

**Universidade Federal Fluminense**  
**Polo Universitário de Volta Redonda**  
**Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda**  
**Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**LUCAS JARDIM DE MOURA**

Estudo experimental do efeito da adição de Bismuto nas variáveis térmicas de solidificação, microestrutura, microsegregação, e propriedade mecânica na liga binária Al-Cu.



**Volta Redonda**  
**2022**

UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE  
PÓLO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA

LUCAS JARDIM DE MOURA

ESTUDO EXPERIMENTAL DO EFEITO DA ADIÇÃO DE BISMUTO NAS VARIÁVEIS  
TÉRMICAS DE SOLIDIFICAÇÃO, MICROESTRUTURA, MICROSSEGREGAÇÃO, E  
PROPRIEDADE MECÂNICA NA LIGA BINÁRIA DE Al-Cu.

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Metalúrgica da  
Universidade Federal Fluminense,  
como requisito para a obtenção do  
título de Mestre em Engenharia  
Metalúrgica.

Área de Concentração:  
Processamento e Caracterização  
de Materiais.

Orientador: Prof. Dr Alexandre Furtado Ferreira

VOLTA REDONDA

2022

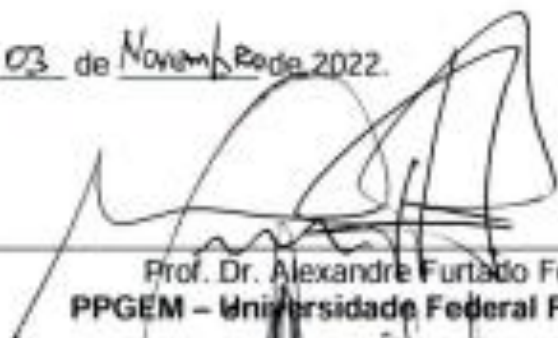
LUCAS JARDIM DE MOURA

**“ESTUDO EXPERIMENTAL DO EFEITO DA ADIÇÃO DE BISMUTO NAS VARIÁVEIS TÉRMICAS DE SOLIDIFICAÇÃO, MICROESTRUTURA, MICROSSEGREGAÇÃO E PROPRIEDADE MECÂNICA NA LIGA BINÁRIA DE Al-Cu”.**

Dissertação apresentada ao curso de Mestrado em Engenharia Metalúrgica da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda da Universidade Federal Fluminense, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica.

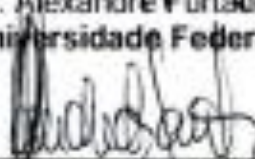
Área de Concentração: **Processamento e Caracterização de Materiais.**

Aprovada em 03 de Novembro de 2022.



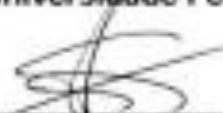
---

Prof. Dr. Alexandre Furtado Ferreira  
PPGEM – Universidade Federal Fluminense



---

Prof. Dr. Claudinei dos Santos  
PPGEM – Universidade Federal Fluminense



---

Prof. Dr. Sandro Rosa Corrêa  
Centro Universitário de Volta Redonda – MEMAT

Volta Redonda

2022

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente, à Deus.

Aos meus pais, Paulo e Zenilda, meu irmão Bruno e minha avó Isabel, que me apoiam incondicionalmente desde meus primeiros passos dentro do caminho da educação.

À minha namorada, Roberta, pela paciência, carinho, apoio e compreensão pelos momentos de ausência.

Aos meus familiares e amigos por compreenderem as ausências necessárias para a execução deste trabalho, bem como todo o suporte dado, mesmo que de longe.

Ao meu orientador, Dr. Alexandre Furtado Ferreira pela confiança e incentivo, e aos colegas e amigos do PPGEM e do Grupo de Pesquisa em Solidificação, fundamentais durante todo o desenvolvimento do presente trabalho.

Muito obrigado!

## RESUMO

O processo de solidificação é uma das técnicas de manufatura de materiais mais utilizadas, e se tratando de materiais metálicos, está presente na fabricação de quase todas as peças e componentes. O alumínio, por sua vez, é um destes materiais metálicos que passa pelo processo de solidificação e que possui uma ampla gama de aplicações devido a sua alta disponibilidade e baixa densidade, além de outras características de grande interesse, como boa resistência a corrosão e alta condutividade elétrica e térmica. O cobre e o bismuto são dois elementos que costumam ser associados ao alumínio. Ligas de Al-Cu são consolidadas comercialmente possuindo características de elevada resistência mecânica associada a baixo peso, sendo bastante aplicadas na indústria automotiva e aeronáutica. Já as ligas Al-Bi possuem características tribológicas interessantes, sendo muito utilizados em rolamentos de motor. A incorporação do cobre à liga alumínio-bismuto, por sua vez, tem se mostrado uma boa alternativa para melhorar a resistência mecânica sem perder as características tribológicas. Neste contexto, o presente trabalho tem como objetivo analisar experimentalmente o efeito da adição de bismuto em uma liga alumínio-cobre no que diz respeito às variáveis térmicas, microestrutura, microsegregação e microdureza Vickers. Os dados do processo de solidificação unidirecional vertical ascendente permitiram que correlações fossem obtidas e dados fossem tratados e analisados tanto no contexto da comparação entre as ligas Al-4%Cu-2%Bi e Al-4%Cu quanto na análise individual da liga ternária. Ao avaliar as variáveis térmicas, observou-se que a adição do bismuto levou a um aumento nos valores de velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico. No que diz respeito à macroestrutura, a liga ternária Al-Cu-Bi apresentou estrutura equiaxial ao longo de todo o comprimento do lingote, diferente da estrutura colunar observada para a liga binária Al-Cu. Entretanto, no contexto da microestrutura, observou-se a predominância de formações dendríticas ao longo de todo o lingote para ambas as ligas. Ao caracterizar as microestruturas com os espaçamentos dendríticos terciários, verificou-se que a adição do bismuto levou a valores menores de EDT encontrados para a liga ternária quando comparados com a liga Al-Cu, indicando um refinamento da microestrutura. Além disso, verificou microsegregação para ambos os solutos cobre e bismuto na liga ternária, além de microsegregação de cobre para a liga binária, indicando que o aumento da velocidade de solidificação

tende a mover os perfis para cima. Ao comparar a microsegregação de cobre entre as ligas em análise, um maior grau de segregação para a liga Al-Cu-Bi foi obtido. Por fim, ao analisar a microdureza para a liga Al-4%Cu-2%Bi, verificou-se um comportamento já esperado no qual a microdureza Vickers aumenta à medida em que se refina a microestrutura. Comparando com a liga binária, a liga ternária apresentou valores de microsegregação menores devido à adição do bismuto, que é um elemento mais macio que os demais.

**Palavras-chave:** solidificação unidirecional, liga ternária, parâmetros térmicos, espaçamentos dendríticos.

## ABSTRACT

The solidification process is one of the most used materials manufacturing techniques, and when it comes to metallic materials, it is present in the manufacture of almost all parts and components. Aluminum, in turn, is one of these metallic materials that undergoes the solidification process and has a wide range of applications due to its high availability and low density, in addition to other characteristics of great interest, such as good corrosion resistance and high electrical and thermal conductivity. Copper and bismuth are two elements that are often associated with aluminum. Al-Cu alloys are commercially consolidated having characteristics of high mechanical strength associated with low weight, being widely applied in the automotive and aeronautical industry. Al-Bi alloys, on the other hand, have interesting tribological characteristics, being widely used in motor bearings. The incorporation of copper to the aluminum-bismuth alloy, in turn, has been shown to be a good alternative to improve the mechanical strength without losing the tribological characteristics. In this context, the present work aims to experimentally analyze the effect of the addition of bismuth in an aluminum-copper alloy with respect to the thermal variables, microstructure, microsegregation and Vickers microduzeza. The data from the upward vertical unidirectional solidification process allowed correlations to be obtained and data to be treated and analyzed both in the context of the comparison between Al-4%Cu-2%Bi and Al-4%Cu alloys and in the individual analysis of the ternary alloy. . When evaluating the thermal variables, it was observed that the addition of bismuth led to an increase in the values of solidification velocity, cooling rate and thermal gradient. Regarding the macrostructure, the ternary Al-Cu-Bi alloy showed an equiaxed structure along the entire length of the ingot, different from the columnar structure observed for the binary Al-Cu alloy. However, in the context of the microstructure, a predominance of dendritic formations was observed along the entire ingot for both alloys. When characterizing the microstructures with tertiary dendritic spacings, it was found that the addition of bismuth led to lower EDT values found for the ternary alloy when compared to the Al-Cu alloy, indicating a refinement of the microstructure. Furthermore, microsegregation was verified for both copper and bismuth solutes in the ternary alloy, in addition to copper microsegregation for the binary alloy, indicating that increasing solidification velocity tends to move the profiles upwards. When comparing copper microsegregation between the alloys under analysis, a higher degree of

segregation for the Al-Cu-Bi alloy was obtained. Finally, when analyzing the microhardness for the Al-4%Cu-2%Bi alloy, there was an already expected behavior in which the Vickers microhardness increases as the microstructure is refined. Compared with the binary alloy, the ternary alloy showed lower microsegregation values due to the addition of bismuth, which is a softer element than the others.

