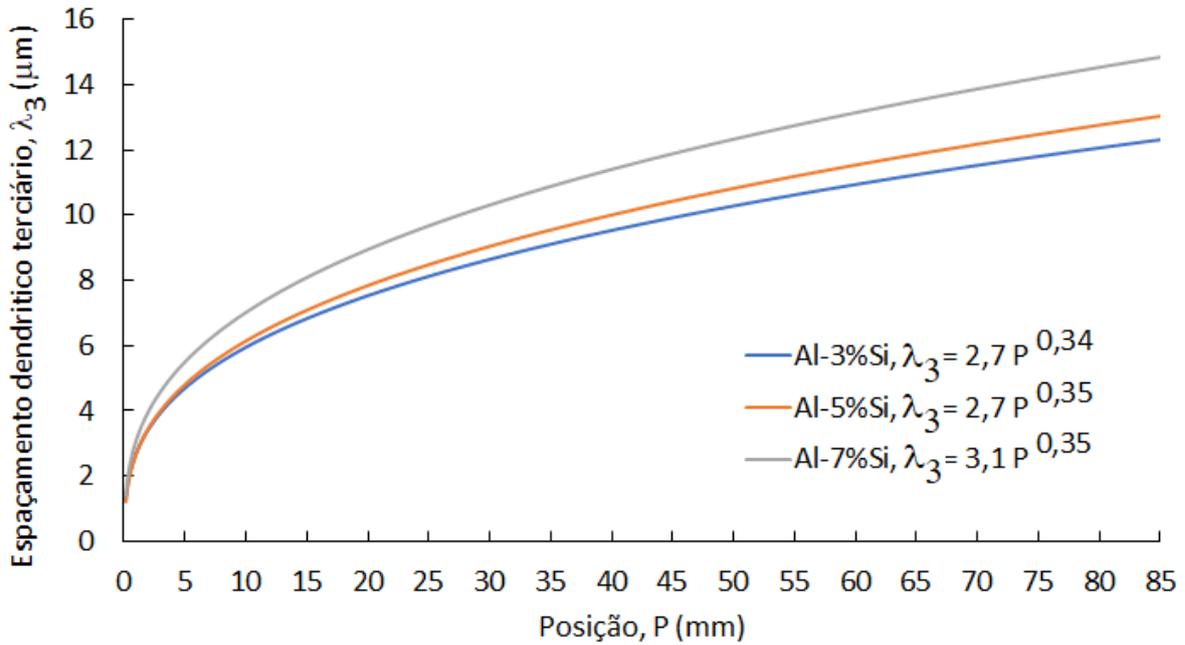


Figura 93: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) em função da posição (P) para as três ligas binárias, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.

Os resultados a seguir apresenta a correlação entre λ_3 e as variáveis térmicas obtidas experimentalmente nos experimentos de solidificação unidirecional ascendente em condições transientes de extração de calor. A correlação entre λ_3 e a velocidade de solidificação para as três ligas (Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si) pode ser observada nas Figuras 94, 95 e 96, respectivamente.

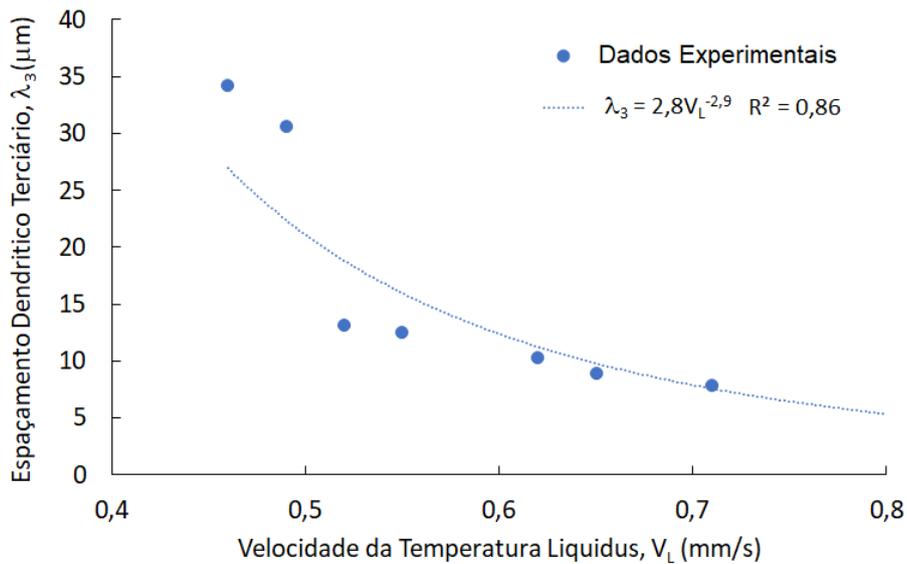


Figura 94: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus velocidade da temperatura *liquidus* (V_L) para o sistema Al-3%Si.

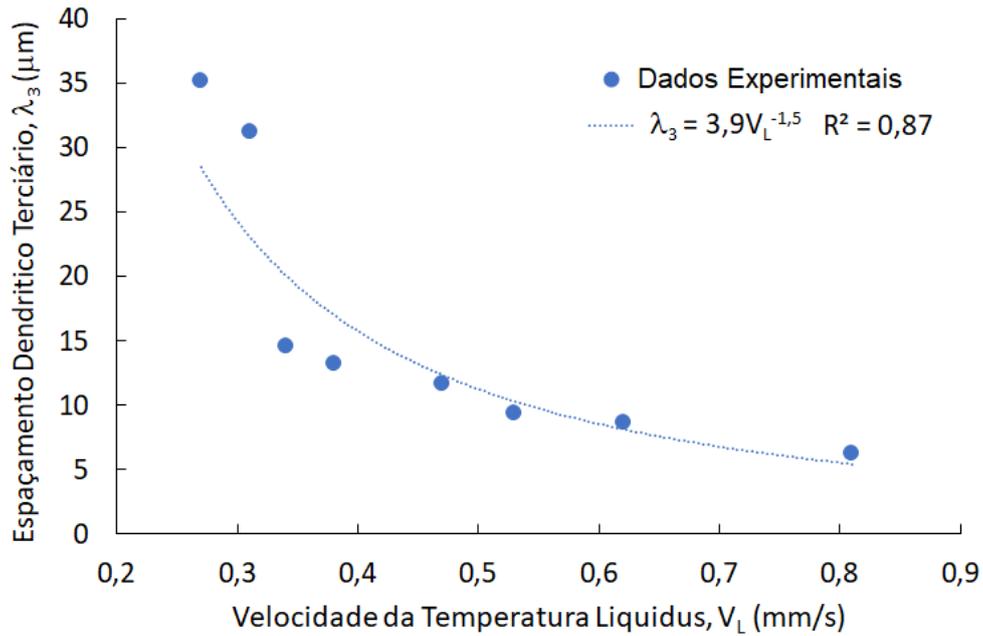


Figura 95: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus velocidade da temperatura *liquidus* (V_L) para o sistema Al-5%Si.

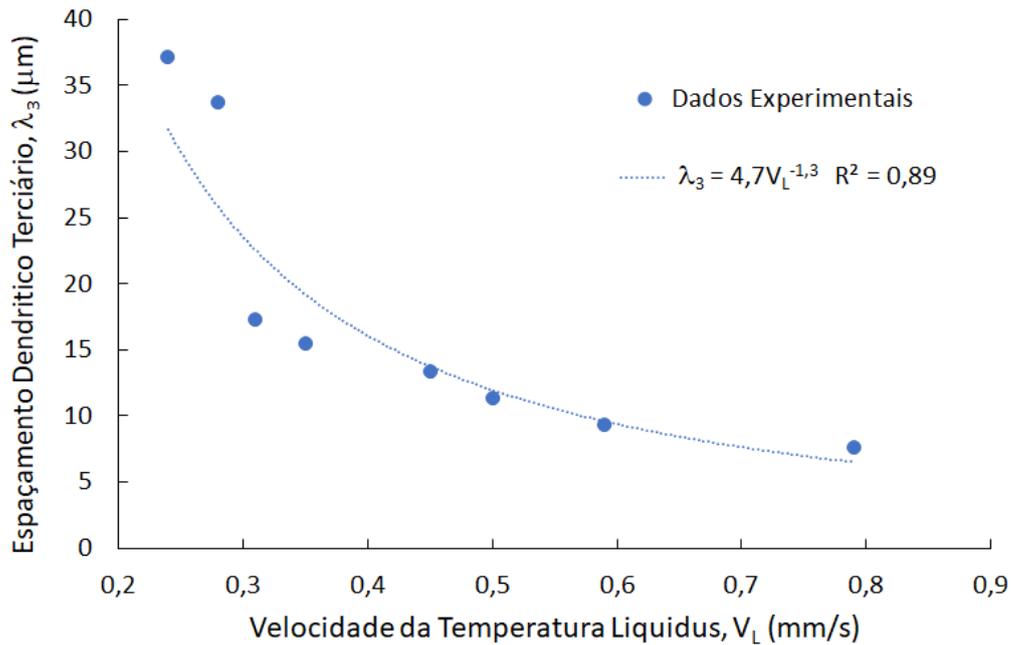


Figura 96: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus velocidade da temperatura *liquidus* (V_L) para o sistema Al-7%Si.

Os pontos representam os valores experimentais médios para cada posição a partir da base do molde, enquanto que a linha tracejada representa as leis experimentais que caracteriza o conjunto de pontos experimentais. É interessante destacar que, no início da solidificação,

encontram-se valores elevados de velocidades da temperatura *liquidus* próximo à interface metal/molde, seguido de um perfil decrescente à medida que se afasta dessa mesma interface. Esses altos valores de velocidade tem um efeito de refinamento na microestrutura dendrítica, como pode ser observado na Figuras 97, 98 e 99. A correlação entre o referido parâmetro microestrutural (λ_3) e a taxa de resfriamento (\dot{T}) para as ligas binárias (Al-Si) é apresentada a seguir.

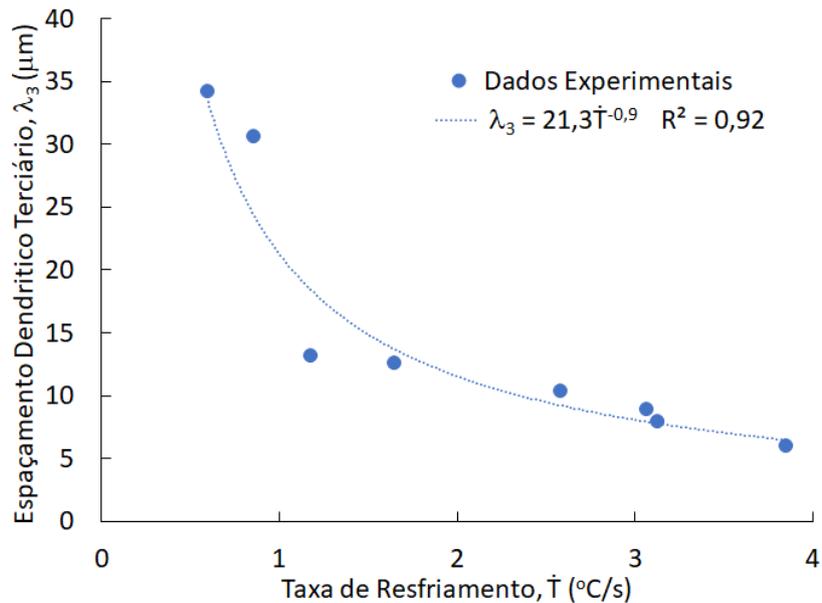


Figura 97: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus taxa de resfriamento (\dot{T}) para o sistema Al-3%Si.

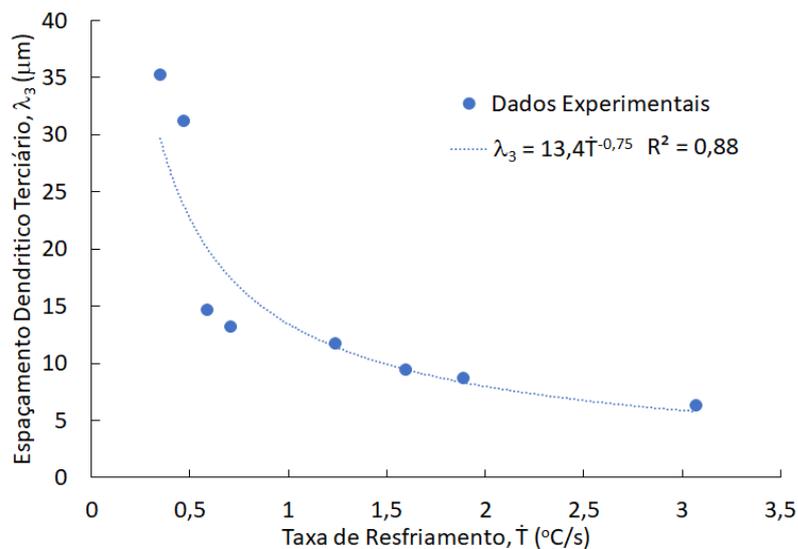


Figura 98: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus taxa de resfriamento (\dot{T}) para o sistema Al-5%Si.

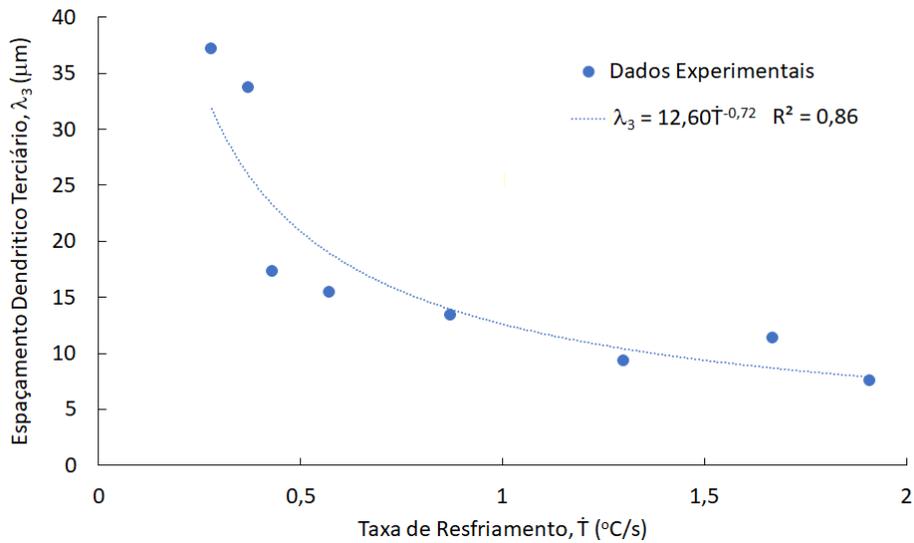


Figura 99: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus taxa de resfriamento (\dot{T}) para o sistema Al-7%Si.

Observa-se que as expressões $\lambda_3 = 21,3\dot{T}^{-0,9}$, $\lambda_3 = 13,4\dot{T}^{-0,75}$ e $\lambda_3 = 12,6,3\dot{T}^{-0,72}$, apresentadas nas Figuras 97, 98 e 99, caracterizam a variação experimental dos espaçamentos dendríticos terciários em função da taxa de resfriamento. Essas expressões estão de acordo com leis de crescimento previamente propostas em estudos realizados por Baptista (BAPTISTA, 2018), Paradela (PARADELA, 2019) e Chrisóstomo (CHRISÓSTOMO, 2018). Todos os resultados aqui apresentados, indicam um favorecimento da taxa de resfriamento (\dot{T}) na redução do espaçamento dendrítico terciário (λ_3).

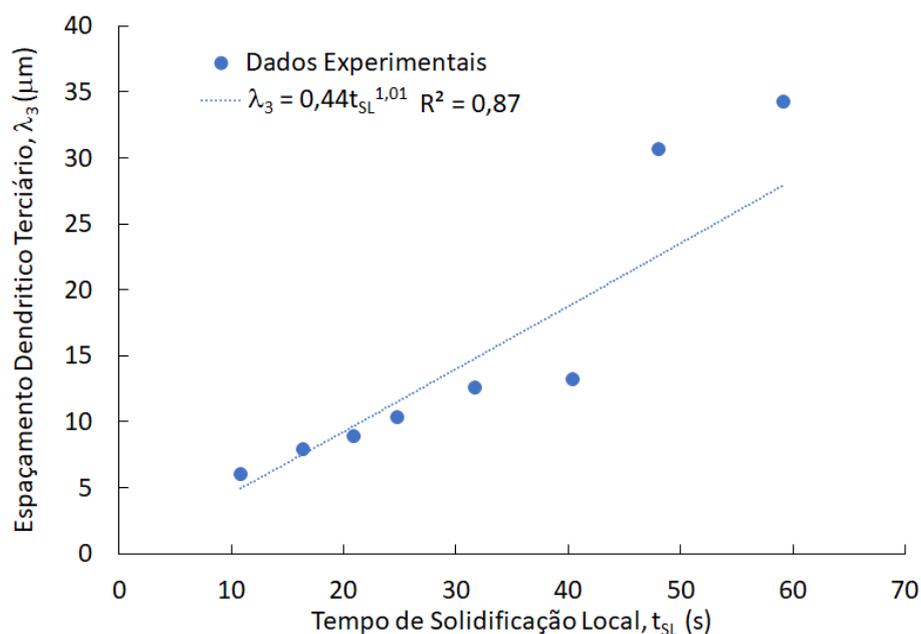


Figura 100: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus tempo de solidificação local (t_{SL}) para o sistema Al-3%Si.

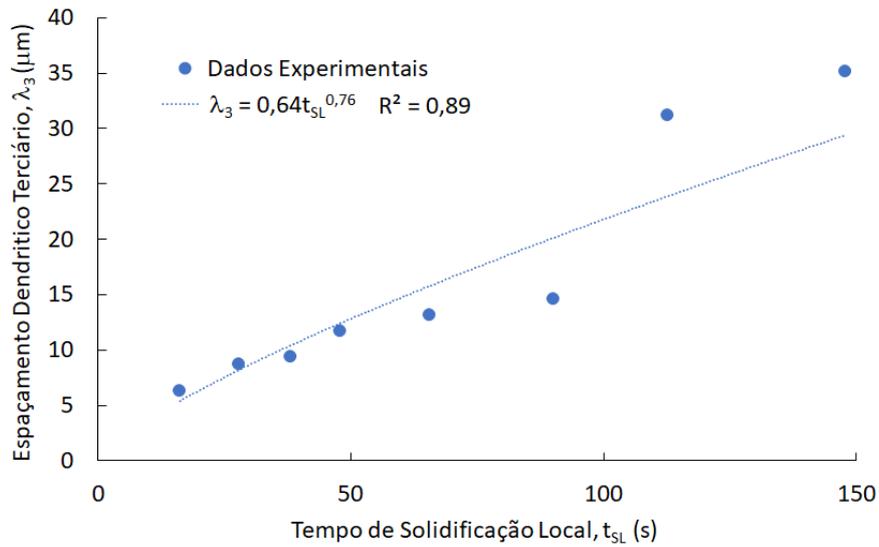


Figura 101: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus tempo de solidificação local (t_{SL}) para o sistema Al-5%Si.

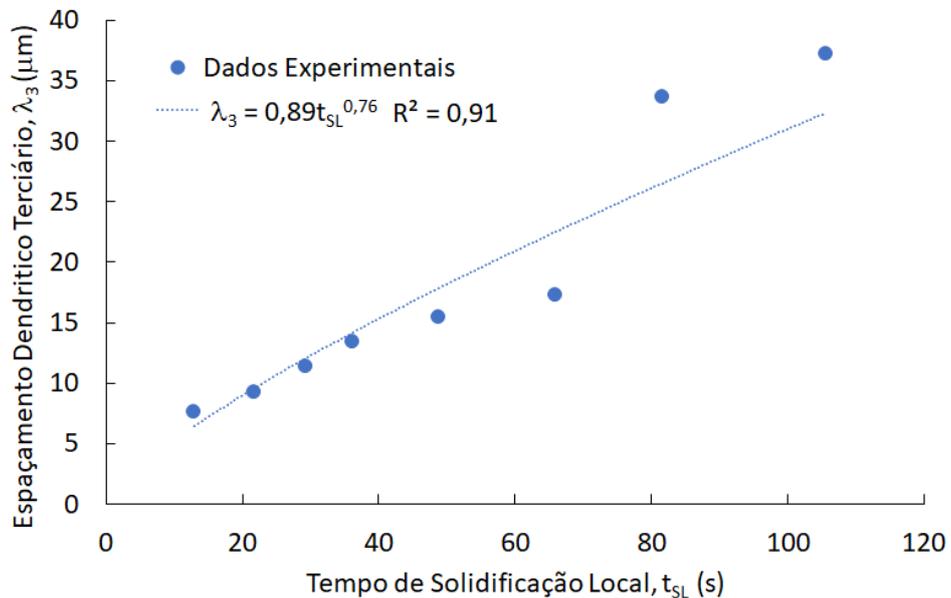


Figura 102: Espaçamento dendrítico terciário (λ_3) versus tempo de solidificação local (t_{SL}) para o sistema Al-7%Si.

O tempo de solidificação local (t_{SL}) determinado pela diferença entre os tempos de passagem das isothermas *solidus* e *liquidus* por uma determinada posição a partir da base do molde é correlacionado com o espaçamento dendrítico terciário (λ_3), conforme mostrado nas

Figuras 100, 101 e 102. Como pode-se observar, esses espaçamentos diminuem com o aumento da taxa de resfriamento (\dot{T}) e com velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) e aumentam com o tempo de solidificação local (t_{SL}), pois quanto maior t_{SL} maior será o tempo para o crescimento da microestrutura fundida, favorecendo seu engrossamento. A forma mais usual de relacionar o espaçamento dendrítico com o tempo de solidificação local é uma equação potencial empírica ($\lambda_3 = C(t_{SL})^n$), conforme discutido por Baptista (BAPTISTA, 2018), Paradelá (PARADELA, 2019) e Júnior (JÚNIOR, 2019). No presente trabalho, utilizamos a técnica de ajuste por curva a esses pontos experimentais determinados que geraram expressões algébricas de λ_3 em função de t_{SL} .

5.4.4 Medidas dos Perfis de Concentração

Nos lingotes de ligas metálicas quando o k_{eq} é inferior a unidade, a heterogeneidade da composição química está relacionada à distribuição de soluto entre as fases de sólido e líquido durante o experimento de solidificação. A microestrutura e a distribuição final da composição dos solutos dependem das variáveis térmicas durante a solidificação, (MARTORANO, 1998), (FERREIRA, 2005), (QUINELATO, 2019). É interessante destacar que a variação de composição química aqui estudada, é limitada entre ramificações dendríticas, a qual é conhecida como microsegregação. A determinação dos perfis de microsegregação através da medida da concentração média de silício em diferentes posições ao longo do lingote para ligas binárias Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, são apresentadas nas Figuras 103, 104 e 105.

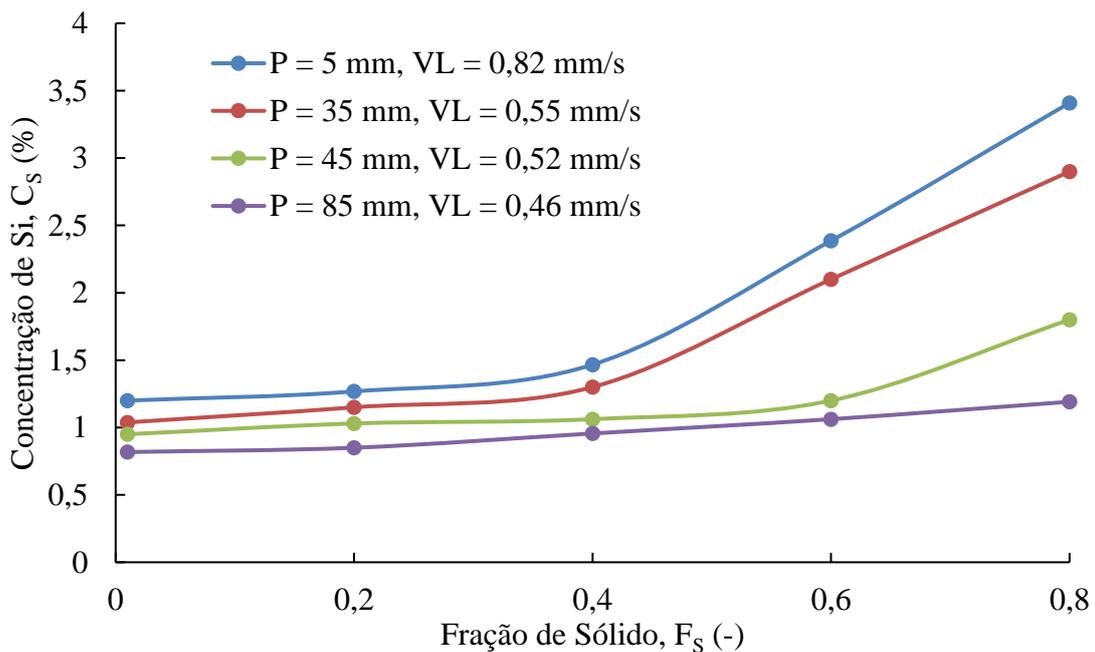


Figura 103: Concentração de silício versus fração solidificada para o sistema Al-3%Si em diferentes posições do lingote.

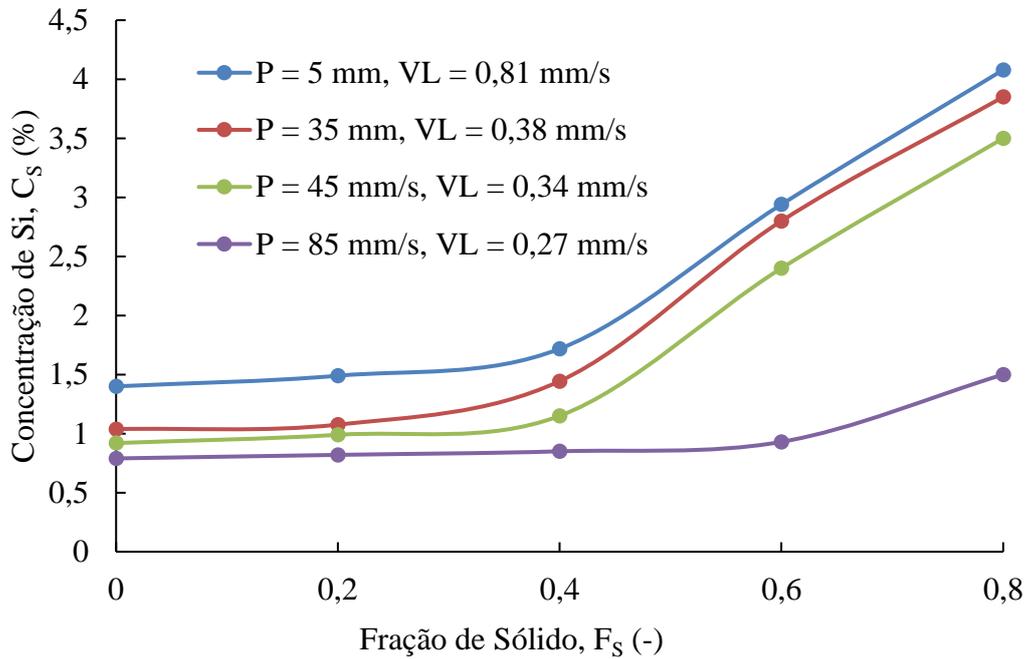


Figura 104: Concentração de silício versus fração solidificada para o sistema Al-5%Si em diferentes posições do lingote.

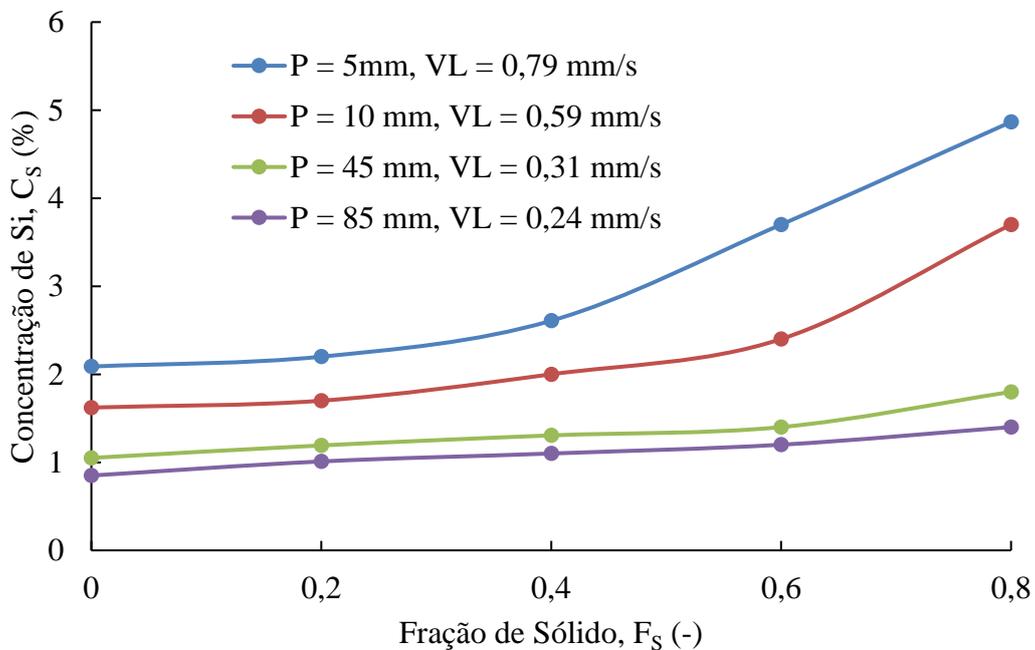


Figura 105: Concentração de silício versus fração solidificada para o sistema Al-7%Si em diferentes posições do lingote.

Os valores de concentração de silício versus fração solidificada apresentam os perfis esperados, ou seja, observamos um perfil crescente de soluto com a fração solidificada, resultados semelhantes podem ser encontrados em trabalhos de Batista (BAPTISTA, 2018), Paradelo (PARADELA, 2019) e Chrisóstomo (CHRISÓSTOMO, 2019). No entanto, à medida que aproximamos da base refrigerada os perfis de silício deslocam-se no sentido ascendente, evidenciando o efeito da velocidade de solidificação nos perfis de concentração. O efeito da velocidade de solidificação sobre o perfil de concentração é um dado de grande interesse tecnológico.

No presente trabalho foi adotado um aparato para solidificação direcional objetivando a unidirecional extração de calor. Nestes ensaios a velocidade de solidificação varia significativamente com a distância à superfície resfriada, sendo possível obter seu efeito nos perfis de concentração. Trabalhos preliminares como o Clyne (CLYNE, 1981), Martorano (MARTORANO, 2000), Meza (MEZA, 2013) e Garção (GARÇÃO, 2019) também indicaram um deslocamento nos perfis de concentração com o aumento da velocidade de solidificação. Os diversos autores explicaram estes resultados através de uma menor homogeneização de soluto em meio líquido durante a solidificação das ligas submetidas a uma maior velocidade de solidificação. O deslocamento dos perfis de concentração no sentido ascendente, para altos valores de velocidade de solidificação, é explicado através do acúmulo de soluto no líquido próximo da interface solido/líquido. Este acúmulo de soluto tem o efeito de aproximar a concentração do primeiro sólido a se formar (próximo a interface solido/líquido) da concentração média da liga, aumentando a concentração na camada solidificada. Podemos concluir que um aumento na velocidade de solidificação dentro da faixa possível nos processos comuns de fundição deve contribuir com um aumento na concentração de soluto das camadas solidificadas.

As evidências experimentais apresentadas no presente trabalho, mostram que é possível utilizar a velocidade de solidificação para controlar os perfis de concentração nas camadas solidificadas. No entanto, também foi observado que esta variável deve ser significativamente alterada para modificar sensivelmente os perfis de concentração das camadas de sólidos formados durante o processo de solidificação.

5.5 Resultados Preliminares do Ensaio de Microdureza Vickers

Para cada posição de monitoração do termopar foi efetuada a medição de dureza Vickers e os valores de dureza variam ao longo da fundição. Identificou-se em todos os casos analisados que as amostras de posições mais afastadas da base refrigerada apresentaram menor dureza do que as mais próximas à base refrigerada, isto devido a formação microestruturas mais grosseiras e baixos valores das variáveis térmicas de solidificação, como por exemplo velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico. Nas posições próximas a base resfriada, a presença de altas taxas de resfriamento e velocidade de solidificação, provocaram uma solidificação rápida, favorecendo a redução das microestruturas de fundição e valores de dureza. Os resultados preliminares da microdureza Vickers para Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si são resumidos na tabela a seguir.

Tabela 7: Valores das taxas de resfriamento, velocidade de solidificação e microdureza Vickers para os sistemas: Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.