**Keywords:** unidirectional solidification, ternary alloy, thermal parameters, dendritic spacing.



## LISTA DE ABREVISTURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

Símbolo / Abreviatura	Descrição	Unidade
Al	Elemento químico alumínio	-
Bi	Elemento químico bismuto	-
Cu	Elemento químico cobre	-
Pb	Elemento químico chumbo	-
In	Elemento químico índio	-
C <sub>0</sub>	Concentração de soluto na liga	%peso
C <sub>L</sub>	Concentração de soluto no líquido	%peso
C <sub>S</sub>	Concentração de soluto no sólido	%peso
$\Delta T_v$	Superaquecimento	°C
$\Delta T_r$	Super-resfriamento	°C
$\Delta_{sol}$	Intervalo de solidificação	°C
EDT	Espaçamento dendrítico terciário	-
$\lambda_3$	Medida do espaçamento dendrítico terciário	$\mu\text{m}$
HV	Microureza Vickers	-
k	Coeficiente de distribuição no equilíbrio	Adimensional
S/L	Sólido / Líquido	-
SRC	Super-resfriamento constitucional	-
G <sub>L</sub>	Gradiente térmico à frente da isoterma <i>liquidus</i>	°C/mm
V <sub>L</sub>	Velocidade da isoterma <i>liquidus</i>	mm/s
t <sub>SL</sub>	Tempo de solidificação local	s
$\dot{T}$	Taxa de resfriamento	°C/s
T <sub>f</sub>	Temperatura de fusão ou ponto de fusão	°C
T <sub>L</sub>	Temperatura <i>liquidus</i>	°C
T <sub>r</sub>	Temperatura de super-resfriamento	°C
T <sub>S</sub>	Temperatura <i>solidus</i>	°C
T <sub>v</sub>	Temperatura de vazamento	°C

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Sequência de fenômenos durante a solidificação de um metal. Adaptado de (GARCIA, 2007).....	26
Figura 2 - Influência da taxa de resfriamento sobre a microestrutura de solidificação. Adaptado de (GARCIA, 2007).....	27
Figura 3 - Curvas de resfriamento de elemento puro: a) com superaquecimento; b) super-resfriamento nítido. Adaptado de (GARCIA, 2007).....	28
Figura 4 - Curva de resfriamento de uma liga monofásica a partir do estado líquido e em condições de equilíbrio.....	28
Figura 5 - Representação esquemática de um diagrama de equilíbrio de um liga binária com $k < 1$ .....	31
Figura 6 - Micrografia de uma liga Al-4%Cu como exemplo da microsegregação interdendrítica (PASSOS, 2018). .....	32
Figura 7 - Segregação normal na solidificação de um lingote colunar. Adaptado de (GARCIA, 2007). .....	33
Figura 8 - Esquema representativo da variação do super-resfriamento no líquido à frente da interface S/L Adaptado de (GARCIA, 2007). .....	34
Figura 9 - Desenvolvimento esquemático de uma interface celular: a) uma protuberância; b) rede de protuberâncias. Adaptado de (GARCIA, 2007).....	35
Figura 10 - Representação esquemática de uma dendrita.....	36
Figura 11 - Representação esquemática da atuação dos fatores de influência na formação das estruturas de solidificação. Adaptado de (GOULART, 2010). .....	37
Figura 12 - Representação esquemática das macroestruturas de solidificação (GOULART, 2005). .....	38
Figura 13 - Representação esquemática equipamentos: (1) Software de aquisição de dados; (2) equipamento de aquisição de dados; (3) Controlador de temperatura; (4) Termopares; (5) Cadinho; (6) Metal líquido; (7) Forno de solidificação direcional; (8) Aquecedores elétricos; (9) Blindagem cerâmica isolante; (10) Molde de aço; (11) Chapa de aço fina; (12) Conduto de refrigeração para água; (13) Motor e bomba de água. (JÚNIOR, 2019). .....	41
Figura 14 - Diagrama de fase do sistema Al-Cu gerado pelo software Thermo-cal, esquematizando a determinação das temperaturas liquidus e solidus. ....	43
Figura 15 - Curva de resfriamento lento para um liga Al-5%Cu (PASSOS, 2018).....	43
Figura 16 - Perfil térmico obtido de um experimento de solidificação direcional ascendente de uma liga Al-1%Fe (GARÇÃO, 2018). .....	44
Figura 17 - Gráfico posição versus tempo para uma liga de Al-5%Cu (PASSOS, 2018).....	45
Figura 18 - Gráfico velocidade versus posição para o alumínio puro e uma liga de Al-1%Fe (GARÇÃO, 2018).....	46
Figura 19 – Gráfico do tempo de solidificação local em função da posição para uma liga Al-4%Cu com 25% de superaquecimento (CHRISÓSTIMO, 2019).....	47
Figura 20 - Esquema representativo para determinação da taxa de resfriamento. Adaptado de (GOULART, 2010). .....	48
Figura 21 - Gráfico da taxa de resfriamento versus posição das ligas Al-5 e 9%Si (GOULART, 2005).....	48
Figura 22 - Gráfico do gradiente térmico versus posição para uma liga Al-5%Cu (PASSOS, 2018). .....	49
Figura 23 - Vista lateral do penetrador e formato da impressão Adaptado de (GARCIA, SPIM, SANTOS, 2012).....	50
Figura 24 - Fluxograma com as principais etapas do procedimento experimental. ....	51

Figura 25 - Balança digital usada nas preparação da liga.....	53
Figura 26 - Cadinho de carbetto de silício usado para fundir a liga. ....	53
Figura 27 - Forno elétrico tipo mufla usado para fundição. ....	54
Figura 28 - Forno de solidificação direcional com resfriamento na base. ....	55
Figura 29 - Molde bipartido revestido com solução à base de alumina. ....	56
Figura 30 - Termopar de monitoramento do tipo K, com espessura de 1,6 mm.....	57
Figura 31 - Equipamento de aquisição de dados.....	57
Figura 32 - Lixadeira e politriz metalográfica. ....	58
Figura 33 - Máquinas de corte. a) Serra fita; b) Serra de precisão. ....	58
Figura 34 - Medição da massa do a) alumínio, b) cobre e c) bismuto.....	59
Figura 35 - Preparo do molde bipartido. a) Com os termopares posicionados; b) Posicionado no forno de solidificação direcional. ....	60
Figura 36 - Lingote solidificado ainda com os termopares. ....	61
Figura 37 - Preparo para análise da macroestrutura. a) Corte longitudinal do lingote; b) Lingote cortado sem os termopares.....	62
Figura 38 - Representação esquemática dos cortes longitudinais e amostras transversais para as análises macro e microestruturais. Adaptado de (CHRISÓSTIMO, 2019).....	64
Figura 39 - Microscópio utilizado para a obtenção das micrografias. ....	65
Figura 40 - Representação esquemática para medição dos EDT.....	66
Figura 41 – MEV com software EDAX para análise química através de EDS em um dos laboratórios da EEIMVR.....	67
Figura 42 – Exemplo da medição de concentração ao longo de uma linha traçada para a amostra transversal na posição de 45 mm da liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	68
Figura 43 – Representação esquemática dos pontos de medição de concentração dos elementos para análise da microsegregação. Adaptado de (GARCIA, 2007). ....	69
Figura 44 - Microdurômetro utilizado na medição da microdureza Vickers. ....	70
Figura 45 – Esquema do cadinho com termopar posicionado para solidificação com resfriamento lento.....	71
Figura 46 – Diagrama de fase parcial calculado pelo software Thermo-Calc para a liga binária Al-4%Cu.....	72
Figura 47 – Diagrama de fase parcial calculado pelo software Thermo-Calc para a liga ternária Al-4%Cu-2%Bi.....	73
Figura 48 - Curva de resfriamento lento da liga Al-4%Cu-2%Bi.....	74
Figura 49 – (a) Perfil térmico da liga Al-4%Cu e (b) ampliação da região inicial da solidificação.....	76
Figura 50 – (a) Perfil térmico da liga Al-4%Cu-2%Bi e (b) ampliação da região inicial da solidificação.....	76
Figura 51 – Gráfico da posição versus tempo para liga (a) Al-4%Cu e (b) Al-4%Cu-2%Bi...	77
Figura 52 – Comparação da posição versus tempo entre as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi. ....	78
Figura 53 – Gráfico da velocidade da isoterma liquidus versus o tempo das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi. ....	79
Figura 54 – Comparação da velocidade da isoterma liquidus versus tempo entre as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.....	80
Figura 55 – Gráfico da velocidade da isoterma liquidus versus a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi. ....	81
Figura 56 – Comparação da velocidade da isoterma liquidus versus a posição das ligas. ...	82
Figura 57 – Gráfico do tempo de solidificação local versus a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.....	82

Figura 58 - Comparação do tempo de solidificação local versus a posição das ligas. ....	83
Figura 59 - Gráficos da taxa de resfriamento versus a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi .....	84
Figura 60 – Comparação da taxa de resfriamento versus a posição das ligas.....	85
Figura 61 – Gráficos do gradiente térmico versus a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.....	86
Figura 62 - Comparação do gradiente térmico versus a posição das ligas. ....	86
Figura 63 – Macroestrutura para a) liga binária Al-4%Cu e b) ternária Al-4%Cu-2%Bi. ....	87
Figura 64 – Microestruturas na posição de 5 mm para uma escala de 50 $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	89
Figura 65 – Microestruturas na posição de 10 mm para uma escala de 50 $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	90
Figura 66 – Microestruturas na posição de 15 mm para uma escala de 50 $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	91
Figura 67 – Microestruturas na posição de 20 mm para uma escala de 50 $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	92
Figura 68 – Microestruturas na posição de 35 mm para uma escala de 50 $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	93
Figura 69 – Microestruturas na posição de 45 mm para uma escala de 50 $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	94
Figura 70 – Microestruturas na posição de 60 mm para uma escala de 50 $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	95
Figura 71 – Microestruturas na posição de 85 mm para uma escala de 50 $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	96
Figura 72 – Relação entre espaçamento dendrítico terciário e a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi. ....	98
Figura 73 – Comparação das funções de ajuste da relação entre o espaçamento dendrítico terciário e a posição das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.....	99
Figura 74 – Relação entre espaçamento dendrítico terciário e a velocidade de solidificação das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.....	99
Figura 75 – Comparação das funções de ajuste da relação entre o espaçamento dendrítico terciário e a velocidade de solidificação das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.....	100
Figura 76 – Relação entre espaçamento dendrítico terciário e a taxa de resfriamento das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi. ....	101
Figura 77 - Comparação das funções de ajuste da relação entre o espaçamento dendrítico terciário e a taxa de resfriamento das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.....	101
Figura 78 – Relação entre espaçamento dendrítico terciário e o gradiente térmico das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi. ....	102
Figura 79 – Comparação das funções de ajuste da relação entre o espaçamento dendrítico terciário e o gradiente térmico das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi .....	103
Figura 80 – Pontos analisados por EDS da posição 5 mm para liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	104
Figura 81 – Pontos analisados por EDS da posição 35 mm para liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	104
Figura 82 – Pontos analisados por EDS da posição 85 mm para liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	105
Figura 83 – Perfil de concentração de cobre em função da fração sólida para as posições de 10, 35, 45 e 60 mm da liga Al-Cu. ....	106
Figura 84 - Perfil de concentração de cobre em função da fração sólida para as posições de 5, 10, 20 e 60 mm da liga Al-Cu-Bi.....	107
Figura 85 – Perfil de concentração de bismuto em função da fração sólida para as posições de 10, 15, 45 e 60 mm para a liga Al-Cu-Bi.....	107

Figura 86 – Comparação entre as ligas binária e ternária da microsegregação do cobre para a posição de 10 mm.....	108
Figura 87 – Comparação entre as ligas binária e ternária da microsegregação do cobre para a posição de 60 mm.....	108
Figura 88 – Perfil da microdureza Vickers em função da posição para a liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	110
Figura 89 – Comparação da microdureza Vickers em função da posição entre a liga Al-4%Cu-2%Bi e a liga Al-4%Cu, de Sousa (2019).....	111
Figura 90 – Relação entre a microdureza e o espaçamento dendrítico terciário para liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	112
Figura 91 – Relação entre a microdureza e a velocidade de solidificação para liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	113
Figura 92 – Relação entre a microdureza e a taxa de resfriamento para a liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	113
Figura 93 – Relação entre microdureza e gradiente térmico para a liga Al-4%Cu-2%Bi. ....	114

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Temperatura de fusão dos elementos que compõe as ligas em estudo (GARCIA, 2007 e ASKELAND; WRIGHT, 2016). .....	52
Tabela 2 - Procedimentos metalográficos para análise da macroestrutura (COUTINHO, 1980, GOULART, 2005, CHRISÓSTIMO, 2019). .....	63
Tabela 3 - Procedimentos metalográficos para análise da microestrutura (COUTINHO, 1980, GOULART, 2005, CHRISÓSTIMO, 2019). .....	65
Tabela 4 – Temperaturas Liquidus e Solidus, experimentais e do diagrama de fase, para as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.....	75
Tabela 5 - Equações da posição em função do tempo de passagem da isoterma liquidus. .	77
Tabela 6 - Equações da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus em função do tempo.....	78
Tabela 7 - Equações da velocidade de deslocamento da isoterma liquidus em função da posição.....	80
Tabela 8 - Equações do tempo de solidificação local em função da posição. ....	83
Tabela 9 – Tempo de passagem da $T_L$ e $T_S$ , e o $t_{SL}$ , para ambas as ligas em todas as posições analisadas.....	84
Tabela 10 - Equações da taxa de resfriamento em função da posição.....	85
Tabela 11 - Equações do gradiente térmico em função da posição. ....	86
Tabela 12 – Equações do espaçamento dendrítico terciário em função da posição. ....	98
Tabela 13 – Equações do espaçamento dendrítico terciário em função da velocidade de solidificação.....	100
Tabela 14 – Equações do espaçamento dendrítico terciário em função da taxa de resfriamento. ....	101
Tabela 15 – Equações do espaçamento dendrítico terciário em função do gradiente térmico. ....	102

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	17
1.1 Motivação.....	24
1.2 Objetivos .....	24
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	26
2.1 Aspectos Teóricos da Solidificação .....	26
2.2 Redistribuição de Solutos .....	30
2.3 Segregação .....	31
2.4 Microestrutura .....	33
2.5 Macroestrutura .....	37
2.6 Solidificação Direcional Ascendente .....	39
2.7 Variáveis Térmicas .....	42
2.8 Microdureza Vickers .....	50
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	51
3.1 Caracterização das Ligas .....	52
3.2 Equipamentos para Obtenção do Lingote .....	52
3.3 Preparação da Liga .....	59
3.4 Solidificação Direcional .....	60
3.5 Preparação e Análise da Macroestrutura .....	61
3.6 Preparação e Análise da Microestrutura .....	63
3.7 Medição dos Espaçamentos Dendríticos.....	66
3.8 Medição da Microsegregação .....	67
3.9 Medição da Microdureza .....	69
3.10 Procedimento de Solidificação com Resfriamento Lento .....	70
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	72
4.1 Curva de Resfriamento Lento .....	73
4.2 Perfil Térmico .....	75
4.3 Variáveis Térmicas.....	77
4.4 Caracterização da Macroestrutura.....	87
4.5. Caracterização da Microestrutura.....	88
4.6. Correlação entre Características Microestruturais e Variáveis Térmicas.....	97
4.7. Análise de Espectroscopia por Energia Dispersiva.....	103
4.8. Análise da Microsegregação .....	106
4.9. Análise da Microdureza .....	110
<b>5. CONCLUSÕES</b> .....	115

<b>6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>118</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>119</b>
<b>8. PRODUÇÃO CIENTÍFICA.....</b>	<b>125</b>



## 1. INTRODUÇÃO

O alumínio é um elemento metálico, o terceiro mais abundante na Terra, obtido a partir da mineração de bauxita, seguindo posteriormente para as etapas de refinaria e redução. Para que a produção do alumínio seja viável economicamente, é necessário que a bauxita tenha no mínimo 30% de óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), também conhecido como alumina. No Brasil, as reservas de bauxita são consideradas de alta qualidade, além de estarem entre as maiores do mundo. A alta disponibilidade faz do alumínio um material de baixo custo e, somado a sua baixa densidade de  $2,7 \text{ g/cm}^3$ , cerca de um terço da densidade do aço, além de outras características como altas condutividades elétrica e térmica e boa resistência a corrosão, transforma-o em um material muito interessante, o que se reflete na ampla gama de aplicações. Tais aplicações vão desde a produção de latas de bebidas e embalagens, passando pelas áreas de construção e elétrica, indo até a indústria de transporte, onde sua aplicação tem contribuído no desenvolvimento de materiais que unem baixo peso e boa resistência mecânica, ajudando na construção de veículos mais leves que geram, conseqüentemente, uma redução no consumo de combustível (ABAL, 2020; ASKELAND; WRIGHT, 2016).

As ligas de alumínio são um tipo de composto intermetálico, uma vez que podem ser formados por dois ou mais compostos metálicos, o que produz uma nova fase com sua própria composição, estrutura cristalina e propriedades (ASKELAND; WRIGHT, 2016). Os principais elementos de liga do alumínio são o cobre, magnésio, silício, manganês e zinco, no entanto, encontra-se diversas aplicações e estudos de ligas de alumínio com outros elementos ligados, como o caso do Fe, usado em condutores elétricos, chapas de estampagem profunda e folhas de proteção de alimentos (ZEIGLER e ROBERTS<sup>1</sup>, 1974 apud GARÇÃO, 2018) e o caso do Bi, que tem demonstrado características tribológicas que tornam a liga um material promissor para aplicação em componentes automotivos (LEPPER et al., 1997; PHANIKUMAR et al., 2004)

---

<sup>1</sup> ZEIGLER, P. P.; ROBERTS, S. G. Aluminum Electrical Conductor and Process for Making the Same. United Patent Office 3827917. 1974.

Como citado, o cobre é um importante elemento de liga para os materiais à base de alumínio, sendo a liga binária Al-Cu consolidada comercialmente, possuindo características de elevada resistência associada a baixo peso e tendo sua aplicação bastante difundida nas indústrias aeronáutica e automotiva. Muitos estudos relacionados às ligas do sistema Al-Cu, analisando diferentes características e sob diferentes condições tem sido realizados (MEZA et al., 2013; PASSOS, 2018; FERREIRA et al, 2019).

De maneira geral, ligas monotéticas a base de alumínio, como Al-Bi, Al-Pb e Al-In, possuem uma boa combinação de resistência ao desgaste (fornecido pelo elemento macio Bi, Pb, In) e resistência mecânica (fornecido pela matriz de Al), sendo muito utilizados em rolamentos de motor (MIRKOVIC et al., 2008; COSTA et al., 2015). A inclusão de um terceiro elemento pode aumentar a capacidade de carga, e a adição de Cu às ligas monotéticas tem se mostrado uma boa alternativa quando se pretende melhorar a resistência mecânica sem sacrificar as características tribológicas (REYES et al. 2018).

Um diagrama de equilíbrio é uma ferramenta importante para o estudo das ligas metálicas, e não é diferente para as ligas de alumínio, uma vez que o desenvolvimento da microestrutura de uma liga está diretamente relacionada às características do seu diagrama de fase. É possível identificar as reações as quais uma liga está sujeita em função da temperatura e composição da liga usando seu diagrama de fase. Dentre essas reações, pode-se destacar a eutética, peritética e monotética, que são parte do processo de solidificação (ASKELAND; WRIGHT, 2016). Muitos estudos envolvendo ligas eutéticas (GOULART, 2005; MEZA et al., 2013; SALES et al., 2018; FERREIRA et al., 2019; BAPTISTA et al., 2019) e monotéticas (PHANIKUMAR et al., 2004; MIRKOVIC et al., 2008; SILVA et al., 2009; COSTA et al., 2015; REYES et al., 2018; XAVIER et al., 2020) de alumínio podem ser encontrados na literatura.

Fundamentalmente, a solidificação é um processo de mudança do estado líquido para o estado sólido. No entanto, tal processo é uma das técnicas de manufatura de materiais mais usado, tanto para materiais metálicos quanto para cerâmicos, polímeros termoplásticos e vidros inorgânicos (ASKELAND; WRIGHT, 2016). Para ligas metálicas, controlar os parâmetros térmicos da solidificação, tais como gradiente térmico, velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e tempo de

solidificação local é de fundamental importância, uma vez que elas influenciam diretamente a microestrutura resultante e, conseqüentemente, as propriedades dos materiais (GARCIA, 2007).

Silva et al. (2009) realizou um experimento de solidificação direcional ascendente não estável para uma liga monotética Al-3,2%Bi com foco na dependência do espaçamento da interfase e dos diâmetros das gotículas ricas em Bi no parâmetros térmicos de solidificação. Os resultados indicaram uma prevalência de uma microestrutura com gotículas ricas em Bi embutidas na matriz de Al ao longo de todo o fundido, no qual o espaçamento da interfase diminuiu com o aumento da taxa de crescimento ( $v$ ) assim como o diâmetro das gotículas ricas em Bi.

Meza et al. (2013) realizaram experimentos de solidificação direcional ascendente sob condições de fluxo de calor transiente em ligas hipoeutéticas dos sistemas Al-Cu e Al-Fe, variando o teor de soluto (Al-6%Cu e 10%Cu; Al-5%Fe e Al-1%Fe), com o objetivo de analisar o efeito da taxa de crescimento ( $V_L$ ) nos perfis de microsegregação. Os resultados experimentais permitiram que o espaçamento do braço dendrítico primário (para ligas Al-Cu) e o espaçamento celular (para ligas Al-Fe) fossem correlacionados com as taxas de resfriamento ( $\dot{T}$ ) e crescimento ( $V_L$ ) ao longo do comprimento dos fundidos. Além disso, ao analisar teoricamente o efeito da taxa de crescimento nos perfis de microsegregação utilizando os métodos de Scheil e Clyne-Kurz através da incorporação de  $V_L$  no coeficiente de partição efetivo, discrepâncias foram observadas. Com isso, uma equação experimental baseada em uma curva de melhor ajuste para os perfis experimentais de soluto foi proposta, e uma boa concordância com os dados experimentais foi mostrada.