Posição, P [mm]	Al-puro			Al-3%Si		
	Taxa de Resfriamento, \dot{T} [°C/s]	Velocidade de Solidificação, V_L [mm/s]	Microdureza Vickers, HV [HV]	Taxa de Resfriamento, \dot{T} [°C/s]	Velocidade de Solidificação, V_L [mm/s]	Microdureza Vickers, H_v [HV]
5	27,66	0,40	24,40	3,73	0,82	25,40
10	23,09	0,39	21,50	3,03	0,71	24,50
15	19,32	0,38	20,10	2,97	0,65	23,20
20	15,73	0,38	20,00	2,49	0,62	22,70
35	10,95	0,37	19,50	1,60	0,55	22,00
45	8,37	0,36	16,60	1,14	0,52	20,50
60	6,82	0,36	16,20	0,83	0,49	20,40
85	5,97	0,35	14,30	0,58	0,46	21,10
Posição, P [mm]	Al-5%Si			Al-7%Si		
	Taxa de Resfriamento, \dot{T} [°C/s]	Velocidade de Solidificação, V_L [mm/s]	Microdureza Vickers, HV [HV]	Taxa de Resfriamento, \dot{T} [°C/s]	Velocidade de Solidificação, V_L [mm/s]	Microdureza Vickers, H_v [HV]
5	2,85	0,79	30,10	1,41	0,81	35,4
10	1,77	0,59	30,00	0,86	0,62	32,3
15	1,37	0,50	26,20	0,70	0,53	31,5
20	1,14	0,45	26,50	0,67	0,47	31,3
35	0,71	0,35	26,30	0,58	0,38	30,6
45	0,55	0,31	25,70	0,53	0,34	30,0
60	0,43	0,28	23,90	0,44	0,31	29,1
85	0,31	0,24	23,00	0,34	0,27	27,3

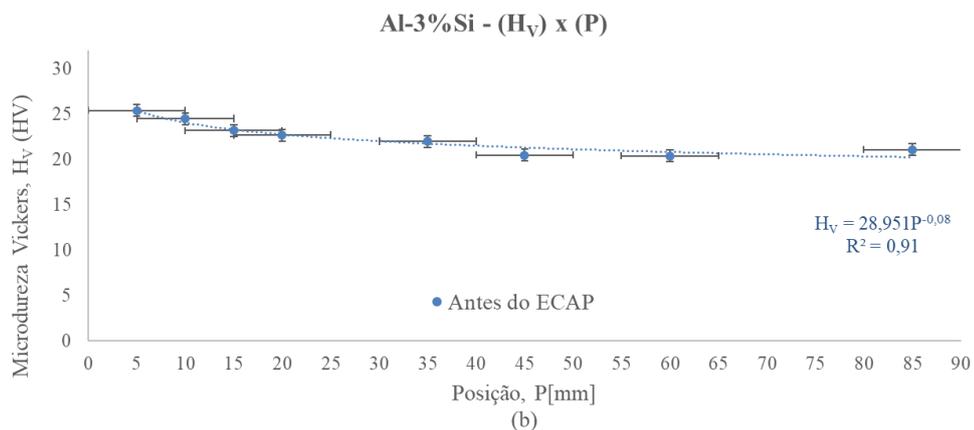
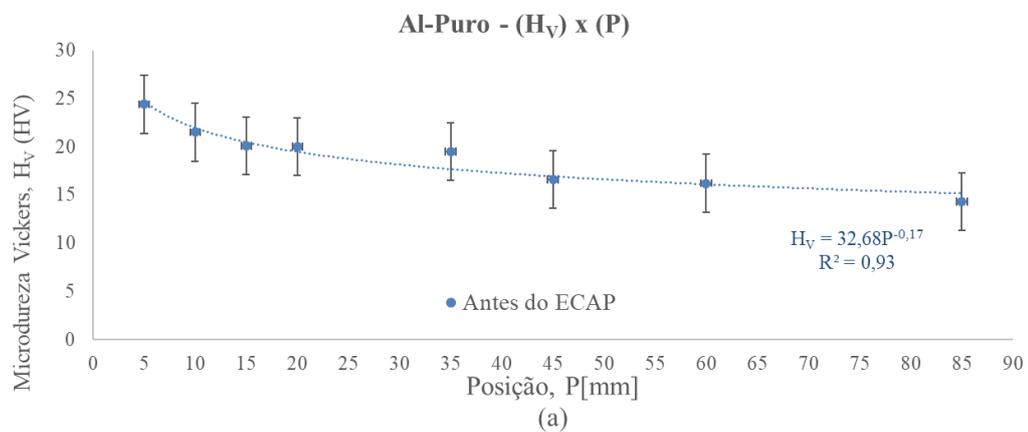
A obtenção de estruturas de solidificação compatíveis com as propriedades mecânicas exigidas é o objetivo básico dos estudos realizados no campo da solidificação de metais e uma das mais importantes áreas da metalurgia física. É conhecido que o desempenho posterior das peças obtidas é sensivelmente influenciado pela microestrutura gerada imediatamente após o processo de solidificação. Sabe-se que as propriedades mecânicas das peças fundida, especialmente a dureza dependem, entre outros aspectos, da composição química, dos processos de fundição, das variáveis térmicas de solidificação e, conseqüentemente, da microestrutura formada após a solidificação, (BERBON, 1997), (BRUNI, 2018), (CALADAO, 2012), (CAO, 2003), (CARDOSO, 2013), (DILEEP, 2018), (DIAS, 2019).

Nesse sentido, através da Tabela 7 é possível analisar a influência da concentração de soluto, e as variáveis térmicas de solidificação, tais como a taxa de resfriamento e a velocidade de solidificação na dureza em sistemas com Al-Puro e ligas binárias de Al-Si. Todos os materiais aqui apresentados, foram submetidos ao processo de solidificação unidirecional ascendente em condições transientes de extração de calor. A partir dos dados de dureza das amostras retiradas em seção transversal referentes as posições no lingote, podemos concluir que as referidas amostras apresentaram maiores valores de dureza Vickers em regiões mais próximas a base refrigerada ($P = 0$). Nessas citadas regiões, os valores das variáveis térmicas (taxa de resfriamento e velocidade de solidificação) são elevados, o que contribuem com o aumento da resistência do material e gera maiores valores de dureza Vickers.

A maior dureza, em todos os casos analisados, foi encontrada na amostra retirada da posição mais próxima da base da lingoteira (5 mm), atingindo os valores de dureza de 24,40 HV, 25,40 HV, 30,10 HV e 35,4 HV para os sistemas Al-Puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, respectivamente. Outro fator que deve ser destacado é o efeito endurecedor do soluto de silício na liga, observamos um aumento de dureza de aproximadamente 45% ao compararmos a liga Al-7%Si ao Al-Puro. Ao adicionarmos soluto de silício ao metal puro (Al-Puro) ocorre o surgimento de uma segunda fase interdendrítica de silício, que pode ser apresentada na forma de placas finas, que possuem elevada dureza e contribuem fortemente para a diminuição da ductilidade do material, ou seja, esta nova fase se apresenta como concentradores de tensão, funcionando como barreiras ao movimento de discordâncias, (FURUKAWA, 1998), (GUIDO, 2007), (FILHO, 2015), (GAJANAN, 2018).

A partir da Tabela 7, foi possível observar que ocorreu um aumento de valores de microdureza Vickers à medida em que se elevou a quantidade de silício nas ligas. Isto é devido ao fato que ocorreu durante o experimento de solidificação, uma aproximação com o ponto eutético à medida em que se aumenta a quantidade de silício, onde o ponto correspondente é de

12,6% de silício (Figura 59), dessa forma as novas fases referentes ao silício tornam-se cada vez mais presentes à medida que seu teor é aumentado. O alumínio puro possui propriedades que o faz ser um dos metais mais utilizados na indústria como baixa densidade, cerca de 2,7 g/cm³, alta resistência à corrosão, boas condutibilidades elétrica e térmica. Além das características citadas, este metal pode ser combinado com a maioria dos metais de engenharia, tornando as ligas de alumínio muito atraentes para aplicações industriais. Elementos como o silício, utilizado no presente trabalho, por exemplo, melhoram substancialmente a dureza, como aqui apresentado, e a sua resistência mecânica, seja em condições bruta de fusão, seja após tratamentos térmicos, tornando ainda mais vasto, o campo de aplicação desses metais, (IWAHASHI, 1996), (KAWASAKI, 2009), (DE FARIA, 2018), (GREGOLIN, 2019). A Figura 106 apresenta os perfis de microdureza Vickers ao longo dos lingotes de solidificação.



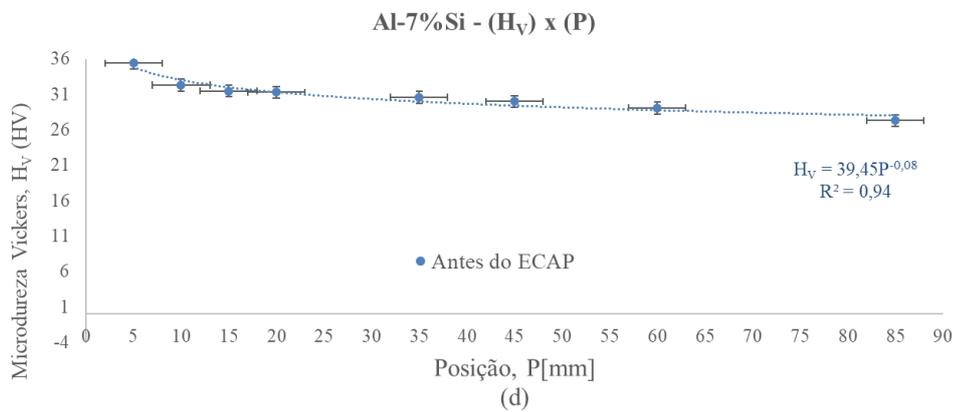
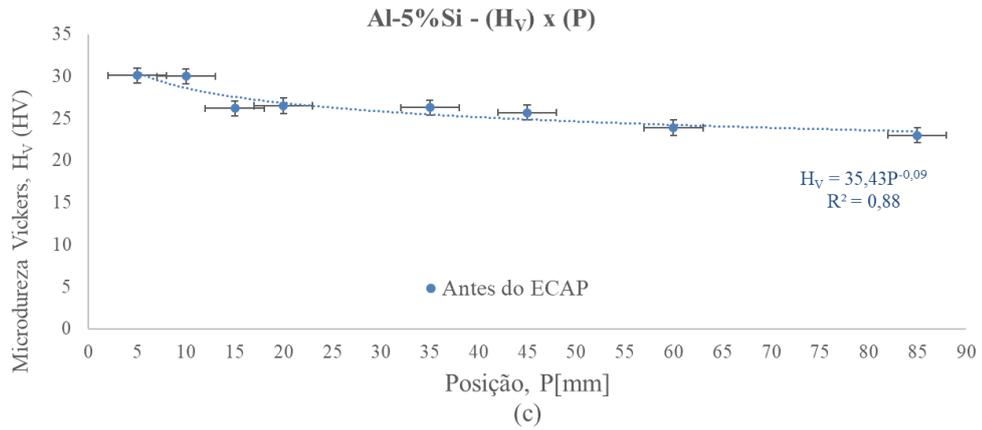


Figura 106: Microdureza Vickers versus Posição de solidificação para os sistemas (a) Al-Puro, (b) Al-3%Si, (c) Al-5%Si, e (d) Al-7%Si.

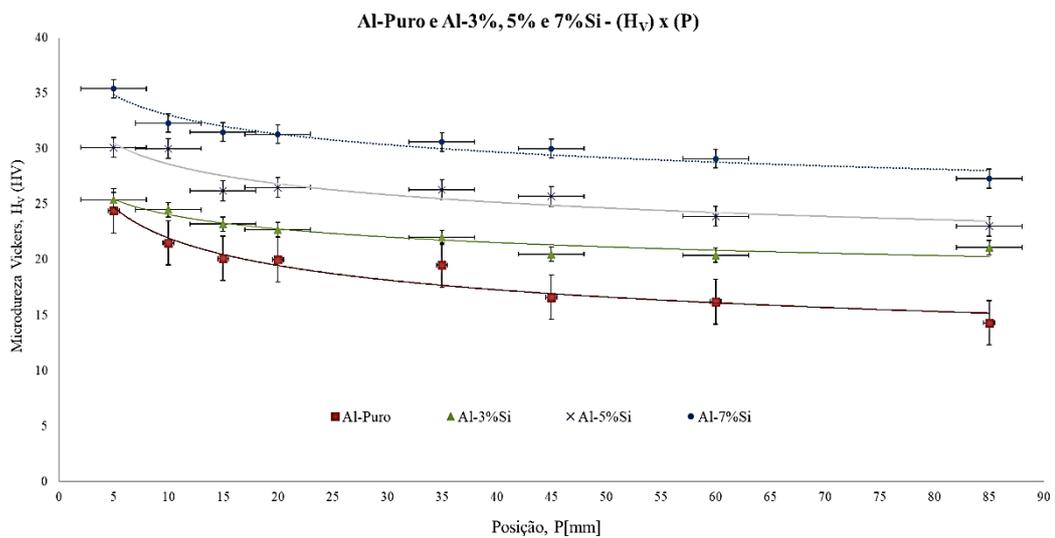
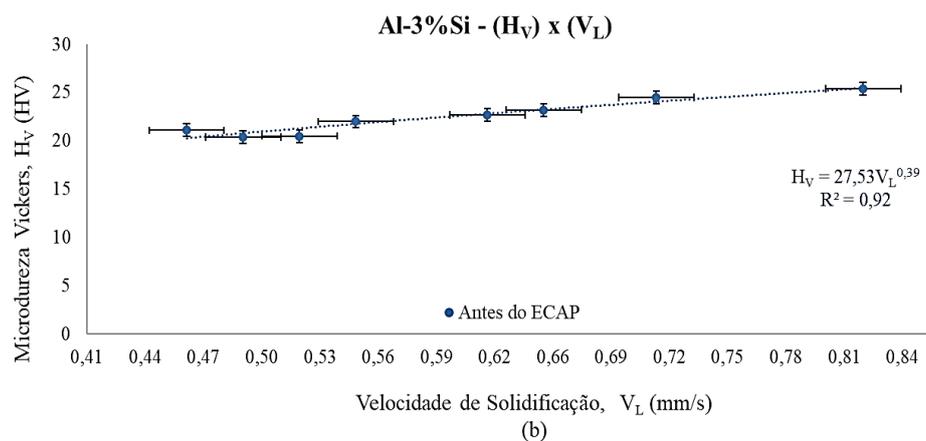
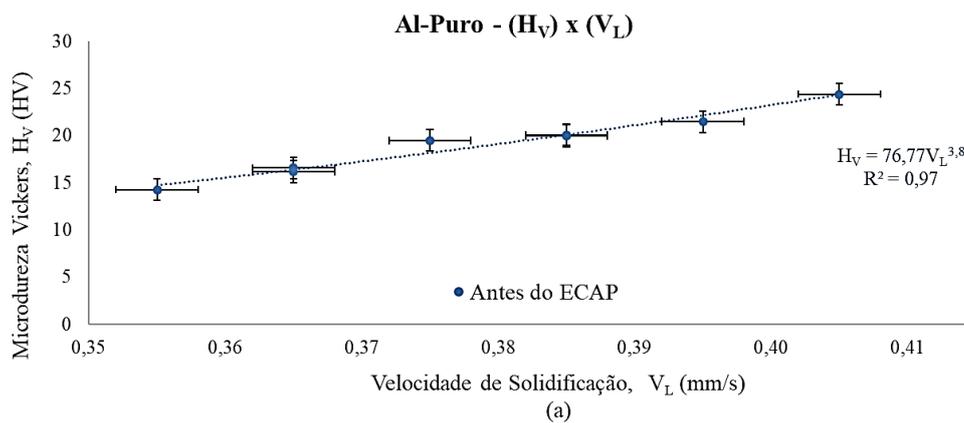


Figura 107: Microdureza Vickers versus posição.

A Figura 107 apresenta a microdureza Vickers em função da posição a partir da base da lingoteira ($P = 0$) como já citado, para todos os materiais considerados. De acordo com a Figura

apresentada, conforme se aumenta a distância a partir da base em direção ao topo do lingote, observa-se uma tendência de diminuição nos valores de microdureza Vickers para todos os materiais considerados. Como observado por Kazemi (KAZEMI, 2018) os valores das variáveis térmicas como taxa de resfriamento e velocidade de solidificação diminuem durante o experimento de solidificação ao longo do lingote, e a região do topo tende a se solidificar após as demais regiões que estão mais próximas da base da lingoteira, o que explica o fato do decréscimo dos valores de microdureza à medida que se aproxima do topo do lingote. O ocorrido é que as últimas regiões a serem solidificadas tendem a apresentar microestruturas mais grosseiras, possivelmente favorecendo a diminuição desta propriedade mecânica. As relações entre a microdureza Vickers e as variáveis térmicas são apresentadas e discutidas nas Figuras a seguir. Primeiramente a relação entre microdureza Vickers e velocidade de solidificação é apresentada na Figura 108.



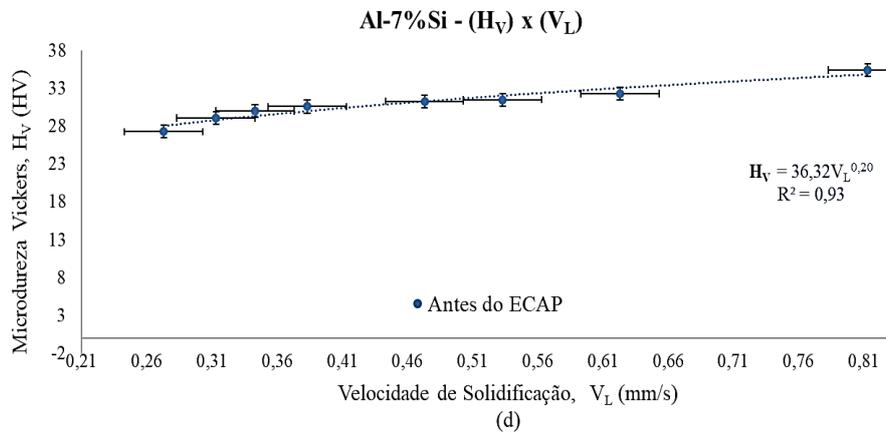
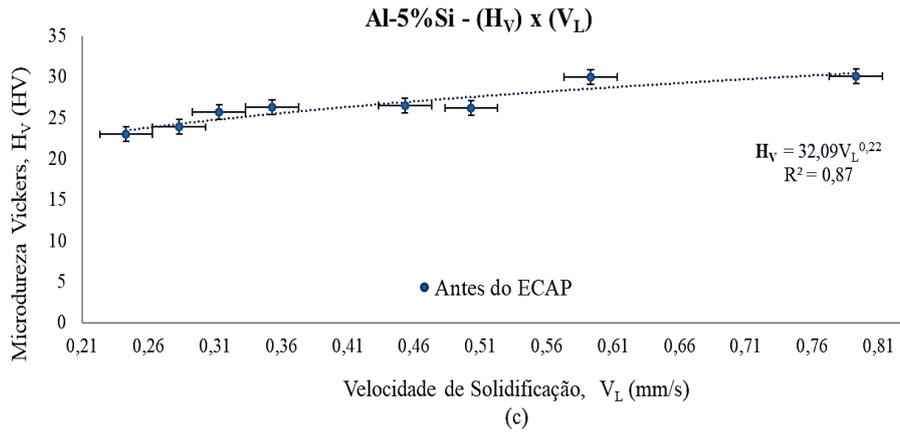
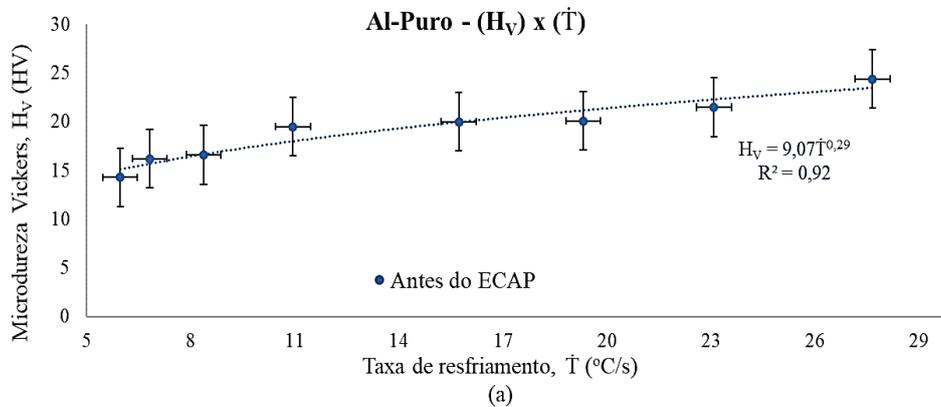


Figura 108: Microdureza Vickers versus velocidade de solidificação para os sistemas (a) Al-Puro, (b) Al-3%Si, (c) Al-5%Si, e (d) Al-7%Si.

Na sequência será apresentada a relação entre a microdureza Vickers (H_V) e taxa de resfriamento (\dot{T}).



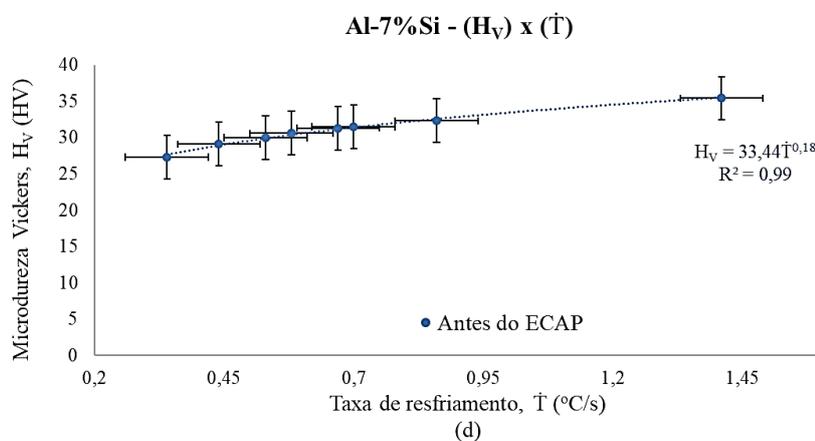
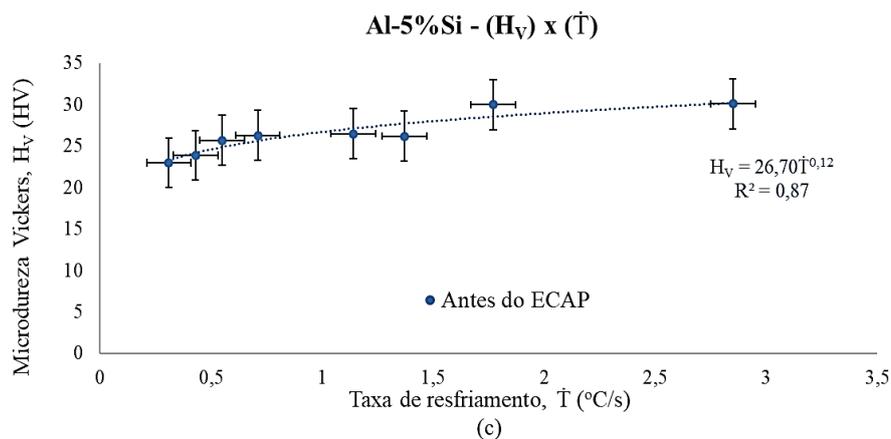
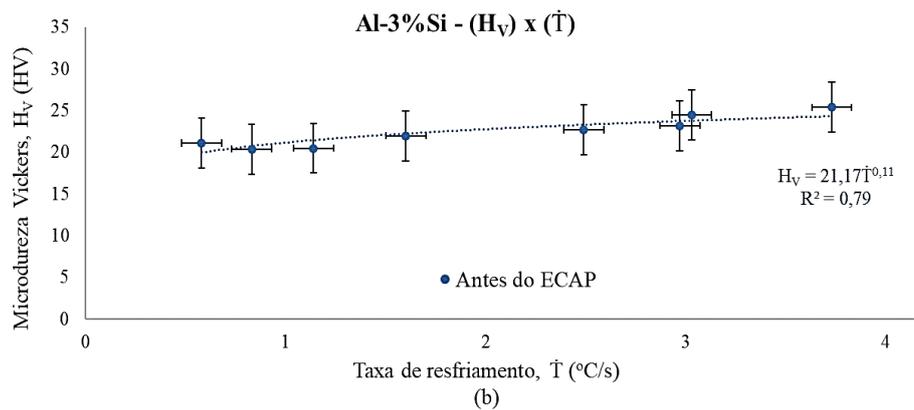


Figura 109: Microdureza Vickers versus taxa de resfriamento para os sistemas (a) Al-Puro, (b) Al-3%Si, (c) Al-5%Si, e (d) Al-7%Si.

Uma vez obtidos os valores de microdureza para os sistemas considerados, foram estabelecidas correlações que caracterizam a evolução microdureza Vickers ao longo de todo o comprimento do lingote, em função da taxa de resfriamento. Os pontos representam a média entre as medições efetuadas das microdureza Vickers para diferentes posições relativas à interface metal/molde analisadas. A equação experimental proposta indica um expoente inferior a unidade, similar aos expoentes propostos na literatura para as ligas binárias dos sistemas Al-

puro e Al-Si. Nota-se que para posições próximas ao topo do lingote ($P = 85$ mm), onde os valores das taxas de resfriamento são mais baixos devido à menor eficiência da extração de calor, a microdureza apresenta os menores valores, seguido de um perfil crescente à medida que cresce a taxa de resfriamento para regiões mais próximas a base refrigerada ($P = 0$). Pode-se notar na Figura 108 uma significativa influência da taxa de resfriamento sobre a evolução da microdureza Vickers. Há uma variação que vai de cerca de 14,3 HV para 24,4 HV, de 21,1 HV para 25,4, de 23,0 HV para 30,1 HV e de 27,3 HV para 35,4 para os sistemas Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, respectivamente. Observamos um aumento da microdureza em função da taxa de resfriamento de cerca de 70%, 20%, 31% e 30% para os sistemas Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, com o maior aumento encontrado para o sistema Al-Puro. Isso ocorreu devido o sistema Al-Puro apresentar um amplo intervalo de taxa de resfriamento, determinado experimentalmente entre 5,97 a 27,66 °C/s. O efeito da taxa de resfriamento sobre a microdureza do material se deve à distribuição mais homogênea da fase de reforço mecânico (DIAMOND_A4+FCC_A1) contido na região interdendrítica e que é melhor distribuída com o refino da matriz dendrítica rica em Al, provocando um bloqueio mais efetivo do movimento de discordâncias durante a aplicação do ensaio mecânico aumentando a referida microdureza.

5.6 Análise Comparativa da Estrutura Fundida do Material Antes e Após ECAP

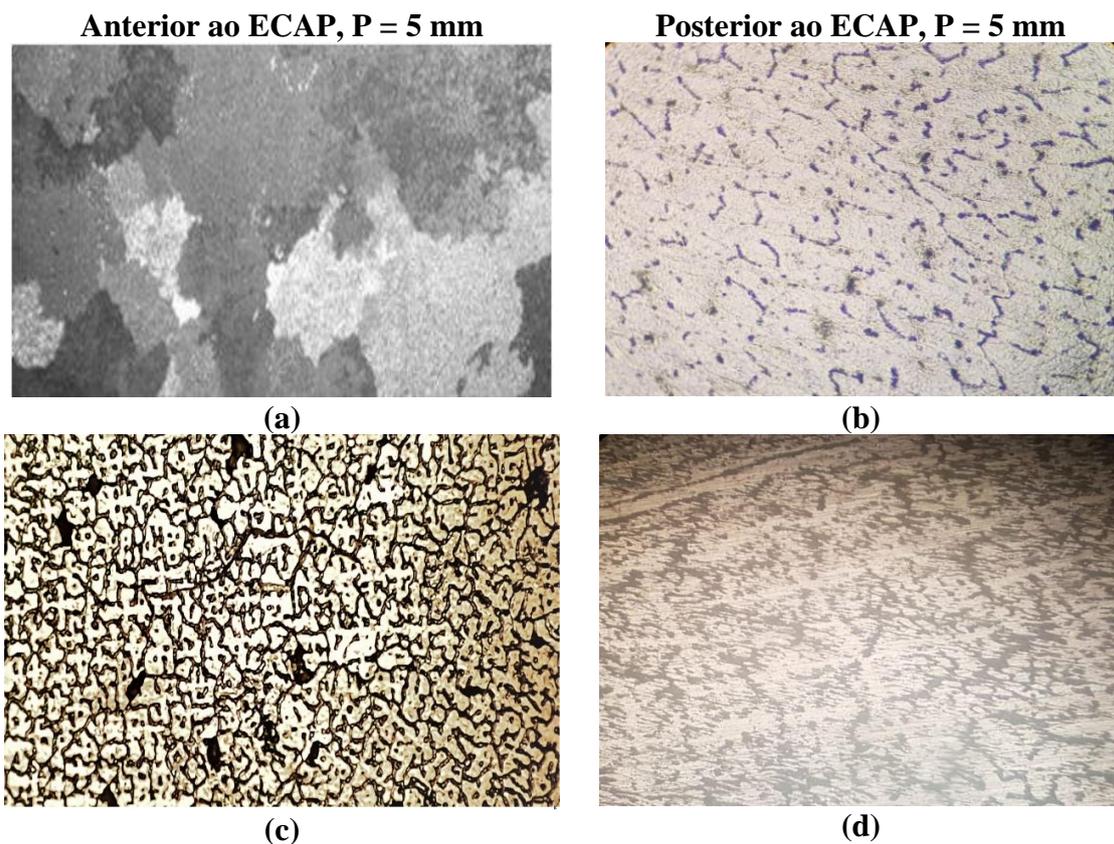
A Figura 109 mostra a comparação entre os materiais estudados antes e após Técnica de Prensagem por Canais Equiangulares (ECAP). A esquerda temos a estrutura obtida durante o processo de solidificação direcional ascendente, enquanto a direita observamos a estrutura fundida desse mesmo material submetido ao ECAP.

A deformação por prensagem em canais equiangulares (ECAP) tem uma forte dependência de alguns parâmetros tais como condições de processo, microestrutura inicial e principalmente da rota de processamento e número de passes (LINS, 2009). Para o sistema Al-puro antes do ECAP (Figura 109 (a)) foi possível observar na amostra retirada da seção transversal do lingote, uma microestrutura com grãos tendendo a equiaxial e isentas de deformação. Vale destacar que no sentido longitudinal do lingote, observamos grãos colunares como previamente apresentada na Figura 90.

A obtenção deste tipo de microestrutura era o objetivo do processo de solidificação unidirecional ascendente. Nas micrografias de Al-Puro (Figura 109 (a)) é possível ver os contornos de grão com maior clareza isso é devido ao processo de lixamento, polimento e

ataques realizados de forma adequadas. Não foram observadas partículas que não fazem parte da matriz como inclusões. Após o processo de ECAP (Figura 109 (b)) é possível constar uma morfologia de grãos suavemente achatados com uma redução do seu tamanho de grão. Os processos de deformação plástica severa via ECAP, são processos nos quais o material é submetido a grandes deformações com o objetivo de refinar o tamanho de grão, o que promoveria um aumento da resistência mecânica e a ocorrência de super plasticidade no material processado (SÁ, 2016).

O aumento da resistência mecânica devido à redução do tamanho médio do grão é baseado nas interações entre as discordâncias e os contornos de grão, segundo Santos (SANTOS, 2008). Pesquisadores como Segal (SEGAL, 1999), Shan (SHAN, 2002), Sivakumar (SIVAKUMAR, 2004), Silva (SILVA, 2017), observaram que quanto menor o tamanho de grão, maiores são os limites de escoamento para diversos os materiais estudados e este crescimento ocorreria de forma linear.



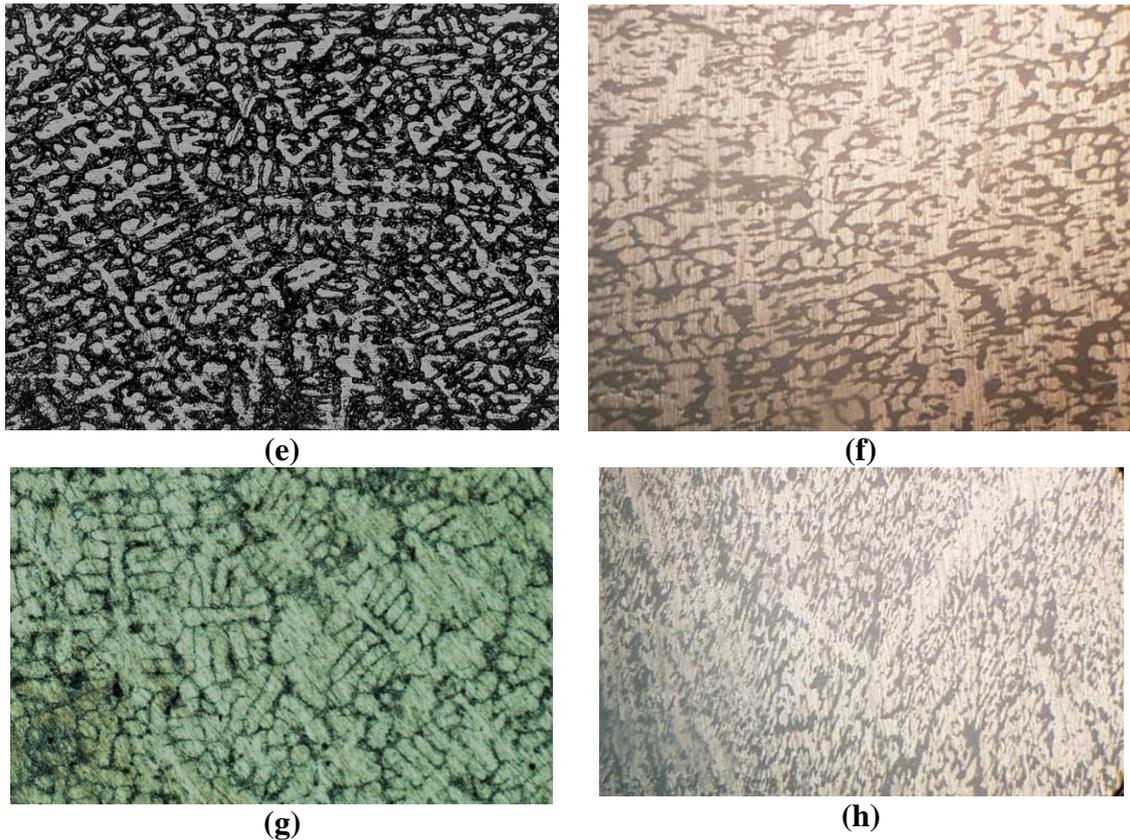


Figura 110: Estrutura Fundida do Material Antes e Após ECAP (a)-(b) Al-Puro; (c)-(d) Al-3%Si, (e)-(f) Al-5%Si, e (g)-(h) Al-7%Si.

A partir da Figura 109 (c) observamos as microestruturas das ligas binárias de Al-Si obtidas antes do ECAP (Figuras 109 (c), (e) e (g)) e após ECAP (Figuras 109 (d), (f) e (h)). Anterior ao ECAP observamos uma microestrutura tipicamente dendrítica, muito comum em solidificação de ligas de alumínio, com ramificações primárias, secundárias e em alguns casos terciárias. As Figuras 109 (c), (e) e (g) apresentam as microestruturas das três ligas de Al-Si.

A microestrutura é formada por dendritas grosseiras e dendritas mais finas, caracterizadas pelo formato de rosetas. A estrutura dendrítica dispersa ao longo de toda a amostra apresenta diferentes orientações cristalográficas, baixa circularidade e morfologia grosseira. As imagens bidimensionais mostram uma estrutura formada pela fase primária (a qual contém alumínio com alguma solubilidade de Si).

A estrutura dendrítica é formada basicamente pela fase primária rica em alumínio (região clara) e pelo eutético (região escura) disposto entre os contornos da fase primária, enquanto o eutético é formado basicamente pela fase rica em Si (elemento principal), Figuras 109 (c), (e) e (g). A morfologia da fase eutética composta por silício é normalmente obtida na forma acicular e lamelar dispersos na matriz de alumínio. O Si de morfologia acicular na

microestrutura apresenta comportamento frágil e pode levar a redução da ductibilidade da liga, segundo Suresch (SURESCH, 2019). As Figuras 109 (d), (f) e (h) apresentam as micrografias dos lingotes após 3 passes pelo ECAP via Rota C.

Os lingotes foram cortados ao longo do seu plano transversal do lingote para a caracterização da amostra. As imagens mostram microestruturas deformadas, o qual o lingote deformado sofreu grande mudança em sua estrutura. A tensão aplicada ao material provocou a deformação das microestruturas que se orientaram na direção mais favorável, estabelecendo a chamada textura de deformação. A fase primária e o eutético aparecem mais alongados na direção de deformação. As dendritas deformadas com o formato aproximadamente achatado se tornaram mais refinadas e alongadas, desta forma, o caminho entre a fase primária e a região interdendrítica tende a uma diminuição.

O ECAP via rota C com 3 passes, a qual é submetida as ligas de Al-Si promove a quebra das microestruturas dendríticas, bem como a fragmentação das partículas interdendrítica (região eutética). Quanto mais fragmentadas essas regiões interdendrítica estiverem, maior é o movimento das discordâncias, o que pode resultar em menores tamanhos de grãos após o processo de ECAP. O trabalho a frio por ECAP modifica a morfologia do eutético e a matriz dendrítica, pois é possível observar a fragmentação das partículas em vários pontos das imagens, Figuras 109 (d), (f) e (h), o que deve influenciar significativamente as propriedades mecânicas do material.