Baptista et al. (2018) estudaram experimentalmente uma liga ternária Al-9%Si-4%Cu submetida a solidificação direcional ascendente em condição de estado não estável, com o objetivo de analisar a correlação entre os parâmetros térmicos e o espaçamento dendrítico terciário e a microsegregação. Os resultados indicaram, entre outras coisas, que o espaçamento dendrítico terciário diminuiu com o aumento da taxa de resfriamento. Foi examinado também, através da Equação de Scheil com a incorporação da velocidade de solidificação no coeficiente de partição efetivo, o efeito da velocidade de solidificação na microsegregação.

Reyes et al. (2018) realizaram experimento de solidificação direcional transiente em uma liga monotética ternária Al-3,2%Bi-3%Cu com o objetivo de ajudar na compreensão dos efeitos do tamanho, coesão e distribuição das fases macia e dura com relação ao comportamento ao desgaste. Além de analisar a influência das características microestruturais no comportamento ao desgaste, os autores também puderam observar a relação entre os parâmetros térmicos como a taxa de resfriamento e a velocidade de crescimento com as características microestruturais como o espaçamento de Bi e o diâmetro das gotículas de Bi pôde ser observada. Maiores taxas de resfriamento, por exemplo, geraram lamelas de Al<sub>2</sub>Cu mais finas e menores espaçamentos de Bi.

Ferreira et al. (2019) investigou experimentalmente os efeitos da temperatura de vazamento nos parâmetros térmicos (taxa de resfriamento, velocidade de solidificação e tempo de solidificação local), no espaçamento do braço dendrítico e na microsegregação durante a solidificação direcional ascendente de uma liga hipoeutética de Al-4wt%Cu. Os resultados obtidos mostraram que menores temperaturas de vazamento tendem a combinar velocidades de crescimento mais altas e espaçamento de braço dendrítico mais fino, ou seja, uma matriz dendrítica mais refinada, quando comparado com temperaturas de vazamento mais altas. Além disso, ao analisar o caminho da microsegregação pela técnica de espectrometria de raio-x por fluorescência, os resultados sugeriram que os perfis de Cu na fase sólida se movem para cima com o efeito combinado de temperatura de vazamento mais baixa e velocidade de solidificação mais alta.

Xavier et al. (2020) realizaram experimentos de solidificação direcional ascendente com a liga monotética Al-3,2%Bi-3%Cu e utilizou o dispositivo SFINX para que radiografias em tempo real pudessem ser obtidas. Nos experimentos, foram utilizadas taxas de resfriamento com quatro valores diferentes, isto é, 0,01 K/s e 0,025 K/s (lenta), 0,5 K/s (intermediária) e 1,0 K/s (rápida) para analisar sua influência na microestrutura (fase  $\alpha$ -Al e gotículas de Bi), além de observar a transição das morfologias celular e dendrítica. Os resultados mostraram que taxa de resfriamento possui influência no crescimento das gotículas de Bi, na qual as mais lentas (0,01 K/s e 0,025 K/s) produziram gotículas com diâmetros maiores. Com as observações feitas com relação a transição celular dendrítica, os autores propuseram um mapa de solidificação de microestrutura em função do gradiente térmico e da taxa de

crescimento, como uma forma de categorizar a influência das condições de solidificação na morfologia da fase  $\alpha$ -Al para a liga estudada.

A solidificação pode ocorrer em condições de regime estacionário ou transiente de fluxo de calor, sendo o segundo responsável pela maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação (GARCIA, 2007). Experimentalmente, uma das formas de se avaliar a solidificação em regime transiente é utilizando um aparato de solidificação direcional que permite mapear termicamente a solidificação (GOULART, 2005). Diversos estudos utilizando a solidificação direcional com o objetivo de investigar ligas metálicas podem ser encontrados na literatura, sendo as referências deste trabalho um bom exemplo desta abundância.

Durante a solidificação de uma liga metálica um fenômeno conhecido como segregação acontece. Esse fenômeno pode ser entendido como qualquer diferença de concentração produzida em relação a uma distribuição uniforme de elementos químicos e, devido a sua complexidade, pode ser dividido em microsegregação (curto alcance) e macrosegregação (longo alcance) (Garcia, 2007). Diversos trabalhos tem sido desenvolvidos com o intuito de estudar este importante fenômeno, uma vez que a diferença de concentração gerada pela segregação pode causar variações nas propriedades do material solidificado. Os trabalhos de Meza et al. (2013), Faria (2015), Ferreira et al. (2019) e Baptista et al. (2019) são exemplos de estudos envolvendo a segregação citados aqui.

A grande variedade de elementos químicos disponíveis para compor uma liga metálica, somada às diferentes características que cada elemento possui, faz com que diversas combinações sejam estudadas. Uma abordagem bastante utilizada no campo das ligas metálicas trata de comparar uma ou mais características de materiais diferentes, tendo como objetivo analisar a influência da adição de um elemento de liga a um elemento puro ou a uma liga metálica.

Em sua dissertação, Faria (2015) realizou experimentos de solidificação direcional ascendente em regime transitório de extração de calor com as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-4%Ag com o objetivo de analisar o efeito da adição do Ag com relação às variáveis térmicas de solidificação (velocidade de crescimento e taxa de resfriamento), microestrutura e propriedades mecânicas, além de fazer uma análise da macroestrutura e da macrosegregação de soluto ao longo do comprimento do

lingote. Com os resultados obtidos, o autor pôde concluir, por exemplo, que a adição de Ag levou a um aumento nas propriedades mecânicas (microdureza, resistência a tração, limite de escoamento e alongamento específico), que os perfis das variáveis térmicas em função da posição no lingote foram muito próximos e que não houve macrossegregação expressiva para ambas as ligas.

Costa et al. (2015) realizaram experimentos de solidificação direcional ascendente em estado estável em ligas do sistema ternário Al-Bi-Sn, mantendo fixo o teor de Sn e 1% em peso, e variando o teor de Bi em 2% (hipomonotética), 3,2% (monotética) e 7% (hipermonotética). Os resultados mostraram que, para todas as ligas examinadas, as microestruturas são caracterizadas pelas gotículas da mistura eutética formada pelas regiões ricas em Bi e ricas em Sn embutidas na matriz de Al. Os autores observaram ainda que um aumento na taxa de resfriamento e no teor de Bi produz um aumento significativo na disseminação de gotículas sobre toda a matriz de Al, além de destacarem que o teor de Bi não gerou efeito significativo na dureza das ligas investigadas.

Sales et al. (2018) analisaram experimentalmente o efeito dos parâmetros térmicos de solidificação (taxa de resfriamento e velocidade de solidificação) e da adição de Si nas características microestruturais (espaçamento do braço dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) e dureza resultante em uma liga do sistema binário Al-Si. As ligas hipoeutéticas Al-3wt%Si e Al-5wt%Si passaram por solidificação direcional ascendente, sob condições de fluxo de calor transiente, em uma faixa de taxas de resfriamento de 0,3 a 4°C/s. Os resultados obtidos indicaram que um aumento no teor de Si de 3 para 5wt% induz uma diminuição na velocidade de solidificação e na taxa de resfriamento. Por outro lado, o aumento no teor de Si provoca um aumento no espaçamento do braço dendrítico secundário. Com relação a dureza, observou-se que a mesma aumenta à medida que os parâmetros de solidificação aumentam. Além disso, verificou-se também que o aumento no teor de Si provocou um aumento de 18% na dureza Vickers.

Passos (2018) estudou em sua dissertação os efeitos da adição de 5% de Cu (% em massa) ao Al comercialmente puro no que diz respeito a macroestrutura, microestrutura e microdureza, através do processo de solidificação direcional ascendente com fluxo de calor transiente. Os resultados mostraram que tal adição elevou os valores encontrados para as variáveis térmicas (velocidade de solidificação,

taxa de resfriamento e gradiente térmico), induziu o surgimento de uma região macroestrutural equiaxial (não observada no Al puro) e uma região colunar mais refinada. Além disso, a microestrutura produzida para a liga Al-5%Cu apresentou-se mais refinada que para o Al puro e, com relação a microdureza, os valores obtidos forma todos coerentes com àqueles encontrados na literatura.

Baptista et al. (2019) realizaram experimentos de solidificação direcional ascendente sob condições de fluxo de calor transiente em ligas ternárias do sistema Al-Si-Cu, de modo a investigar o efeito do teor de cobre e dos parâmetros térmicos de solidificação nas características microestruturais e microsegregação. As ligas estudadas foram Al-9%Si com 2 e 4% de Cu (% em massa), e os resultados indicaram a prevalência de um arranjo dendrítico bastante complexo ao longo de todo o comprimento do fundido para ambas as ligas. Foi mostrado que ao aumentar o teor de Cu de 2 para 4%, o perfil de velocidade de solidificação ao longo do comprimento da peça diminuiu, além de aumentar em cerca de 50% o espaçamento do braço dendrítico terciário. Os autores observaram ainda que a liga com 2% de Cu combinou perfil de velocidade de solidificação mais alto, espaçamento dendrítico terciário mais fino e perfil de segregação de Cu mais alto quando comparado com a liga com 4% de Cu.

Com o que foi colocado acima, no que diz respeito à importância e aplicabilidade das ligas de alumínio e do processo de solidificação e os fenômenos envolvidos, este trabalho traz como diferencial analisar experimentalmente a influência da adição de bismuto na liga hipoeutética de Al-Cu nas variáveis térmicas, microsegregação, microestrutura e propriedade resultante. Para isso, foi realizado um experimento de solidificação direcional vertical ascendente com extração de calor em regime transiente em uma liga de Al-4%Cu-2%Bi em massa, de modo que a temperatura ao longo do lingote fosse monitorada e registrada para que curvas de resfriamento fossem obtidas e utilizadas na determinação experimental das variáveis térmicas. Os dados referentes à liga Al-4%Cu em massa foram obtidos do trabalho de Chrisóstimo (2019). Tal abordagem proposta, estudando a liga ternária de Al-Cu-Bi não foi encontrada com abundância na literatura até então.

## 1.1 Motivação

O processo de solidificação em materiais metálicos está presente na fabricação da grande maioria das peças e componentes. Sua importância é inegável e, por isso, entender os fenômenos que acontecem durante a transformação do líquido em sólido é fundamental para que produtos com propriedades cada vez melhores sejam obtidos. Muitos estudos foram e são desenvolvidos no sentido de analisar a influência das variáveis térmicas de solidificação na microestrutura e propriedades resultantes através da solidificação direcional vertical em regime transitório, regime este que, por sua vez, inclui a maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação.

O alumínio possui uma ampla gama de aplicações devido a características como baixo peso e boa resistência a corrosão, bem como alta disponibilidade, fazendo com que seja um material com custo relativamente baixo. Ligas de alumínio tem sido cada vez mais usadas na substituição de materiais metálicos tradicionais como o aço. O uso do cobre como elemento de liga nos materiais a base de alumínio faz com que a liga Al-Cu seja bastante consolidada comercialmente, além de possuir características que permitem sua aplicação em indústrias como a aeronáutica e automotiva. Já o uso de um elemento de liga macio, como bismuto, em matriz à base de alumínio fornece à liga uma boa combinação de resistência mecânica e resistência ao desgaste, sendo este tipo de liga utilizado em aplicações que exijam boas características tribológicas, como por exemplo, rolamentos.

No entanto, ainda há uma carência em estudos experimentais relacionando as variáveis térmicas da solidificação à microestrutura e propriedades resultantes de ligas que combinam alumínio, cobre e bismuto. Tal carência, combinada com a importância dos elementos que compõe a liga a ser estudada e a solidificação em regime transitório motivaram este trabalho, que pretende obter conhecimentos que contribuam com o desenvolvimento desta liga no âmbito científico.

## 1.2 Objetivos

O objetivo geral do presente trabalho é analisar os efeitos da adição de 2% em massa de bismuto nas variáveis térmicas de solidificação, microestrutura,



microsegregação e microdureza resultante na liga hipoeutética de alumínio com 4% em massa de cobre.

Os objetivos específicos são:

- Determinar as curvas de resfriamento (perfil térmico) ao longo do comprimento do lingote das ligas binária Al-4%Cu e ternária Al-4%Cu-2%Bi por meio da solidificação direcional vertical ascendente.

- Determinar, a partir dos perfis térmicos, as seguintes variáveis térmicas de solidificação: velocidade de solidificação, taxa de resfriamento, gradiente térmico e tempo de solidificação local.

- Caracterizar e comparar a macroestrutura de ambas as ligas estudadas.

- Caracterizar as microestruturas através da medição dos espaçamentos dos braços dendríticos terciários nas 8 amostras retiradas no sentido transversal de cada lingote.

- Determinar a microdureza nas amostras transversais ao longo do lingote para a liga ternária em estudo, e comparar com a microdureza para a liga binária.

- Correlacionar a microdureza com as características microestruturais e variáveis térmicas para a liga ternária em análise.

- Correlacionar as variáveis térmicas com as características microestruturais de ambas as ligas estudadas.

- Determinar o perfil de microsegregação dos solutos Cu e Bi para a liga ternária Al-Cu-Bi ao longo do comprimento do lingote.

- Comparar o perfil de microsegregação de Cu entre as ligas binária e ternária.

- Avaliar o efeito da adição de Bi na liga Al-Cu com relação às variáveis térmicas, microestrutura, microdureza e microsegregação de cobre.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Aspectos Teóricos da Solidificação

A solidificação é um processo bem conhecido, no qual ocorre a transformação do estado líquido para o estado sólido. Se tratando da solidificação em materiais metálicos, tal processo ocupa um papel de extrema importância, uma vez que está presente na fabricação de quase todas as peças e componentes, com exceção àqueles produzidos por técnicas de metalurgia do pó.

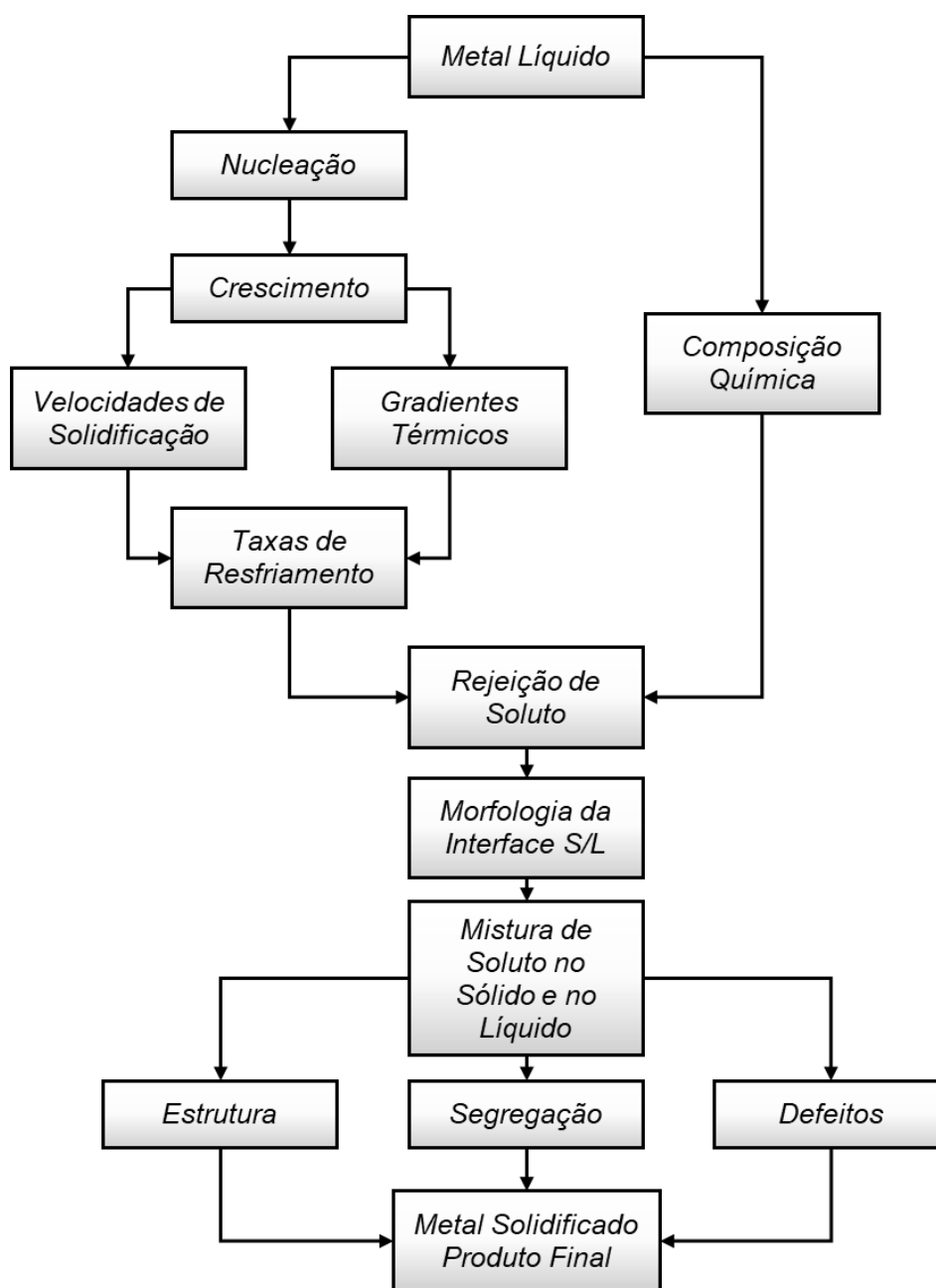


Figura 1 - Sequência de fenômenos durante a solidificação de um metal. Adaptado de (GARCIA, 2007).

Garcia (2007) apresentou em sua obra uma espécie de fluxograma que mostra, de maneira simplificada, todos os fenômenos pelo qual um material metálico passa durante a solidificação, indo desde o metal líquido até o produto final (que pode estar acabado ou não). Pela Figura 1, é possível perceber que a solidificação envolve fenômenos variados, e cada um destes têm sua influência sobre o produto acabado. A taxa de resfriamento, por exemplo, como pode ser visto na Figura 2, é um fator que tem influência direta sob a microestrutura, e por sua vez, nas propriedades finais do material solidificado.

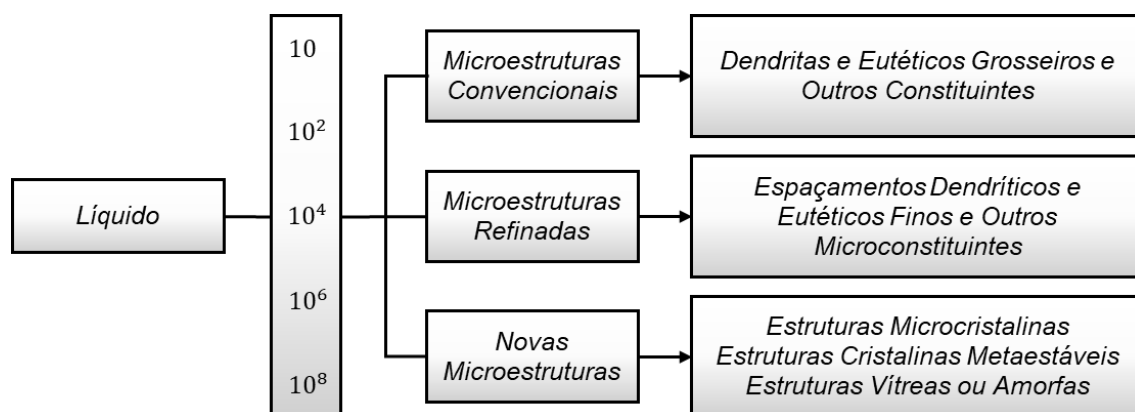


Figura 2 - Influência da taxa de resfriamento sobre a microestrutura de solidificação. Adaptado de (GARCIA, 2007).

Inerente à solidificação está o conceito de ponto de fusão, definido como a temperatura na qual, em um elemento puro ou um composto, os estados sólido e líquido podem coexistir. Abaixo desta temperatura, estabiliza-se o estado sólido e acima o estado líquido. Além da temperatura de fusão, outros dois conceitos importantes são o superaquecimento e super-resfriamento. O superaquecimento ( $\Delta T_v$ ) é definido como a diferença entre a temperatura de vazamento ( $T_v$ ) e a temperatura de fusão ( $T_f$ ), sendo importante no contexto prático da solidificação uma vez que para o líquido completar totalmente a forma que se pretende dar ao sólido, é necessário vazar o líquido a uma temperatura maior do que o ponto de fusão. Já o super-resfriamento ( $\Delta T_r$ ) é a diferença entre a temperatura de fusão e a temperatura de super-resfriamento ( $T_r$ ), que por sua vez, é a temperatura abaixo do ponto de fusão onde, em algumas situações na prática, ocorre o surgimento do sólido (GARCIA, 2007). A Figura 3 apresenta graficamente os conceitos de superaquecimento e super-resfriamento.