5.7 Análise Comparativa da Microdureza Vickers Antes e Após ECAP

A Tabela 8 apresentam todos os valores de microdureza Vickers obtidas experimentalmente, de forma a comparar todos os sistemas (Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si) as condições de antes e após o ECAP.

Tabela 8: Valores das taxas de resfriamento, velocidade de solidificação e microdureza Vickers antes ao ECAP e microdureza obtida após ECAP, para os sistemas de Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si.

Al-puro					
Posição, P [mm]	Antes do ECAP			Após ao ECAP	Aumento da Microdureza após o ECAP [%]
	Taxa de Resfriamento, \dot{T} [°C/s]	Velocidade de Solidificação, V_L [mm/s]	Microdureza Vickers, HV [HV]	Microdureza Vickers, HV [HV]	
5	27,66	0,40	24,40	44,4	82,0
10	23,09	0,39	21,50	41,9	94,9
15	19,32	0,38	20,10	38,6	92,0
20	15,73	0,38	20,00	33,1	65,5
35	10,95	0,37	19,50	31,4	61,0
45	8,37	0,36	16,60	27,7	66,9
60	6,82	0,36	16,20	24,6	51,9
85	5,97	0,35	14,30	22,3	55,9
Aumento médio da Microdureza Vickers após ECAP →					71,3

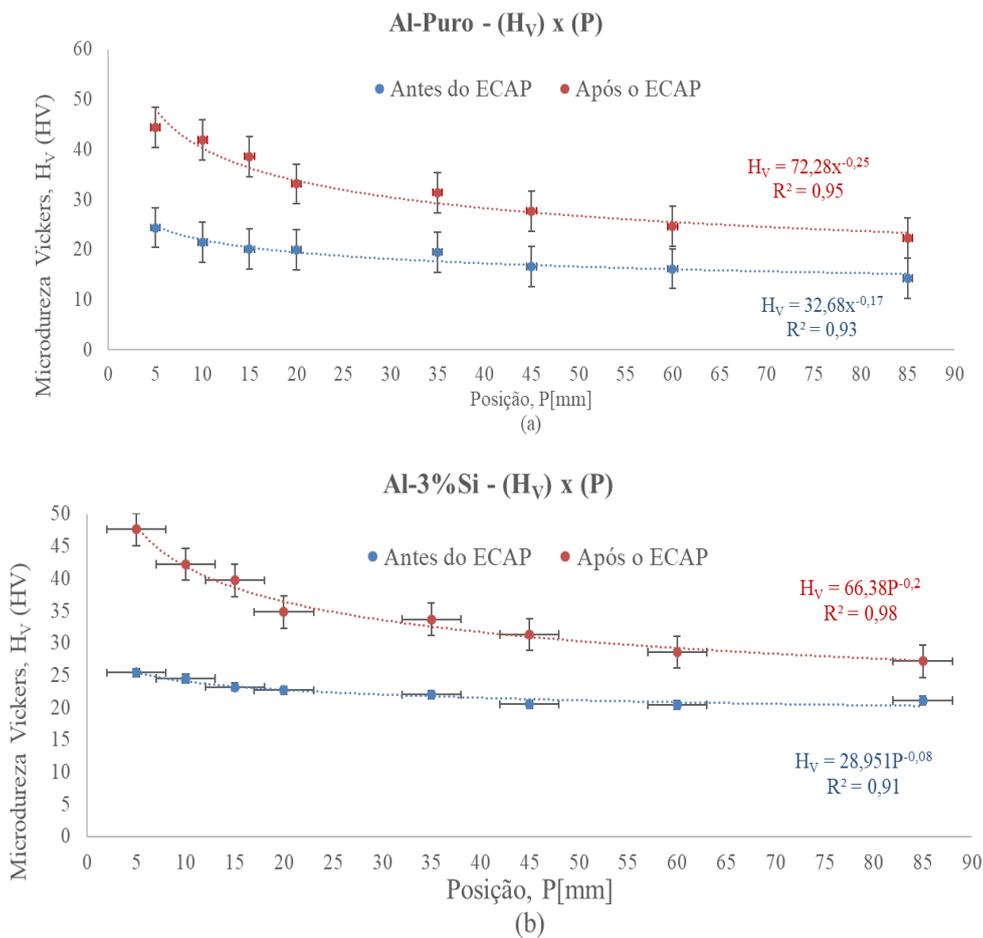
Al-3%Si					
Posição, P [mm]	Antes do ECAP			Após ao ECAP	Aumento da Microdureza após o ECAP [%]
	Taxa de Resfriamento, \dot{T} [°C/s]	Velocidade de Solidificação, V_L [mm/s]	Microdureza Vickers, HV [HV]	Microdureza Vickers, HV [HV]	
5	3,73	0,82	25,40	47,6	87,4
10	3,03	0,71	24,50	42,2	72,2
15	2,97	0,65	23,20	39,7	71,1
20	2,49	0,62	22,70	34,8	53,3
35	1,60	0,55	22,00	33,7	53,2
45	1,14	0,52	20,50	31,3	52,7
60	0,83	0,49	20,40	28,6	40,2
85	0,58	0,46	21,10	27,2	28,9
Aumento médio da Microdureza Vickers após ECAP →					57,4

Al-5%Si					
Posição, P [mm]	Antes do ECAP			Após ao ECAP	Aumento da Microdureza após o ECAP [%]
	Taxa de Resfriamento, \dot{T} [°C/s]	Velocidade de Solidificação, V_L [mm/s]	Microdureza Vickers, HV [HV]	Microdureza Vickers, HV [HV]	
5	2,85	0,79	30,10	50,1	66,4
10	1,77	0,59	30,00	45,6	52,0
15	1,37	0,50	26,20	41,3	57,6
20	1,14	0,45	26,50	37,9	43,0
35	0,71	0,35	26,30	36,9	40,3
45	0,55	0,31	25,70	36,7	42,8
60	0,43	0,28	23,90	34,1	42,7
85	0,31	0,24	23,00	32,8	42,6

Aumento médio da Microdureza Vickers após ECAP →					48,4
Al-7%Si					
Posição, P [mm]	Antes do ECAP			Após ao ECAP	Aumento da Microdureza após o ECAP [%]
	Taxa de Resfriamento, \dot{T} [°C/s]	Velocidade de Solidificação, V_L [mm/s]	Microdureza Vickers, HV [HV]	Microdureza Vickers, HV [HV]	
5	1,41	0,81	35,4	59,7	68,6
10	0,86	0,62	32,3	54,2	67,8
15	0,70	0,53	31,5	52,4	66,3
20	0,67	0,47	31,3	50,7	62,0
35	0,58	0,38	30,6	47,1	53,9
45	0,53	0,34	30,0	45,5	51,7
60	0,44	0,31	29,1	43,7	50,2
85	0,34	0,27	27,3	42,9	57,1
Aumento médio da Microdureza Vickers após ECAP →					59,7

Verifica-se a partir da Tabela 8, que existe um aumento na propriedade mecânica do material por meio dos ensaios de microdureza Vickers realizados, onde o material não submetido ao ECAP apresentou uma dureza inferior quando comparado ao material processado, para todos os casos analisados. O incremento na microdureza Vickers, após o processo de ECAP, é justificado pelo encruamento dos materiais. Durante a deformação dos materiais, as discordâncias que se movimentam dentro do grão, ao encontrar um contorno, retardam seu movimento, uma vez que precisam vencer esse obstáculo para continuar a caminhada. Isso explica o fato de que o aumento da quantidade de contorno de grão dificulta o movimento das discordâncias. Se o tamanho dos grãos for diminuído, a área total de contornos será aumentada e isso implica em maior dificuldade de movimento de discordâncias e, conseqüentemente, aumento da dureza e resistência mecânica do material. Os materiais que possuem tamanhos de grãos pequenos e alta densidade de defeitos podem apresentar elevado limite de resistência em comparação com materiais de granulação grossa. Com o aumento da microdureza, propriedades mecânicas como o LE (limite de escoamento), LRT (limite de resistência) aumentam, porém o alongamento (%) diminui. Quando se compara os materiais considerados (Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si) para as amostras de Al-puro, verifica-se um aumento média de 71,3% na microdureza em relação ao material não processado via ECAP, enquanto que para as ligas binárias Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, o ganho médio nos valores da microdureza Vickers observados foram de 57,4%, 48,4% e 59,7%, respectivamente. Podemos concluir que o alumínio puro isento de elementos de liga como silício, torna-se mais susceptível ao ganho de microdureza quando comparados a aqueles que apresentam soluto em sua composição,

conclusão semelhantes também foram apresentadas por (GRANATO, 2018). Esse maior ganho de dureza após ECAP, pode ser atribuído a uma maior formação de defeitos (contornos de grão) durante a deformação plástica severa. A deformação plástica se dá por meio da movimentação das discordâncias, a redução do tamanho de grão durante o ECAP e por consequência o aumento dos contornos de grãos é um obstáculo ao movimento das referidas discordâncias, favorecendo o aumento das propriedades mecânicas do Al-puro como dureza e a sua resistência mecânica. Utilizando-se deste conjunto de dados apresentados na Tabela 8, equações empíricas foram determinadas, onde a microdureza Vickers antes e após o ECAP foi correlacionado com a posição a partir da base do lingote e com as variáveis térmicas de solidificação (CARDOSO, 2013). A microdureza Vickers dos materiais antes e após o ECAP são plotadas nos mesmos gráficos para propósito de comparação.



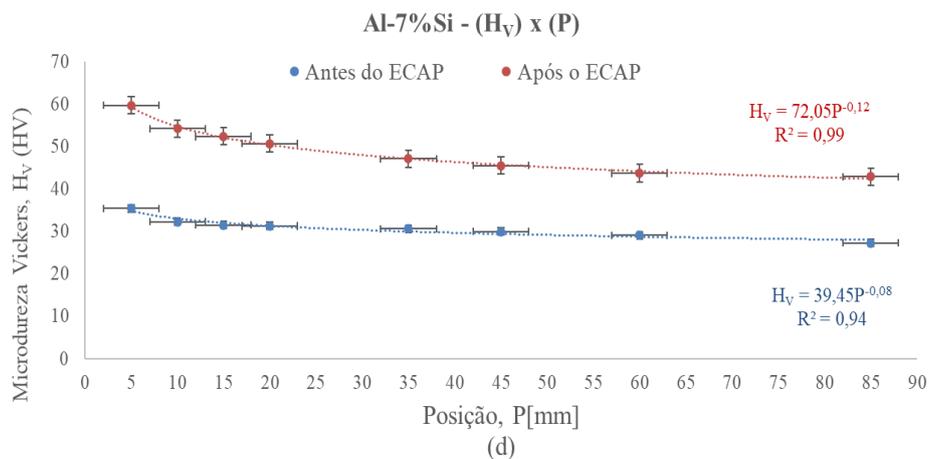
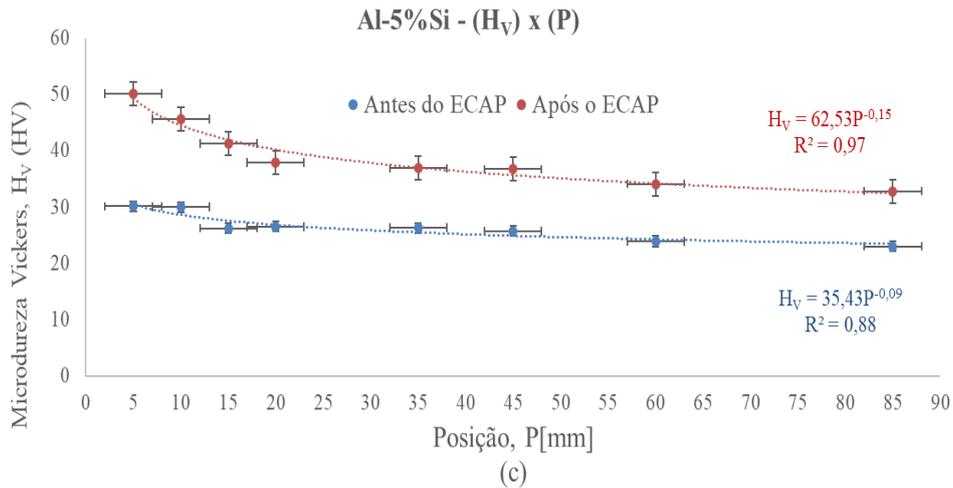
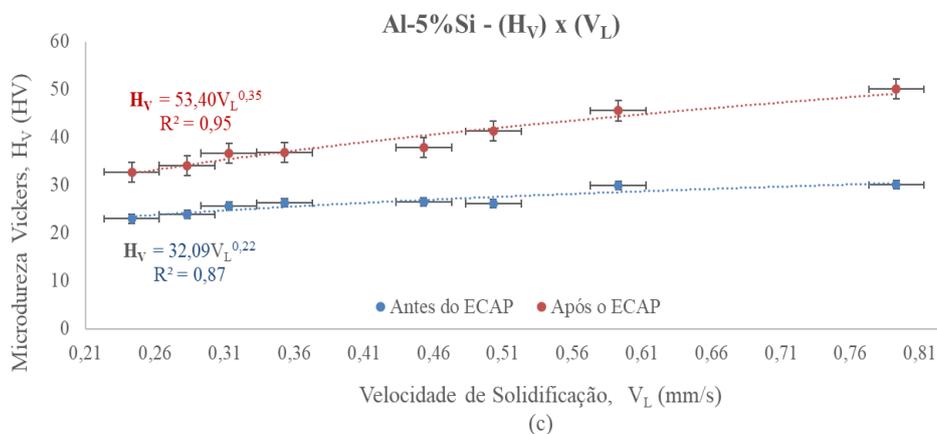
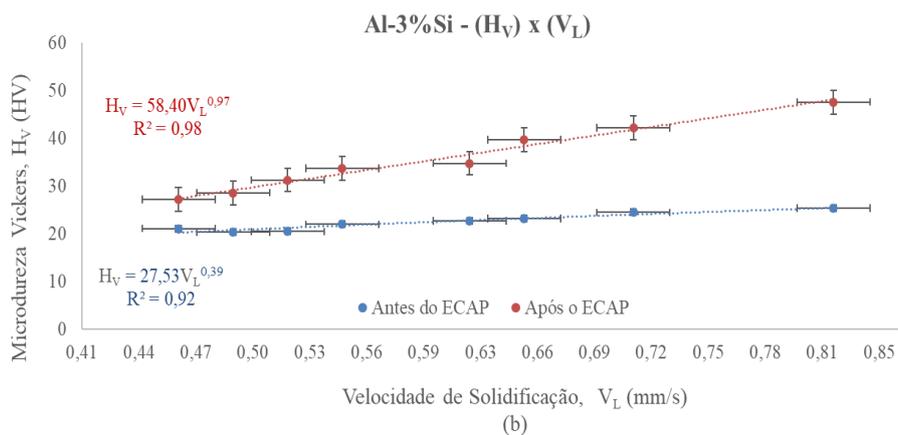
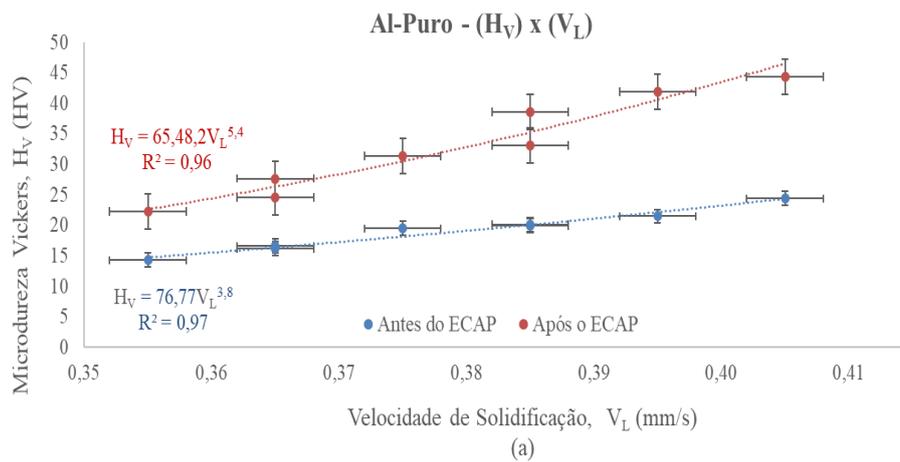


Figura 111: Microdureza Vickers antes e após ECAP versus posição para: a) Al-puro, b) Al-3%Si, c) Al-5%Si, e d) Al-7%Si.

A partir das realizações dos testes de microdureza, mediante a utilização de corpos de prova seccionados ao longo do comprimento dos lingotes e posteriormente submetidos ao ECAP, conforme descrito previamente, foram determinados os valores das microdureza Vickers para diferentes posições a partir da base do lingote. Nota-se que para corpos de prova retirados das posições iniciais, os valores da microdureza Vickers são maiores, e tende a estabilizar para posições acima de cerca de 35 mm, para todos os casos analisados. Utilizando-se da correlação $H_V = f(P)$ estabelecida e apresentada nos gráficos da Figura 110, foi possível obter uma correlação entre microdureza Vickers e a posição para cada material analisado. Pode-se notar na Figura 110 um aumento significativo da microdureza após o material ser submetido ao ECAP, bem como podemos observar uma variação expressiva desta propriedade ao longo das peças analisadas (GAJANAN, 2018).

O aumento da microdureza após ECAP é devido ao encruamento sofrido pelo material durante o processo de deformação plástica severa e os altos valores da referida microdureza em regiões próximas a base do lingote é provocado pela distribuição mais homogênea e mais

refinada da fase de reforço mecânico (eutético) contido na região interdendrítica e que é melhor distribuída com a diminuição de tamanho da matriz dendrítica rica em Al. Este refinamento da matriz dendrítica rica em Al resultando no aumento de microdureza Vickers em regiões próximas a base do lingote, é devido as condições de solidificação impostas no experimento de solidificação controlada unidirecional ascendente, como será exemplificado nos gráficos a seguir.