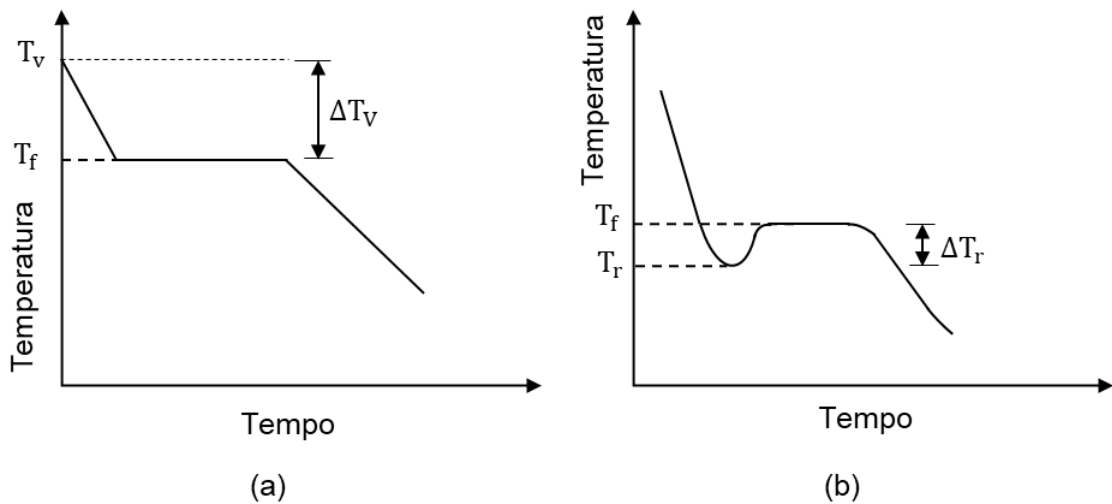


Figura 3 - Curvas de resfriamento de elemento puro: a) com superaquecimento; b) super-resfriamento nítido. Adaptado de (GARCIA, 2007).

Uma vez que na grande maioria das situações práticas de solidificação trabalha-se com ligas metálicas ao invés de elementos puros, vale destacar o equivalente do ponto de fusão para uma liga. Diferente dos elementos puros, onde o calor latente é liberado a uma única temperatura, nas ligas a liberação ocorre em um intervalo de temperaturas, chamadas de temperaturas *liquidus* ( $T_L$ ) e *solidus* ( $T_S$ ). A diferença entre essas duas temperaturas é chamado de intervalo de solidificação ( $\Delta_{Sol}$ ), e está definido na equação 1. A Figura 4 traz uma representação gráfica do intervalo de solidificação.

$$\Delta_{Sol} = T_L - T_S \quad (1)$$

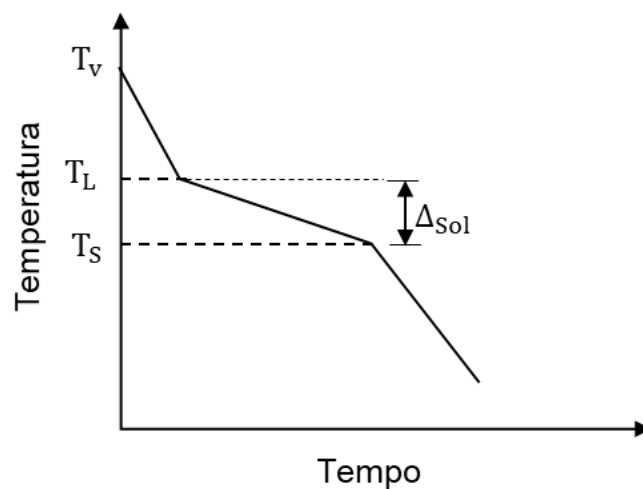


Figura 4 - Curva de resfriamento de uma liga monofásica a partir do estado líquido e em condições de equilíbrio.

A nucleação e o crescimento são dois fenômenos intrínsecos ao processo de solidificação e compõe um ramo de estudo dedicado, tamanho a complexidade e importância. O fenômeno da nucleação, de maneira geral, está associado com transformações de fase e se refere ao estágio inicial da formação de uma fase em outra fase. No âmbito da solidificação, a nucleação diz respeito à formação dos primeiros nanocristais (núcleos) a partir do material fundido (ASKELAND; WRIGHT, 2016).

A formação de embriões é quando a nucleação começa. O embrião nada mais é do que uma pequena partícula sólida que se forma a partir do líquido à medida que os átomos se agrupam e se arranjam com uma ordenação cristalina. Ao formar um embrião, forma-se também uma superfície que o separa do líquido desordenado. Tal embrião é instável e pode crescer como núcleo estável ou dissolver-se, dependendo da energia livre total que está associada com a superfície criada. A formação dos núcleos, por sua vez, pode ocorrer por nucleação homogênea ou heterogênea. A nucleação homogênea ocorre quando o sólido é formado dentro do próprio líquido sem o auxílio de nenhum tipo de estimulante, porém, necessita de um certo grau de super-resfriamento. Já a nucleação heterogênea ocorre quando há o auxílio de um agente catalizador, no entanto, pouco ou nenhum super-resfriamento é necessário. Tais agentes podem ser partículas sólidas em suspensão no líquido, paredes de molde, uma película de óxido na superfície do líquido ou elementos ou compostos inseridos propositalmente. De fato, a nucleação homogênea nunca ocorre no líquido, exceto em experimentos de laboratórios controlados (GARCIA, 2007; ASKELAND; WRIGHT, 2016).

Garcia (2007) em sua obra apresentou uma perspectiva atômica para o crescimento dos núcleos, destacando dois tipos de interface sólido/líquido (rugosa ou difusa e lisa ou facetada), onde a formação de um ou outro tipo de interface está diretamente relacionada à variação da energia livre de superfície. Já Askeland e Wright (2016) apresentaram o crescimento no contexto da fundição de um metal em molde, assumindo este metal quase puro, destacando os mecanismos de crescimento planar e dendrítico e relacionando-os com a maneira como o calor latente de fusão é removido da interface sólido/líquido.

## 2.2 Redistribuição de Solutos

O coeficiente de distribuição (ou redistribuição do soluto) é usado para caracterizar a incorporação de um soluto a um solvente que leva a formação de uma solução binária. Quando a solidificação de ligas ocorre em estado de equilíbrio, onde a velocidade de deslocamento da interface sólido/líquido é controlada pela taxa de transporte de calor latente para fora da interface, pode-se definir o coeficiente de distribuição no equilíbrio ( $k$ ) como na equação 2:

$$k = \frac{C_S}{C_L} \quad (2)$$

onde  $C_L$  é a concentração de soluto no líquido e  $C_S$  a concentração de soluto no sólido. Neste caso de solidificação em condições de equilíbrio, o diagrama de fases pode ser usado para determinar a composição das fases sólido e líquida, uma vez que estas duas fases podem ser consideradas em equilíbrio local na interface sólido/líquido. Para que a solidificação ocorra em condições de equilíbrio, as taxas de resfriamento precisam ser suficientemente lentas para permitir a rejeição uniforme do soluto no volume líquido por difusão e movimentação do fluido, e também permitir que o movimento de soluto no sólido formado seja capaz de manter sua composição uniforme e em equilíbrio com a composição do líquido (GARCIA, 2007).

Considerando de maneira simplificada que o coeficiente de distribuição é constante e analisando o resfriamento de um volume líquido, pode-se dizer que com  $k < 1$ , a solubilidade do soluto no sólido é menor do que no líquido, e o soluto é rejeitado. Quando  $k > 1$ , a solubilidade do soluto no líquido é maior do que no sólido e o solvente é rejeitado. A Figura 5 mostra uma representação esquemática do diagrama de fase de uma liga binária, para o caso de  $k < 1$ . Tais rejeições levam ao acúmulo de soluto ou solvente na interface sólido/líquido, sendo a mobilidade destes constituintes a determinante para a forma final do perfil de concentração de soluto no sólido formado.

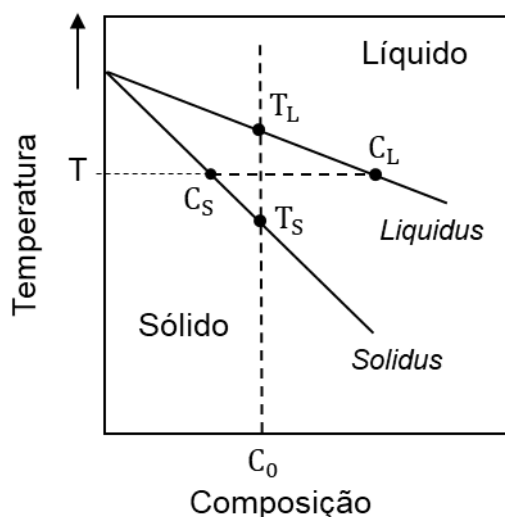


Figura 5 - Representação esquemática de um diagrama de equilíbrio de um liga binária com  $k < 1$ .

Porém, quando a velocidade de deslocamento da interface é muito elevada, ocorre um afastamento das condições locais de equilíbrio, provocando uma modificação do valor de  $k$  em função dessa velocidade da interface, atingindo a unidade quando a solidificação ocorre sem redistribuição do soluto. Garcia (2007) apresentou em sua obra diversos modelos desenvolvidos com o objetivo de quantificar o perfil de concentração do soluto em um sólido formado em condições fora do equilíbrio.

### 2.3 Segregação

A rejeição do soluto na interface sólido/líquida causada pela diferença de solubilidade do soluto entre a fase líquida e a fase sólida, seguida pela sua redistribuição no decorrer do processo de solidificação de uma liga ou componente impuro, faz surgir o fenômeno conhecido como segregação. A segregação pode ser entendida como qualquer diferença de concentração produzida em relação a uma distribuição uniforme de elementos químicos (PARADELA, 2016). Além disso, levando em consideração o fato de a maioria das ligas de interesse prático possuírem uma interface de crescimento dendrítico, o que torna a análise da segregação bastante complexa, tal fenômeno pode ser dividido em microsegregação e macrosegregação.

Ao analisar uma morfologia dendrítica, observa-se a rejeição lateral e longitudinal de soluto a partir do sólido formado. A macrosegregação será provocada

pelo transporte de soluto longitudinal que ocorre paralelo às ramificações ou eixos dendríticos primários, enquanto o transporte lateral em direção perpendicular a esses eixos causa a microsegregação. A microsegregação refere-se à diferenças de concentração de curto alcance em função da rejeição de soluto entre ramificações celulares ou dendríticas ou, no máximo, entre contornos de grãos (GARCIA, 2007).

De maneira simplificada, a microsegregação intercelular trata da concentração de soluto no caso de uma microestrutura celular, na qual a redistribuição de soluto ocorre entre as células em função dos efeitos cumulativos de difusão no líquido em várias direções. A microsegregação interdendrítica diz respeito à concentração de soluto para o caso de uma microestrutura dendrítica, onde a redistribuição de soluto ocorre por todo o emaranhado da rede dendrítica, sendo, portanto, mais complexa do que a intercelular. Por ser o tipo de microestrutura recorrente na maioria das ligas de interesse prático, acaba sendo o tipo de microsegregação mais estudado (MEZA et al., 2013; BAPTISTA et al., 2018; FERREIRA et al., 2019; BAPTISTA et al., 2019). E por fim, a microsegregação intercelular refere-se à concentração de soluto nos contornos de grão da solidificação.

A Figura 6 mostra a micrografia observada na seção transversal de uma liga Al-4%Cu com microestrutura dendrítica, na qual as regiões escuras representam a região solidificada contendo o soluto segregado durante a solidificação, caracterizando uma microsegregação interdendrítica.

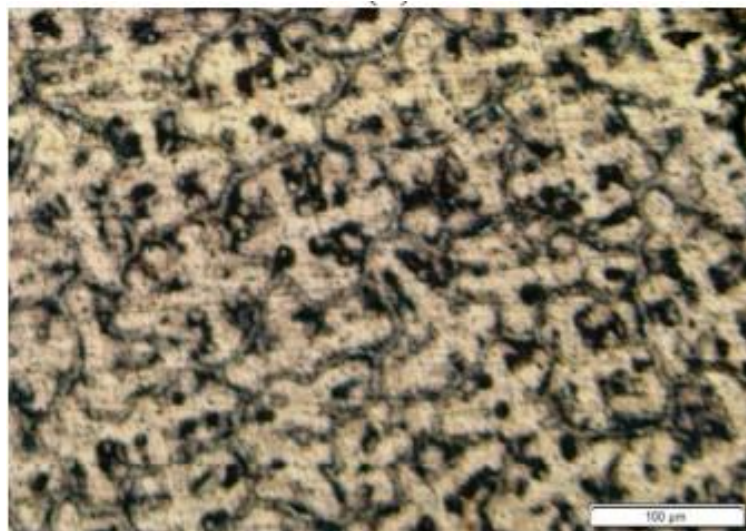


Figura 6 - Micrografia de uma liga Al-4%Cu como exemplo da microsegregação interdendrítica (PASSOS, 2018).



Já a macrossegregação é a segregação de longo alcance, causada pelo movimento de líquido ou sólido, que provoca diferenças de composição química verificadas entre a superfície e o centro de peças fundidas ou lingotes. No contexto da macrossegregação, Garcia (2007) apresentou em sua obra tipos de segregação, que são a segregação normal, segregação por gravidade, segregação inversa, formação de estrias e formação de canais. A Figura 7 exemplifica um perfil de macrossegregação para segregação do tipo normal.

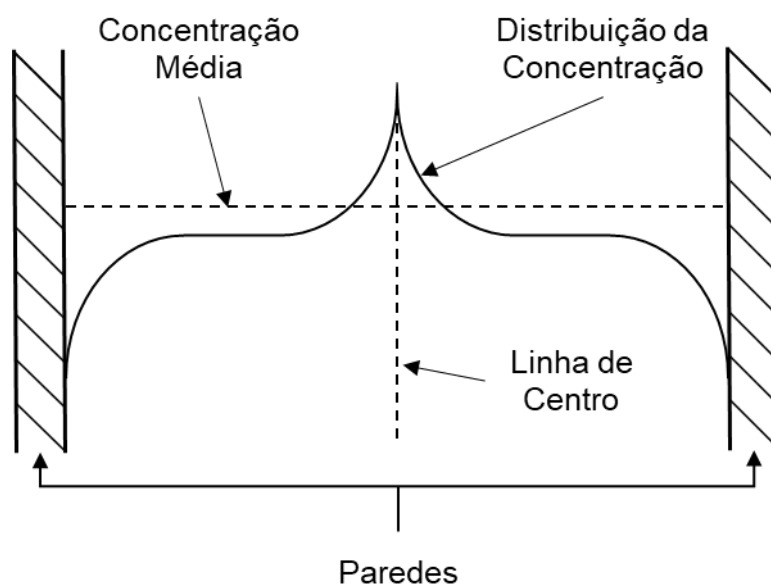


Figura 7 - Segregação normal na solidificação de um lingote colunar. Adaptado de (GARCIA, 2007).

## 2.4 Microestrutura

A microestrutura é a estrutura dos materiais em um comprimento de escala de 100.000 nanômetros ou 0,1 a 100 micrômetros (ASKELAND; WRIGHT, 2016). Sabe-se bem que as propriedades mecânicas de um material dependem da sua microestrutura, que por sua vez, no caso de uma liga metálica, dependem de variáveis como os elementos de liga presentes e suas concentrações, e o tratamento térmico ao qual essa liga é sujeita. Tal microestrutura é caracterizada pelo número de fases presentes, suas proporções e a forma na qual elas estão distribuídas e arranjadas (CALLISTER, JR.; RETHWISCH, 2014).

No contexto do processo de solidificação, ao analisar uma liga monofásica, pode-se dizer que dois tipos de microestrutura podem ser formar, sendo elas a estrutura celular e a estrutura dendrítica. A formação de cada uma delas deve-se a

uma análise da estabilidade da interface sólido/líquido, que por sua vez está relacionada a fenômenos como a difusão e a remoção de calor latente, e a concentração de soluto. Para metais puros, um gradiente térmico positivo no líquido junto à interface propicia que a mesma permaneça plana, porém, no caso de ligas, a forma da interface depende da magnitude de sua velocidade de deslocamento e dos gradientes térmicos no líquido e no sólido junto a ela (GOULART, 2005).

Tais estruturas celular e dendrítica surgem da instabilização da interface sólido/líquido. Quando o líquido à frente da interface S/L está a temperatura reais abaixo do perfil de temperaturas, diz-se que este líquido está super-resfriado pelo efeito constitucional. A Figura 8 mostra esquematicamente o comportamento do super-resfriamento no líquido à frente da interface S/L, no qual o mesmo diminui pela liberação de calor latente. Garcia (2007) apresentou ainda um critério baseado no fenômeno do super-resfriamento constitucional (SRC) em sua obra, critério este que leva em consideração variáveis como o gradiente térmico no líquido junto à interface, a velocidade de deslocamento da interface S/L, a difusividade do soluto no líquido, o teor de soluto na liga e o coeficiente de distribuição do soluto.

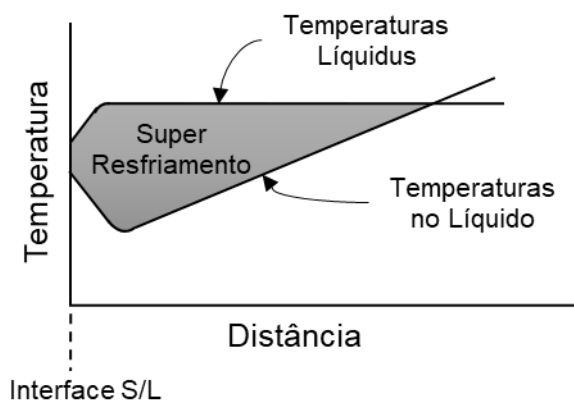


Figura 8 - Esquema representativo da variação do super-resfriamento no líquido à frente da interface S/L Adaptado de (GARCIA, 2007).

#### 2.4.1 Estrutura Celular

Com a condição de instabilidade da interface sólido/líquido, ocorre a formação de uma protuberância que, ao crescer, rejeita o soluto tanto lateral quanto longitudinalmente à frente dessa interface. Tal rejeição provoca a concentração de soluto nessas regiões laterais, concentração essa que é maior do que em qualquer outro ponto do líquido, e assim, a protuberância adquire uma forma estável. A interface

ou estrutura celular será uma rede de protuberâncias, formada à medida que estendemos a ideia da formação de uma protuberância ao longo de toda a interface (GOULART, 2010). A Figura 9 esquematiza o desenvolvimento de uma interface celular.

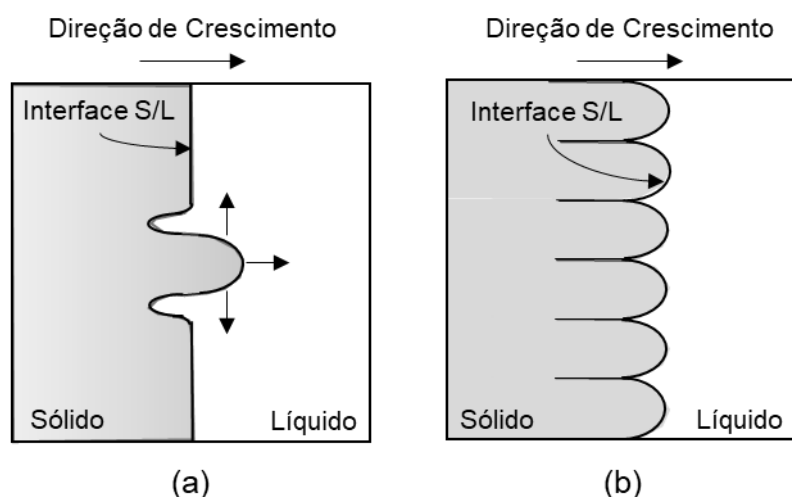


Figura 9 - Desenvolvimento esquemático de uma interface celular: a) uma protuberância; b) rede de protuberâncias. Adaptado de (GARCIA, 2007).

Em sua obra, Garcia (2007) apresentou ainda dois aspectos que podem caracterizar melhor uma estrutura celular:

i) A superfície da célula é convexa em direção ao líquido.

ii) Para  $k < 1$ , a concentração de soluto é maior nas paredes das células do que em seus centros e, para  $k > 1$ , o solvente é segregado nos contornos celulares, quanto a concentração de soluto é maior no centro das células.

#### 2.4.2 Estrutura Dendrítica

A formação da estrutura dendrítica começa quando uma célula regular de forma circular sofre a influência da diminuição do gradiente de temperatura no líquido e do aumento da velocidade de crescimento, ocasionando uma extensão na região super-resfriada. Devido a isso, a direção cristalográfica, que na célula regular não tinha nenhuma influência, passar a exercer um efeito mandatório, desviando a direção do crescimento da célula. De maneira simultânea, também por conta de efeitos de natureza cristalográfica, a seção transversal de formato circular original começa a apresentar uma configuração do tipo cruz de malta. Com a continuidade do aumento

da velocidade de crescimento, inicia-se o surgimento de perturbações laterais denominadas ramificações ou braços secundários, definindo claramente a estrutura dendrítica (GOULART, 2005). A Figura 10 mostra uma representação esquemática de uma protuberância que cresce como uma dendrítica.