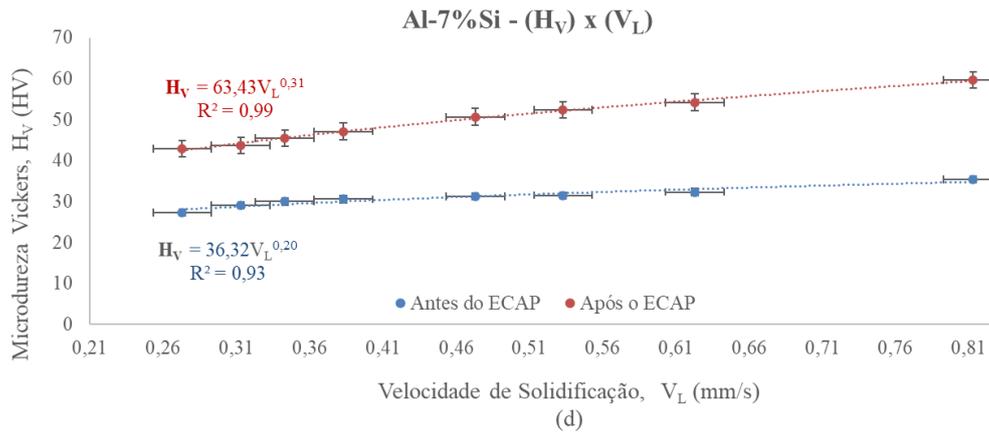
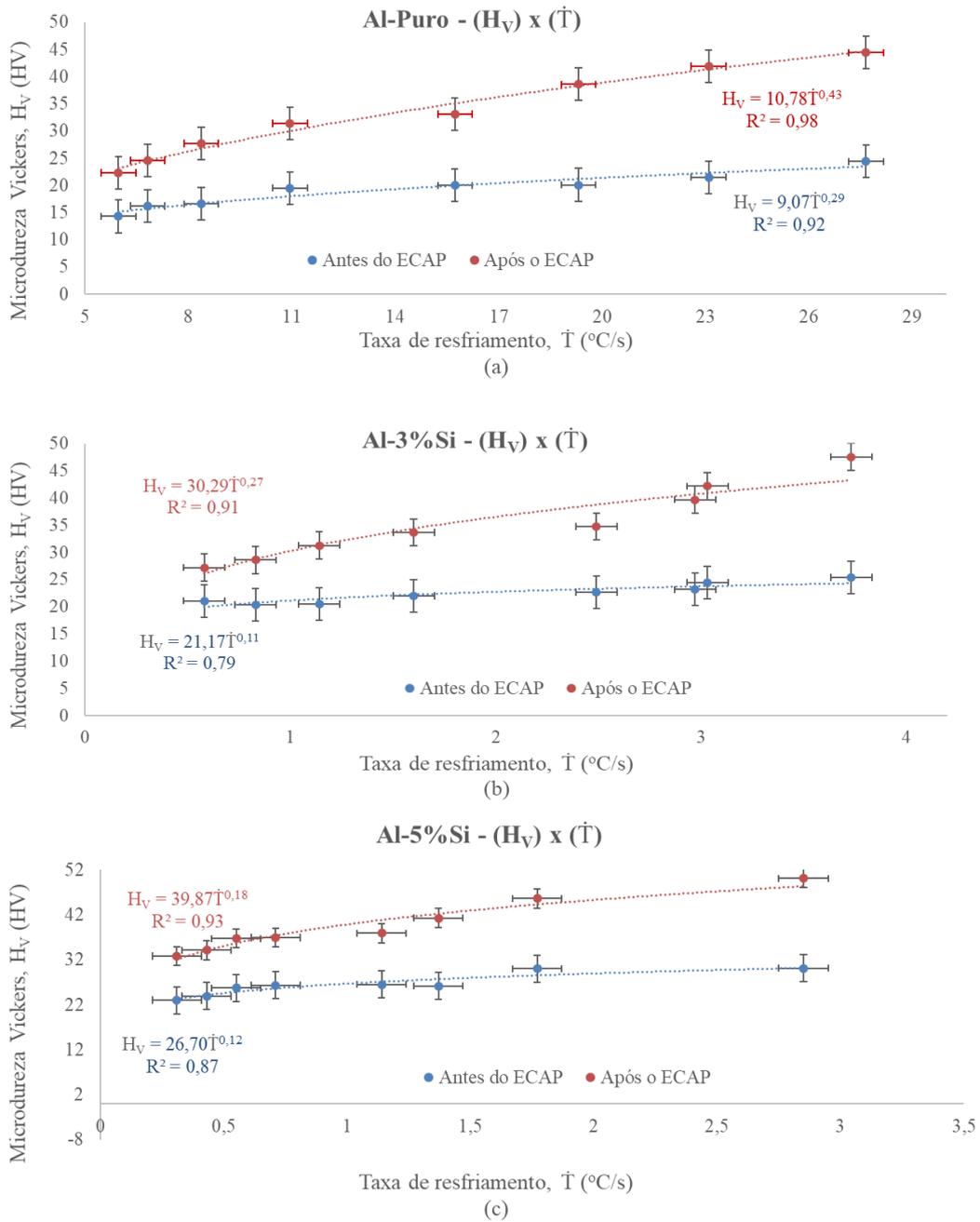


Figura 112: Microdureza Vickers antes e após ECAP versus velocidade de solidificação para: a) Al-puro, b) Al-3%Si, c) Al-5%Si, e d) Al-7%Si.

A evolução da microdureza Vickers nos materiais considerados na solidificação e após o ECAP não é afetado somente pelo teor de soluto como previamente discutido, mas também por variáveis que controlam o processo, tais como a velocidade de solidificação, como podemos observar na Figura 111. Desta forma, a cinética da solidificação pode influenciar de forma significativa a estrutura final e como consequência, suas propriedades mecânicas (GRANATO, 2018). Com o decorrer da solidificação, a velocidade de solidificação reduz ao se aproximar do final do lingote, fato que se deve ao aumento da resistência térmica ocasionada pela camada solidificada, que reduz a transmissão de energia no material. No entanto, essa variável afeta sensivelmente a microdureza do material durante o experimento de solidificação bem como após o ECAP. Esse efeito da velocidade de solidificação na variação da microdureza após ECAP, é exemplificado através das curvas (Figura 111) que representam as leis experimentais obtidas a partir dos pontos experimentais e ajustados por uma função de potência, com um excelente coeficiente de correlação ($R^2 > 0,90$ para qualquer caso analisado). Observa-se a partir da Figura 111, para a condição de processamento após ECAP, que os valores da microdureza Vickers, aumentam à medida que a velocidade de solidificação cresce, ou seja, mesmo após o material ser submetido a um processo de deformação plástica severa (no presente trabalho, adotamos o ECAP) as condições impostas no experimento de solidificação permanecem afetando a propriedade mecânica do material final (MENDES, 2019).

Uma vez obtidas as variáveis térmicas da solidificação dos sistemas Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si, foram estabelecidas correlações que caracterizam a variação da microdureza ao longo de todo o comprimento do lingote, em função da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (Figura 111) e da taxa de resfriamento. A Figura 112

apresenta a correlação entre a citada propriedade mecânica e a taxa de resfriamento para todos os sistemas considerados.



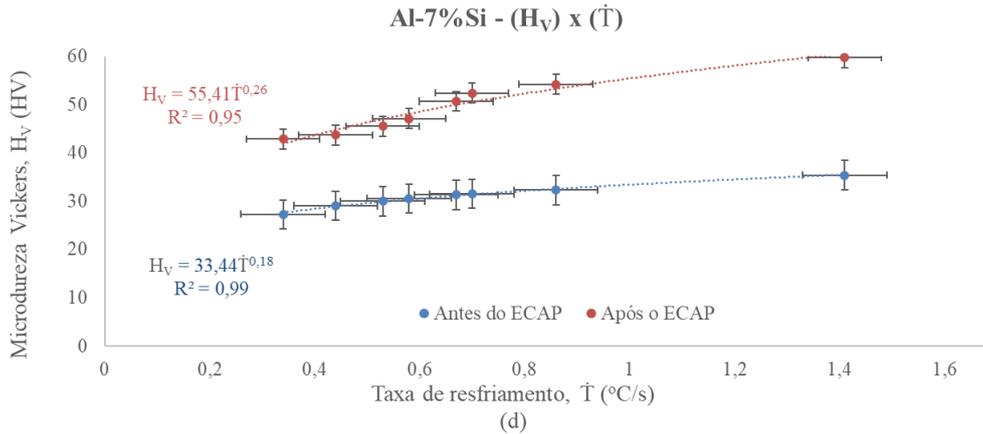


Figura 113: Microdureza Vickers antes e após ECAP versus taxa de resfriamento para: a) Al-puro, b) Al-3%Si, c) Al-5%Si, e d) Al-7%Si.

A Figura 112 mostra o perfil de microdureza Vickers (H_V) em função da taxa de resfriamento obtida experimentalmente para cada posição ao longo do comprimento do lingote, tendo como objetivo estabelecer uma correlação entre esta variável de solidificação e a evolução da microdureza. As impressões da microdureza contemplaram áreas com presença significativa de todas as fases da microestrutura, o que garante que as medidas de dureza sejam representativas, já que a dureza é uma propriedade interativa em que um resultado confiável depende da interação significativa entre fases da microestrutura durante a aplicação da carga do ensaio (KAZEMI, 2018). Pode-se notar que microdurezas mais elevadas dos lingotes obtidos no experimento de solidificação antes do ECAP, estão associadas às taxas de resfriamento elevadas, experimentalmente obtidas em posições mais próximas da fonte extratora de calor, e relacionada com microestruturas mais refinadas. Perfis semelhantes são observados nos materiais após o ECAP, a microdureza cresce com o aumento da citada variável térmica (taxa de resfriamento), ou seja, mesmo após a deformação plástica severa via ECAP.

Essas relações funcionais quantitativas que constituem as leis que regem o comportamento mecânico desses materiais, são de fundamental importância para a indústria metalúrgica, uma vez que, por meio delas é possível programar, com base nas variáveis de solidificação tais como: taxa de resfriamento, gradientes térmicos e velocidades de solidificação, as propriedades mecânicas do produto final (XU, 2005).

Nos processos de solidificação unidirecional que utilizam moldes refrigerados à água, as variáveis térmicas de solidificação, velocidade de solidificação (V_L) e taxa de resfriamento (\dot{T}), variam de altos valores, nas proximidades do molde, seguindo um perfil decrescente ao longo da peça fundida. Com a evolução da camada solidificada a resistência térmica aumenta

com a distância relativa à superfície refrigerada. Este comportamento das variáveis encontra-se refletido nos valores experimentais da microdureza e também nas demais propriedades mecânicas, mesmo os materiais sendo submetidos a processo de deformação plástica severa como por exemplo o ECAP (FILHO, 2015).

CAPITULO VI

6 Conclusões, Sugestões para Trabalhos Futuros e Artigos Publicados

6.1 Conclusões

As conclusões e sugestões com base nas investigações experimentais conduzidas ao longo desse trabalho, através das correlações e comparações para os sistemas com Al-puro, Al-3%Si, Al-5%Si e Al-7%Si foram agrupadas nos itens a seguir.

Em relação ao experimento de solidificação controlada ascendente em condições transientes de extração de calor:

- 1 – Os maiores valores das variáveis térmicas como velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico foram experimentalmente obtidas em regiões próxima a base refrigerada, em contrapartida menores valores do tempo de solidificação local foram determinados nas mesmas regiões;
- 2 – O teor de soluto da liga apresentou influência nas variáveis térmicas de solidificação;

- 3 - Nos lingotes obtidos para todos os sistemas analisados, observou-se a ocorrência de estruturas predominantemente colunares, o que dá indicações seguras de que a solidificação ocorreu através transferência de calor unidirecional;
- 4 - A ocorrência de estruturas colunares e equiaxiais, com surgimento da Transição Colunar/Equiaxial (TCE) a partir da base do lingote é favorecida com diminuição das variáveis térmicas como velocidade da temperatura *liquidus* (V_L), gradiente térmico (G_L) e a taxa de resfriamento (\dot{T});
- 5 - As microestruturas tornam-se mais grosseiras à medida que afastamos da base resfriada, ou seja, com o aumento da posição (P), enquanto que os valores das suas respectivas variáveis térmicas (velocidade da temperatura *liquidus* (V_L), gradiente térmico (G_L) e a taxa de resfriamento (\dot{T})) decrescem;
- 6 - A microdureza dependem, entre outros aspectos, da composição química, dos processos de fundição, das variáveis térmicas de solidificação e, conseqüentemente, da microestrutura formada após o experimento de solidificação.

Em relação aos materiais fundidos e submetidos ao processo de deformação severa (ECAP):

- 1- Após o processo de ECAP para o sistema Al-puro, observamos uma morfologia de grãos achatados com uma redução do seu tamanho de grão;
- 2- Anterior ao ECAP observamos uma microestrutura tipicamente dendrítica, muito comum em solidificação de ligas de alumínio, com ramificações primárias, secundárias e em alguns casos terciárias;
- 3- Observamos após ao ECAP microestruturas dendríticas fragmentadas, o qual o lingote deformado sofreu grande mudança em sua estrutura. A tensão aplicada ao material provocou a deformação das microestruturas que se orientaram na direção mais favorável, estabelecendo a chamada textura de deformação. A fase primária e o eutético aparecem mais alongados. As dendritas deformadas com o formato aproximadamente achatado se tornaram mais refinadas e alongadas;
- 4- O ECAP via rota C com 3 passes, a qual é submetida as ligas de Al-Si promove a quebra das microestruturas dendríticas, bem como a fragmentação das partículas interdendríticas (região eutética). Quanto mais fragmentadas essas regiões interdendríticas estiverem, maior é o movimento das discordâncias, o que pode resultar em menores tamanhos de grãos após o processo de ECAP;

- 5- Concluímos que existe um aumento na propriedade mecânica do material por meio dos ensaios de microdureza Vickers realizados, onde o material não submetido ao ECAP apresentou uma dureza inferior quando comparado ao material processado, para todos os casos analisados;
- 6- Podemos concluir que o alumínio puro isento de elementos de liga como silício, torna-se mais susceptível ao ganho de microdureza quando comparados a aqueles que apresentam soluto em sua composição;
- 7- A evolução da microdureza Vickers nos materiais considerados na solidificação e após o ECAP é afetado pelo teor de soluto e variáveis térmicas que controlam o processo, tais como a velocidade de solidificação e taxa de resfriamento. Desta forma, as condições da solidificação podem influenciar de forma significativa a estrutura final e como consequência, suas propriedades mecânicas dos materiais fundidos mesmo após processamento.

Essas relações que são as leis que regem o comportamento mecânico dos materiais, são de grande importância para a indústria metal/mecânica, uma vez que, por meio delas é possível programar, com base nas variáveis de solidificação tais como: taxa de resfriamento, gradientes térmicos e velocidades de solidificação, as propriedades mecânicas do produto final.

6.2 Sugestões para Trabalhos Futuros

Com base na análise, pesquisa e desenvolvimento deste trabalho, e em face aos resultados obtidos, algumas sugestões de abordagens para implementação em trabalhos futuros são:

- 1- Um estudo sobre algumas formas de medição dos espaçamentos dendríticos nas amostras após a aplicação do ECAP, pois na sua recristalização fica mais complexo este trabalho de medição, utilizando a técnica proposta por (ROSA, 2006), $\lambda_3 = \frac{L}{1-n}$;
- 2- A medição da microsegregação nas amostras após o ECAP, requerem a utilização de alguma outra técnica ou forma, pois as microestruturas recristalizadas não possuem formas semelhantes a uma cruz de malta, logo, utilizar os caminhos de microanálises do tipo “T”, “X” e “+”, desenvolvido por Kattamis (FLEMINGS, 1984), torna-se mais difícil;

- 3- Um estudo sobre os números de passes, que neste trabalho foram três em rota C, seria interessante aplicar mais dois passes, totalizando cinco e em seguida fazer as análises micrográficas, e das propriedades mecânicas do material;
- 4- Um estudo das amostras após o processamento do ECAP, em cada passo na rota C, permitiria um estudo mais detalhado das deformações e alterações das propriedades mecânicas do material analisado.

6.3 Artigos Publicados Relacionados como o Tema da Pesquisa

6.3.1 Artigos Publicados

SALES, R. C.; JUNIOR P. F.; PARADELA, K.G.; GARÇÃO, W. J. L.; FERREIRA A. F. Effect of Solidification Processing Parameters and Silicon Content on the Dendritic Spacing and Hardness in Hypoeutectic Al-Si Alloys. **Materials Research**. 2018; Vol. 21, n. 6, p. e20180333. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2018-0333>.

PARADELA, K. G.; BAPTISTA, L. A. S.; **SALES, R. C.;** JUNIOR P. F.; FERREIRA A. F. Investigation of Thermal Parameters Effects on the Microstructure, Microhardness and Microsegregation of Cu-Sn alloy Directionally Solidified under Transient Heat Flow Conditions. **Materials Research**. 2019; Vol. 22, n. 4, p. e20190259. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2019-0259>.

FERREIRA, A. F.; CHRISÓSTIMO, W. B.; **SALES, R. C.;** GARÇÃO, W. J. L.; PAULA, N. S. Effect of pouring temperature on microstructure and microsegregation of as-cast aluminum alloy. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**. 2019, Springer-Verlag London Ltd., part of Springer Nature, 104, pages957–965(2019). <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03979-6>.

PARADELA, K. G.; GARÇÃO, W. J. L.; BAPTISTA, L. A. S.; **SALES, R. C.;** OLIVEIRA, V. C.; FERREIRA, A. F. The Effect of the Cooling Rate on the Microstructure and Microsegregation: An Experimental and Numerical Investigation of Solidification in Hypoperitectic Cu – 20 wt.% Sn Alloy. **Materials Research**. 2020; 23(4): e20200110. DOI: <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2020-0110> .

QUINELATO, F. P.; GARÇÃO, W. J. L.; PARADELA, K. G.; **SALES, R. C.;** BAPTISTA, L. A. S.; FERREIRA, A. F. An Experimental Investigation of Continuous Casting Process: Effect of Pouring Temperatures on the Macrosegregation and Macrostructure in Steel Slab. Journal: 2020, **Materials Research**, <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2020-0023> ;

BAPTISTA, L. A. S.; PARADELA, K. G.; JUNIOR, P. F.; SALES, R. C.; DANTAS, B. S.; FERREIRA, A. F. Analysis of Microsegregation in Al-Si-Cu Ternary Alloys: Interdependence of Solute Composition at the Solubility Limit during Non-Equilibrium Solidification. vol.23 no.6 São Carlos 2020. **Journal: Materials Research**. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2020-0180> .

SOUSA, N. P.; GARÇÃO, W. J. L.; CHRISÓSTOMO, W. B.; SALES, R. C.; FERREIRA, A. F. Análise das variáveis térmicas e correlação com os espaçamentos dendríticos e microsegregação na solidificação unidirecional da liga binária Al-4%Cu. Edição 40, 2019; Cadernos UniFOA, Volta Redonda, n. 40, p. 5-17; ISSN: 1809-9475 | e-ISSN: 1982-1816.

FERREIRA, A. F.; TOMASKEWSKI, I. M.; PARADELA, K. G.; SILVA, D. M.; SALES, R. C. Numerical Simulation of Microstructural Evolution via Phase-field Model Coupled to the Solutal Interaction Mechanism for the Columnar-to-Equiaxed Transition in Solidification of Al-Cu Alloy. 2015. **Materials Sciences and Applications**, <http://dx.doi.org/10.4236/msa.2015.610092> .

6.3.2 Publicações em Congressos

SALES, R. C.; SILVA, A. J.; FERREIRA, A. F.; SILVA, M. D. M.; **Simulation columnar grains and equiaxed during the solidification process of a binary alloy system**, 2015. Apresentação de banner, palavras-chave: dendrites, computer simulation, solidification. Áreas do conhecimento: Transformação de Fases, Setores de atividade: Metalurgia, Meio de divulgação: Impresso. Home page: <http://sbpmat.org.br/pt/>.

SALES, R. C.; SILVA, D. M.; FERREIRA, A. F.; VALENTE, M. M.; PARADELA, K. G.; **Simulation of interface velocity and solid fraction during solidification process in Al-Cu system**. 2015. Apresentação de banner, palavras-chave: dendrites, computer simulation, solidification. Áreas do conhecimento: Transformação de Fases, Setores de atividade: Metalurgia, Meio de divulgação: Impresso. Home page: <http://sbpmat.org.br/pt/>.

GARÇÃO, W. J. L.; FERREIRA, A. F.; SOUZA, T. A.; JASMIN, J. P.; SILVA, T.; CHRISÓSTOMO, W. B.; SALES, R. C.; GUIMARÃES, N. A. Certificamos que o trabalho *Análise Experimental Das Variáveis Térmicas Durante a Solidificação Unidirecional e seu Efeito no Tamanho de Grão do Alumínio Comercialmente Puro*. Apresentação no X Congresso Nacional de Engenharia Mecânica - CONEM 2018 na forma PÔSTER, realizado na cidade de Salvador - BA, Brasil.

JASMIN, J. P.; FERREIRA, A. F.; SOUZA, T. A.; SILVA, T.; GARÇÃO, W. J. L.; CHRISÓSTOMO, W. B.; SALES, R. C. Certificamos que o trabalho. **Estudo Experimental da Adição de Cobre no Alumínio e seus Efeitos na Macro/Microestrutura Formada**.

Apresentação no X Congresso Nacional de Engenharia Mecânica - CONEM 2018 na forma PÔSTER, realizado na cidade de Salvador - BA, Brasil;

SILVA, T.; FERREIRA, A. F.; JASMIN, J. P.; SOUZA, T. A.; GARÇÃO, W. J. L.; CHRISÓSTOMO, W. B.; SALES, R. C. Certificamos que o trabalho. **Um Estudo Experimental da Adição de Estanho em Alumínio na Formação da Macro/Microestrutura na Solidificação Unidirecional Ascendente em Condições Transientes de Extração de Calor.** Apresentação no X Congresso Nacional de Engenharia Mecânica - CONEM 2018 na forma PÔSTER, realizado na cidade de Salvador - BA, Brasil;

CAPITULO VII

7 Referências Bibliográficas

ABAL - Associação Brasileira do Alumínio, Fundamentos e aplicações do alumínio 2007, 68 p.

ARANGO, R. M. Análise Térmica de Al-Si com Adição de Inoculante. 2009. [10.11606/D.3.2009.tde-18112010-115846](https://doi.org/10.11606/D.3.2009.tde-18112010-115846).

AZUSHIMA, A.; AOKI, K. Properties of ultrafine-grained steel by repeated shear deformation of side extrusion process [Journal]. *Materials Science and Engineering A*, 2002. - Vols. v. 337, p. 45–49.

AZUSHIMA, A.; KOOP, R.; KORHONEN, A. Severe plastic deformations (SPD) processes for metals. *Manufacturing Technology*, 2008.

BAPTISTA, L. A. S; PARADELA, K. G; FERREIRA, I. L; GARCIA, A; FERREIRA, A. F. Experimental study of the evolution of tertiary dendritic arms and microsegregation in

directionally solidified Al – Si – Cu alloys castings, *Journal of Materials Research and Technology*, 2018. Vol. 8, p. 1515.

BERBON, P. B. Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing [Journal]. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, Vols. v.30, n. 8, p. 1997.

BEYERLEIN, I. J.; LEBENSOHN, R. A.; TOMÉ, C. N. Modeling Texture and Microstructural Evolution in The Equal Channel Angular Extrusion Process. *Materials Science and Engineering*. 2003. - Vols. V. 354, P. 122-138.

BRITO, C. C. High cooling rate cells, dendrites, microstructural spacings and microhardness in a directionally solidified Al-Mg-Si alloy. 2015: *Journal of Alloys and Compounds*. - Vols. v. 636, p. 145-149.

BRITO, C. C. Parâmetros Térmicos e Microestruturais na Solidificação Transitória de Ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e Correlação com Resistências Mecânica e à Corrosão. Campinas, SP: Universidade Estadual de Campinas - Engenharia Mecânica. 2016.

BRUNI, C.; CABIBOO, M.; CICCARELLI, D.; PAOLETTI, C. Characterization of double aluminum alloy specimens after ECAP. *Procedia Manufacturing*. 2018. Vols. Volume 15, Pages 1517-1524.

BURTON, J. A.; PRIM, R.C.; SLICHTER, W. P. The distribution of solute in crystals grown from the melt. Part I. Theoretical. 1987. pp. v21, p.1987-1991,1953.

CALADO, W. R. Ultra refino de grão através de deformação plástica severa por ensaios de torção: simulação do processo ARB. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG. 2012.

CAO, W. Q.; GODFREY, A.; LIU, W.; LIU, Q. EBSD study of the aneling behavior of aluminum deformed by equal channel angular processing. *Materials Science and Engineering: A*, v. 360, n. 1, p. 420-425, 2003.

CARDOSO, R. K.; MUÑOZ-MORRIS, M. A.; LEÓN, V. K.; MORRIS, D.G. Room and High temperature ECAP processing of Al-10%Si alloy. *Materials Science & Engineering A*, 2013. - <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.09.006>.

CARVALHO, D. B. Characterization of the Al-3wt.%Si alloy in unsteady-state horizontal directional solidification [Journal]. *Materials Research*, 2013. - Vols. - 4 - pp. 874-883.

CHALMERS, B. Principles of solidification. New York, NY: JOHN WILEY (Wiley Series on The Science and Technology of Materials). 1964. - Vols. 319 p, 2416 cm.

CHRISÓSTOMO, W. B. Efeito do superaquecimento na microsegregação, formação macro e microestrutural da liga hipoeutética Al-4%Cu. Universidade Federal Fluminense Polo Universitário de Volta Redonda Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica. Dissertação, 2018.

CLYNE, T.W. AND KURZ, W.; Solute Redistribution During Solidification with Rapid Solid-State Diffusion, Metallurgical Transactions, v.12A, pp.965-971, 1981.

DA SILVA, J. N. S. Construção e Aferição de um Dispositivo de Solidificação Unidirecional Horizontal Refrigerado à Água - Belém: Universidade Federal do Pará, 2007.

DANTAS, P. P. Caracterização de Ligas Hipereutéticas de Al-Ni Solidificadas Unidirecionalmente. Universidade de Brasília, Programa de Pós-Graduação em Integridade de Materiais da Engenharia, Brasília/DF: Dissertação, 2014.

DIAS, A. F. Caracterização microestrutural e mecânica de ligas à base de níquel após processamento mecânica (deformação plástica severa) e tratamento térmico. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, 2019, dissertação.

DIAS FILHO, J.M. Influência das Variáveis Térmicas Sobre os Espaçamentos Dendríticos Terciários durante a Solidificação Direcional Horizontal da Liga Al-6%Cu. [Journal]. Sob Revista Matéria, 2015. - Vols. v.20, n.1, IS.

DILEEP, B.P. Effect of ECAP on Mechanical and Micro-Structural Properties of Al7075-Ni Alloy. Department of Mechanical Engineering, Amrita University, Bengaluru, India. ScienceDirect, 2018. - Proceedings 5 (2018) 25382–25388.

FARIA, C. G. Processamento Multiaxial Cíclico em Alumínio Comercialmente Puro Processado Por ECAP. Universidade Federal de Minas Gerais Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Dissertação 2015.

FERREIRA, Ivaldo L.; SPINELLI, José E.; GARCIA, Amauri. Gravity-driven inverse segregation during transient upward directional solidification of Sn Pb hypoeutectic alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 475, p. 396-400, 2009.

FERREIRA, A. F.; PARADELA, K. G.; FELIPE JR., P.; ALCANTARA JR., Z.; GARCIA, A. Phase-field simulation of microsegregation and dendritic grow during solidification of hypoeutectic Al-Cu: *Alloys. Material Research*, 2017, Vol. 20, n. 2, p. 423.

FILHO, A. M. *Deformação Plástica Severa em Temperaturas Ambiente e Criogênica, de Ti Comercialmente Puro*. São Carlos, S.P.: Universidade Federal de São Carlos, Centro de Exatas e de Tecnologia. 2015.

FLEMINGS, M.C.; POIRIER, D.R.; BARONE, R.V.; BRODY, H. D.; Microsegregation in Iron-Base alloys, *Journal of the Iron and Steel Institute*, v.208, n.4, pp.371-381, 1970.

FLEMINGS, M.C.; SHIOARA, Y. Solidification of undercooled metals. *Materials Science and Engineering*. 1984. - Vol. 65(1): p.157 a 170.

FURUKAWA, M. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing [Journal]. *Materials Science and Engineering A*, 1998. - Vols. v.257, n. 2, p. 328-332.

FURUKAWA, M.; KAWASAKI, Y.; MIYAHARA, Y.H. ZENJI and LANGDON, T. G. (2005) An investigation of the deformation process during equal-channel angular pressing of an aluminum single crystal. *Materials Science and Engineering: A*, 410-411, 194-200. ([doi:10.1016/j.msea.2005.08.082](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.082)).

GAJANAN, M. N.; GOPAL, D. G.; NARENDRANATH, S. Microstructural and Hardness evolution of AZ80 alloy after ECAP and post-ECAP processes [Journal]. - Karnataka, Surathkal, India: Department of Mechanical Engineering, National Institute of Technology, 2018. - 17763–17768: Vol. *Materials Today: Proceedings* 5.

GARCIA, A., Transferência de Calor e Solidificação no Lingotamento Contínuo, Tese (Livre Docência), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - São Paulo. 1981.

GARCIA, A, CLYNE, T.W.; A Versatile Technique for Characterization of Metal-Mold Heat Transfer and Correlation with Thermal and Structural Effects. In: Solidification Technology in the Foundry and Casthouse; The Metals Society; pp 33-39, 1983.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. Ensaios dos Materiais. Rio de Janeiro, RJ.: LTC Editora, 2012. - Vols. 2ª Edição.

GARCÍA-INFANTA, J.M.; SWAMINATHAN, S.; CEPEDA-JIMÉNEZ, C.M. Enhanced grain refinement due to deformation-induced precipitation during ambient-temperature severe plastic deformation of an Al-7%Si alloy. 2008. - pp. 139-143.

GARÇÃO, W. J. L. Análise Experimental das Variáveis Térmicas na Solidificação do Alumínio e Liga Binária Al-Fe: Efeito da Taxa de Resfriamento e Concentração de Fe na Formação Macro/Microestrutural e Propriedades Mecânicas. UFF, Pólo Universitário de Volta Redonda Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda. Dissertação 2018.

GOMES, R. C. F. Caracterização térmica e mecânica de ligas hipoeutéticas de alumínio-níquel (Al-Ni). Dissertação de Mestrado, Faculdade de Tecnologia. Brasília: Universidade de Brasília. 2013.

GOULART, P. R. Variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas hipoeutéticas Al-Si. Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2005. 105p. Dissertação.

GUIDO, V.; CARDOSO, K. R. Microestrutura e propriedade mecânica de uma liga de alumínio AA7050 processada por prensagem angular de seção transversal constante – ECAP 2007. 4f. XIII Encontro Latino Americano de Iniciação Científica e IX Encontro latino Americano de Pós-Graduação – Universidade do Vale do Paraíba.

DE FARIA, C. G.; SILVA, N. A.; FRANCO, C. B.; BALZUWEIT, K.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Microstructural evolution in the low strain amplitude multi-axial compression (LSA-MAC) after equal channel equal pressing (ECAP) of aluminum. *Materials Letters*, 2018. Vols. Volume 227, 15 September 2018, Pages 149-153. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2018.05.054>.

GRUGEL, N. R. Secondary and tertiary dendrite arm spacing relationships in directionally solidified Al-Si alloys. 1993. - pp. v. 28, pp 677-683.

GREGOLIN, A. Uso do ECAP na Fabricação de Liga A355 para Tixotomização. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica. Dissertação 2019.

HUGHES, D. A.; HANSEN, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*, 1997. - Vols. Vol. 45 p. 3871-3886.

HUNT, J. D. Steady-State Columnar and Equiaxed Growth of Dendrites and Eutectic. *Materials Science and Engineering*, v. 65, p. 75-83, 1984.

IVANOV, K. V.; NAYDENKIN, E. V. Grain boundary sliding in ultrafine grained aluminum under tension at room temperature. *Scripta Materialia*, v. 66, n. 8, p. 511-514, 2012.

IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine-grained materials. *Scripta Materialia*, V. 35, n. 2, p. 143-146, 1996.

JUNIOR, P. F.; FERREIRA, A. F.; FERREIRA, I. L.; CASTRO, J. A.; SALES, R. C.; JUNIOR, Z. A. Analysis of Microstructural Evolution and Microsegregation in Directional Solidification of Hypoeutectic Al-Cu Alloy: A Comparison Between Experimental Data and Numerical Results Obtained via Phase-field Model. 2020, Journal: *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, Manuscript ID: AMS-2020-0624.

JUNIOR, Z. A.; PARADELA, K. G.; JUNIOR, P. F.; CASTRO, J. A.; SALES, R. C.; FERREIRA, A. F. Experimental Investigation of the Copper and Silicon Effects on Thermal Parameters, Microstructure and Mechanical Properties in Alloys Solidified under Unsteady-

State Conditions. 2020, Journal: Acta Metallurgica Sinica (English Letters), Manuscript ID: AMS-2020-0624.

KAWASAKI, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Microstructural evolution in high purity aluminum processed by ECAP. Materials Science and Engineering: A, v. 524, n. 1, p. 143-150, 2009.

KAZEMI, M. A.; RAHMAN, S. Effects of crack orientation on the fatigue crack growth rate and fracture toughness of AA6063 alloy deformed by ECAP. Materials Science & Engineering A, 2018. - Vols. 733 (2018) 71–79.

KIM, J. K., CHEN, L., KIM, H. S., ESTRIN, Y. and COOMAN, B. C. On the Tensile Behavior of High-Manganese Twinning-Induced Plasticity Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 40A, p. 3147-3158, 2009.

KOBAYASHI S. Mathematical analysis of solute redistribution during solidification based on a columnar dendrite model. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan., 1988. - Vols., v.28, p. 535.

KURZ, W., FISHER, D. J.; Dendrite Growth at the Limit of Stability: Tip Radius and Spacing, Acta Metallurgica, v.29, n.1, pp.11-20, 1981.

KURZ, W.; FISHER, D. J. Fundamentals of solidification. Aedermannsdorf: Trans Tech Publications, 1989.

LANGDON, T.G. The Principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. Materials Science and Engineering A., 2007. - Vols. v. 462, p. 3-11.: pp. A, v. 462, p. 3-11.

LANGDON, T. G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. Acta Materialia, v. 61, n. 19, p. 7035–7059, 2013.

MARTORANO, M. A.; CAPOCCHI, J. D. T.; Effects of processing variables on the microsegregation of directionally cast samples. Metallurgical and Materials Transactions A, v.31A, pp. 3137-3147, 2000.

MARTORANO, M. A.; CAPOCCHI, J. D. T.; Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, Microsegregação em ligas metálicas binárias, Departamento de Engenharia de Materiais, 2000.

MENDES, P. S. N. Efeito do Tratamento Térmico de Solubilização na Microestrutura e Dureza da Liga Co-Cr-Mo-W. UFF, Polo Universitário de Volta Redonda Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda. Dissertação 2017.

MESHKABADI, R. Combined effects of ECAP and subsequent heating parameters on semi-solid microstructure of 7075 aluminum alloy. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 26(2016) 3091–3101. 2016.

MEZA, S. E; BERTELLI, B.; GOULART, P. R.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. The effect of the growth rate on microsegregation: Experimental investigation in hypoeutectic Al-Fe and Al-Cu alloys directionally solidified. Journal of Alloys and Compounds, 2013, Vol. 3, p. 193.

MOUTINHO, D. J.; GOMES, L. G.; ROCHA, O. L.; FERREIRA, I. L.; GARCIA, A. Thermal parameters, microstructure and porosity during transient solidification of ternary Al-Cu-Si alloys, apresentado no VI International Materials Symposium, Lisboa, 2011.

MOUTINHO, A. M. Influência da Convecção Termos Solutal na Transição Equiaxial de Ligas Al-Si Sob Condições Unidirecional [Book]. - Belém: Universidade Federal do Pará., 2011. - Vol. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica.

NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing. Acta Materialia, v. 46, n. 5, p. 1589-1599, 1998.

NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. Materials Science and Engineering: A, v. 281, n. 1, p. 82-87, 2000.

NATORI, K.; UTSUNOMIYA, H.; TANAKA, T. Improvement in Formability of Semi-Solid Cast Hypoeutectic Al-Si Alloys by Equal-Channel Angular Pressing. Volume 240, fevereiro de 2017, páginas 240-248., 2016.

OHNO, M.; TAKAKI, T.; SHIBUTA, Y. Microsegregation in multicomponent alloy analyzed by quantitative phase-field model. Materials and Engineering Science., 2015. - Vol. Vol. 84.

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 W. R. Correlação entre Parâmetros da Solidificação, Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Zn-Al. - Campinas, São Paulo: Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual de Campinas. 2000.

OSÓRIO W. R.; GARCIA A. Modeling dendritic structure and mechanical properties of Zn-Al alloys as a function of solidification condition, Materials Science and Engineering A, v. 325, pp. 103-111, 2002.

OSÓRIO, W.R.; GOULART, P.R.; GARCIA, A.; Effect of silicon content on microstructure and electrochemical behavior of hypoeutectic Al-Si alloys. Materials Letters v. 62, pp.365-369, 2008.

OSÓRIO, W. R.; PEIXOTO, L. C.; MOUTINHO, D. J.; GOMES, L. G.; FERREIRA, I. L.; GARCIA, A. Corrosion resistance of directionally solidified Al-6Cu-1Si and Al-8Cu-3Si alloys castings. Material and Design, v. 32, pp.3832-3837, 2011.

PARADELA, K. G.; BAPTISTA, L. A. S.; SALES, R. C.; JUNIOR P. F.; FERREIRA A. F. Investigation of Thermal Parameters Effects on the Microstructure, Microhardness and Microsegregation of Cu-Sn alloy Directionally Solidified under Transient Heat Flow Conditions. Materials Research. 2019; Vol. 22, n. 4, p. e20190259. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2019-0259> .

PARADELA, K. G.; GARÇÃO, W. J. L.; BAPTISTA, L. A. S.; SALES, R. C.; OLIVEIRA, V. C.; FERREIRA, A. F. The Effect of the Cooling Rate on the Microstructure and Microsegregation: An Experimental and Numerical Investigation of Solidification in Hypoperitectic Cu – 20 wt.% Sn Alloy. *Materials Research*. 2020; 23(4): e20200110. DOI: <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2020-0110>.

PERES, M. D. Coeficiente de transferência de calor na interface metal/molde (hi) e molde/ambiente (hamb), relativos à solidificação unidirecional de ligas do sistema Al-Si, em molde de aço, 2001, Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Pará- UFPA, Belém - Pará.

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, pp. 168-181, 2004.

PINEDA, D. A.; MARTORANO, M. A. EFEITO DO TRATAMENTO DE INOCULAÇÃO NA TRANSIÇÃO-COLUNAR EQUIAXIAL DE LIGAS Al-Si. CONAF 2009.

POGGIALI, F. S. J. Determinação da influência do refino de grão por ECAP no comportamento em compressão do magnésio comercialmente puro. Belo Horizonte, MG: Universidade Federal de Minas Gerais. 2015.

QUARESMA, J.M.V.; SOEIRO, N.S., GARCIA, A.; Mecanismos de Formação de Marcas Superficiais em Lingotes: Fatores de Influência, *Anais do 70 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*, pp.131-134, 1986.

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

RODRIGUES, A. C. O. DA P. Efeito do Processo ECAP (Equal Channel Angular Pressing) na Microestrutura e nas Propriedades Mecânicas de uma Liga Comercial de Alumínio AA3104. UNESP - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá. Dissertação, 2013.

ROCHA O. F. L.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA A. Theoretical-experimental analysis of the cellular/dendrite transition during unidirectional solidification of Sn-Pb alloys. *Materials Research*, v. 5, n. 3, pp. 391-397, 2002.

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

ROSA, D. M.; SPINELLI, J. E.; GARCIA, A. Tertiary dendrite arm spacing during downward transient solidification of Al-Cu and Al-Si Alloys. *Materials Letters*, v. 60, pp. 1871-1874, 2006.

SÁ, G. M. S. Caracterização Microestrutural e da Textura Cristalográfica da Liga Al AA1070 Deformada de Forma Combinada Via ECAP e Posteriormente Laminação. UFF, Polo Universitário de Volta Redonda Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda Curso De Mestrado Em Engenharia Metalúrgica. Dissertação 2016.

SAMAEE, M.; NAJAFI, S.; EIVANI, A. R.; JAFARIAN, H. R.; ZHOU, J. Simultaneous improvements of the strength and ductility of fine-grained AA6063 alloy with increasing number of ECAP passes. *Materials Science and Engineering*, 2016. - Vols. Volume 669, 4 July 2016, Pages 350-357. - <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.070>.

SAMUEL, A.M.; ELGALLAD, E. M.; DOTY, H. W.; VALTIERRA, S.; SAMUEL, F. H. Effect of metallurgical parameters on the microstructure, hardness impact properties, and fractography of Al-(6.5-11.5) wt% Si based alloys. *Mater. Des.* 107 (2016) 426-439., 2016.

SANTOS, C. A., Influência das taxas direcionais de resfriamento na evolução da solidificação em sistemas metal/molde, 1997, Dissertação (Mestrado), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - São Paulo.

SANTOS, M. T. Processamento do Cobre por EACI. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2008. 95p (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).

SEGAL V. M. Methods of stress-strain analysis in metal-forming. [Journal]. - Minsk, USSR.: Ph.D. Thesis, 1974.

SEGAL, V. M., REZNIKOV, V., DROBYSHEVSKIY, A., et al., 1981, Plastic working of metals by simple shear. Russian Metallurgy, v. 1, pp. 99-105, 1981.

SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. Materials Science and Engineering A, v.197, pp. 157-164. 1995.

SEGAL, V. M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. Material Science & Engineering, Spokane, v A271, p. 322 – 333, May 1999.

SEGAL, V. M. Severe plastic deformation: simple shear versus pure shear. Materials Science & Engineering, Spokane, v A338, p. 331- 344, May 2001.

SEGAL, V. M. Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE), Materials Science and Engineering A, v. 386, pp. 269–276. 2004.

SHAN A., MOON I. G. and PARK J. W. Estimation of friction during equal channel angular (ECA) pressing of aluminum alloys [Journal]. Journal of Materials Processing Technology, 2002. - Vols. v.122, p. 255-259.

SILVA, F. D. Efeito do Processo ECAP sobre a Microestrutura e as Propriedades Mecânicas da Liga Ti-35Nb-0,15Si E DO Ti CP. Universidade Federal de Sergipe, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais Mestrado em Ciência e Engenharia De Materiais. Dissertação 2017.

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

SIVAKUMAR, S. M., ORTIZ, M. Microstructure Evolution in The Equal Channel Angular Extrusion Process. [Book]. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, 2004. - Vols. V. 193, P. 5177-5194.

SPINELLI, J. E.; Simulação do lingotamento contínuo de tiras finas de aço, 2000, Dissertação (Mestrado), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - São Paulo.

SPINELLI, J. E., PERES M. D. and GARCIA A. Efeito da Convecção no Líquido nos Espaçamentos Dendríticos Terciários de Ligas Al-Si. São Paulo: Projeções (Bragança Paulista), 2004. - Vols. v. 21/22, p. 45-52, 2004.

SPINELLI, J. E.; FERREIRA, I. L.; GARCIA, A.; Evaluation of heat transfer coefficients during upward and downward transient directional solidification of Al Si alloys. Structural and Multidisciplinary Optimization, v. 31, n. no. 6, p. 241-248, 2006.

SURESCH, M.; SHARMA, A.; MORE, A. M.; KALSAR, R.; BISHT, A.; NAYAN, N.; SUWAS, S. Effect of equal channel angular pressing (ECAP) on the evolution of texture, microstructure and mechanical properties in the Al-Cu-Li alloy AA2195. [Book]. Journal of Alloys and Compounds, 2019. - Vol. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.01.161> . - Vol. 785, pages 972-983.

TOLAMINEJAD, B.; DEHGHANI, K. Microstructural characterization and mechanical properties of nanostructured AA1070 aluminum after equal channel angular extrusion [Journal]. Materials & Design, 2012. - Vols. v. 34, p. 285-292.

VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV R. K.; ALEXANDROV, I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. Progress in Materials Science. V. 45, p. 103-189, 2000.

VALIEV, R.Z. Nano structuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. Nature Materials, v. 3, pp. 511-516. 2004.

VALIEV, R. Z., LANGDON, T. G. Achieving exceptional grain refinement through severe plastic deformation: new approaches for improving the processing technology, Metallurgical and Materials Transactions A, v. 42A, pp. 2942-2952. 2011.

VALIEV, R. Z.; LANGDON T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*. V. 51, p. 881-981, 2006.

VALIEV, R. Z.; MURASHKIN, M.; GANEEV, A. V. Superstrength of nanostructured metals and alloys produced by severe plastic deformation. [Journal]. *Phys. Met. Metallography*, 2012. - Vols. v. 113, n. 13, pp. 1193-1201.

WANG, C. Y.; BECKERMANN, C. Prediction of columnar to equiaxed transition during diffusion-controlled dendritic alloy solidification, [Book]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1994. - Vols. v. 25A, p. 1081-1093.

XU, C.; SZÁRAZ, Z.; TROJANOVÁ, Z.; LUKÁČ, P.; LANGDON, T. G. Evaluating plastic anisotropy in two aluminum alloys processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A* V. 497, n. 1, p.206-211, 2008.

XU, C.; LANGDON, T. G. The evolution of homogeneity and grain refinement during equal channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP. [Book]. *Materials Science and Engineering A*., 2005. - Vols. v. 398, n. 1–2, p. 66–76.

YAO, Z. Y.; ZHANG, Z.Q.; GODFREY, A.; LIU, W.; LIU, Q. Microstructure and texture evolution of particle-containing AA3104 alloy cold rolled to large strains. *Materials, Minerals and Mining*, v 26, p. 539 – 545, 2010.

YAMASHITA, A.; YAMAGUCHI, D.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, v. 287, n. 1, p. 100-106, 2000.

ZHU, R.; WU, Y. J.; JI, W. Q.; WANG, J. T. Cyclic softening of ultrafine-grained AZ31 magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing. *Materials Letters*, v. 65, n. 23, p. 3593-3596, 2011.

LIVROS

CALLISTER, W. D. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 5ed. Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos, c2002. 585p.

CAMPOS FILHO, M. P. e GRAEME J. D. Solidificação e fundição de metais e suas ligas. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1978.

CAMPBELL, J. Castings - The New Metallurgy of Cast Metals. 2.ed., United Kingdom: Butterworth-Heinemann, 2003

DIETER, G. E. **Metalurgia mecânica**. 2. ed. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Dois, 1981. 693 p.

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

GARCIA, A.; Solidificação: Fundamentos e Aplicações, Editora da Unicamp, Campinas, SP, Brasil, 2a. edição, 2007.

GARCIA, A.; SPIM, J.A; SANTOS, C.A. Ensaio dos Materiais, Editora LTC, Rio de Janeiro, Brasil, 2000.

INCROPERA, F. P. Fundamentals of heat and mass transfer [Book]. - Rio de Janeiro: LTC; 5ª edição., 2003.

KURZ, W.; FISCHER, J. D. Fundamentals of Solidification, Switzerland: Trans Tech. pp.85-90. Public., 1981/1984/1986/1989/1992.

Metals Handbook - Metallography and Microstructures, ASM International, V.9, Metals Park, OH, 1998.

VANDER VOORT, G. F. Metallography: Principles and Practice [Book]. - [s.l.]: McGraw-Hill, 1984.

TESES

BAPTISTA, L. A. S. Análise Experimental da Formação de Estruturas Dendríticas e Microsegregação em Ligas de Alumínio Multicomponentes para Diferentes Taxas de Resfriamento Durante a Solidificação Unidirecional. UFF, Centro Tecnológico Escola De Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda, Pós-Graduação Em Engenharia Metalúrgica. Tese, 2018.

BERTELLI, F. Modelagem numérica e análise experimental de parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação radial de ligas binárias. Universidade Estadual de Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica. Tese de doutorado 2012.

BOEIRA, A.P. Macrossegregação e Formação de Poros na Solidificação de ligas Al-Cu: Modelagem Numérica e Desenvolvimento Experimental, Tese de Doutorado. UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas – São Paulo. 2006.

CANTÉ, M. V. Solidificação Transitória, Microestrutura e Propriedades de Ligas Al-Ni, Tese de Doutorado. UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas – São Paulo. 2009.

CRUZ, K. A. S. Microestrutura de solidificação, resistências mecânicas e ao desgaste de ligas Al-Sn e Al-Si, 2008, Tese (Doutorado), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas - São Paulo.

FERREIRA, A. F. Modelamento do Processo de solidificação e formação de microestrutura pelo método do campo de fase. (Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica). Volta Redonda: EEIMVR, Universidade Federal Fluminense, 2005.

FERREIRA, I. L. Tese de Doutorado - Análises Numérica, Analítica e Experimental da Macrossegregação Inversa na Solidificação. Campinas, SP: Faculdade de Engenharia Mecânica. Universidade Estadual De Campinas, 2004.

GOMES, G. G. Microestrutura dendrítica, macrossegregação e microporosidade na solidificação de ligas ternárias Al-Si-Cu. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Tese 2012.

GOULART, P. R. Caracterização da Microestrutura de Solidificação de Ligas Al-Fe e Correlação com Propriedades Mecânicas, Tese (Doutorado), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - São Paulo. 2010.

MEZA, E. S. Modelagem Analítica e Numérica da Solidificação de Ligas Binárias: Análise de Fatores de Influência. Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas, SP. Vol. 306 p. Tese (Doutorado). 2012.

MOUTINHO, D. J. C. Análise da Evolução Microestrutural e da Formação de Macrossegregação e Microporosidade na Solidificação Unidirecional Transitória de Ligas Ternárias Al-Cu-Si, Tese de Doutorado. UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas – São Paulo. 2012.

PERES, M. D. Análises de Parâmetros Térmicos e Estruturais na Solidificação Direcional com Fluxo de Calor Ascendente das Ligas Al-Si, Tese de Doutorado. UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas – São Paulo. 2005.

ROCHA, O. F. L. Análise Teórico-Experimental da Transição Colunar/Dendrítica e da Evolução da Morfologia Dendrítica na Solidificação Unidirecional em Condições de Fluxo de Calor Transitório, Tese de Doutorado. UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas – São Paulo. 2003.

ROSA, D. M. Estruturas celulares, transição celular/dendrítica e estruturas dendríticas na solidificação unidirecional transitória, 2007, Tese (Doutorado), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas - São Paulo.

SÁ, F.A. Influência das Variáveis de Solidificação Transitória no Surgimento e Evolução dos Espaçamentos Dendríticos Terciários, Tese de Doutorado. UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas – São Paulo. 2004.

SILVA, M. A. P. S. Solidificação Transitória de Ligas dos Sistemas Monotécnicos Al-Bi, Al-Pb e Al-In, Tese de Doutorado. UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas – São Paulo. 2011.

SIQUEIRA FILHO, C. A. Influência de Parâmetros Térmicos de Solidificação na Transição Colunar/Equiaxial, Tese de Doutorado. UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas – São Paulo. 2002.

SPINELLI, J. E. Influência da convecção no líquido nas variáveis térmicas e estruturais na solidificação descendente de ligas Sn-Pb, 2005, Tese (Doutorado), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP-FEM-DEMA, Campinas - São Paulo.

QUARESMA, J. M. V. Correlação entre condições de solidificação, microestrutura e resistência mecânica, 1999, Tese (Doutorado), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - São Paulo.

LINS, J. F. C. Caracterização Microestrutural de Bandas de Cisalhamento Adiabáticas num Aço If Estabilizado Ao Titânio. 2005. 151 P. (Tese de Doutorado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena, Lorena, SP.

MARTORANO, M. A, Efeitos de algumas variáveis de processo na microsegregação da liga Cu-8%Sn, 1998, Tese (Doutorado), Escola Politécnica, Universidade Estadual de São Paulo, São Paulo – São Paulo.

MENDES, R. S. Cinética de Recristalização da Liga Al AA1070 Prensada em Canais Equiangulares a Frio Via Rotas A e C. UFF, PPGEM - Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda, Tese 2019.

TOMASZEWSKI, I. M. S. Simulação e Modelagem do Processo de Solidificação de Ligas Al-Cu via Modelo do Campo de fase acoplado a Técnica de Transição Colunar – Equiaxial. Volta Redonda - RJ: Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, 2015.