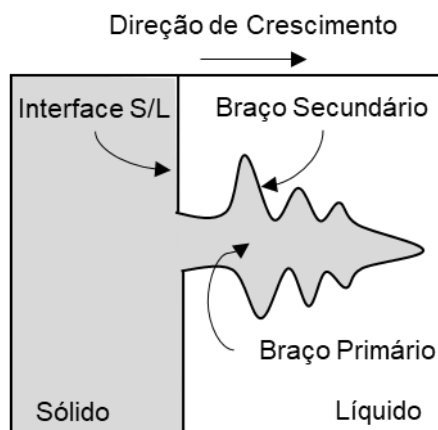


Figura 10 - Representação esquemática de uma dendrita.

A estabilidade da interface plana, ou a passagem para a condição de celular, celular-dendrítica e dendrítica depende das variáveis que compõe o critério do super-resfriamento constitucional. A Figura 11 mostra uma representação esquemática da influência das variáveis citadas na formação das estruturas de solidificação, onde SRC representa o grau de super-resfriamento,  $C_0$  a concentração de soluto na liga,  $V$  a velocidade na interface e  $G$  o gradiente térmico à frente da interface (PARADELA, 2016).

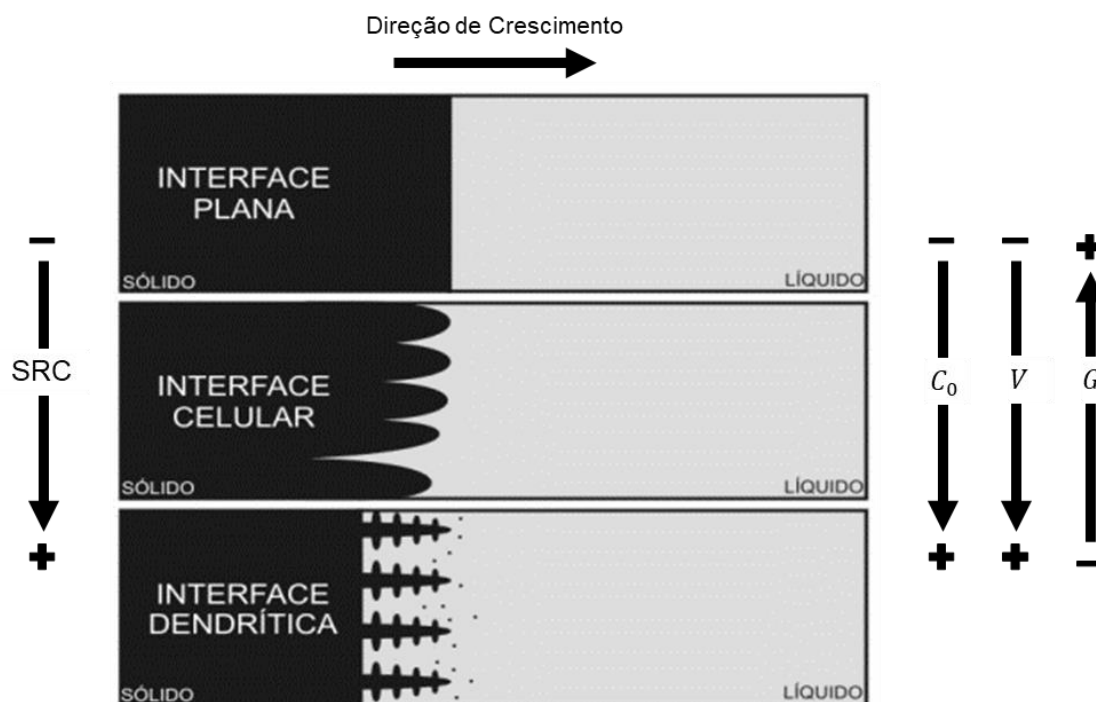


Figura 11 - Representação esquemática da atuação dos fatores de influência na formação das estruturas de solidificação. Adaptado de (GOULART, 2010).

## 2.5 Macroestrutura

De maneira geral, a macroestrutura refere-se à estrutura de um material em um nível macroscópico, onde a escala de comprimento é de mais de 100 micrômetros (ASKELAND; WRIGHT, 2016). A forma e o tamanho dos grãos para uma amostra são exemplos de características macroestruturais importantes, sendo possível, em alguns casos, observar grãos com texturas diferentes a olho nu (CALLISTER, JR.; RETHWISCH, 2014).

No âmbito do processo de solidificação, é possível observar três tipos de macroestruturas resultantes, caracterizadas pelo tamanho, forma e direção dos grãos. Esses tipos de macroestrutura são conhecidos como zona coquilhada, zona colunar e zona equiaxial, e serão melhor abordados a seguir. Importante citar também a existência de uma zona de transição colunar-equiaxial, comumente presente em peças fundidas ou lingotes. A Figura 12 apresenta um esquema com as zonas citadas.

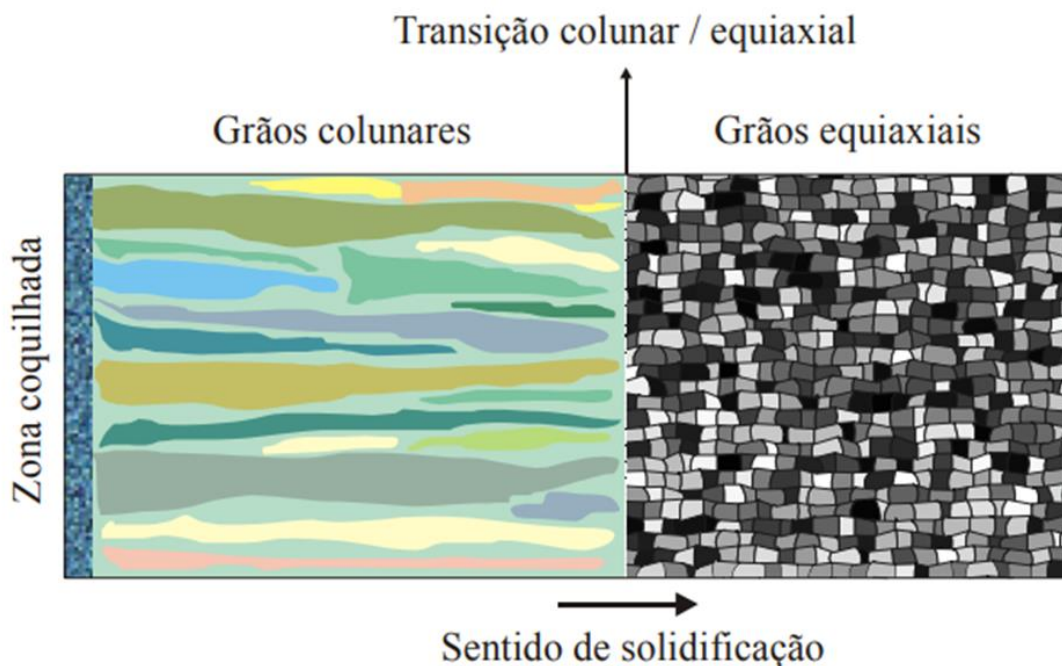


Figura 12 - Representação esquemática das macroestruturas de solidificação (GOULART, 2005).

### 2.5.1 Zona Coquilhada

A zona coquilhada pode ser caracterizada como uma camada de pequenos grãos finamente dispersos e localizada na superfície do lingote, sendo formada quando o metal líquido é vazado na lingoteira e a parte que entra em contato com as paredes frias da lingoteira é rapidamente resfriada. Nessa fina camada de líquido super-resfriado ocorre uma nucleação intensa de grãos cristalinos de orientação aleatória (GARÇÃO, 2018).

O tamanho da zona coquilhada depende de uma série de fatores, dos quais pode-se citar as propriedades termofísicas do material do molde, o coeficiente de transferência de calor metal/molde e a temperatura de vazamento do metal líquido. Analisando tais fatores, é possível obter desde camadas mais largas até a condição em que a zona coquilhada é inexistente ou imperceptível (GARCIA, 2007).

### 2.5.2 Zona Colunar

É uma região caracterizada por um crescimento de dendritas orientadas e em equilíbrio térmico com o líquido que as envolvem, e crescem tão rapidamente quanto o calor latente é capaz de fluir para as paredes do molde. Ela é formada à medida que

o processo de solidificação se sucede a partir da zona coquilhada. Uma vez que o líquido no meio da lingoteira ainda está a uma temperatura acima da temperatura *liquidus*, os únicos grãos que se desenvolvem são àqueles que estão crescendo a partir das paredes do molde e em direção ao líquido. Destes grãos, àqueles que tiverem direções mais parecidas com a direção de extração de calor (ou seja, perpendicular à parede do molde) irão crescer mais rápido, pois a direção preferencial de crescimento dendrítico é próxima. Além disso, os grãos têm sua seção transversal aumentada à medida que a frente vai se afastando do molde (GOULART, 2010).

De acordo com o apresentado na obra de Garcia (2007), variáveis como temperatura de vazamento, teor de soluto na liga e aquecimento prévio do molde antes do vazamento possuem forte influência sobre o tamanho da zona colunar.

### **2.5.3 Zona Equiaxial**

A zona equiaxial é mais comum em grandes lingotes, onde as perdas de calor por radiação são apreciáveis, e é típica de peças obtidas através dos processos de fundição. A medida que o calor continua sendo retirado por condução através do sólido e conduzido até o molde, a região central do lingote pode se tornar super-resfriada tanto por efeito térmico (“remoção de calor”) quanto constitucional (“instabilidade da interface S/L”), permitindo que qualquer grão que venha surgir possa crescer aleatoriamente na forma de cristais conhecidos como equiaxiais. Sendo assim, a zona colunar é bloqueada pela formação da zona equiaxial central (JÚNIOR, 2019).

Três mecanismos de surgimento dos núcleos geradores da zona equiaxial foram sintetizados por Garcia (2007) em sua obra, sendo todos eles constatados em observações experimentais. Ainda segundo a obra, possivelmente todos os três mecanismos ocorrem simultaneamente na solidificação da maioria das ligas de interesse industrial.

## **2.6 Solidificação Direcional Ascendente**

O processo de solidificação, como já mencionado, possui grande relevância uma vez que está incluído na fabricação da grande maioria dos produtos metálicos. Do ponto de vista da transferência de calor, a solidificação pode ocorrer em condições

de regime estacionário ou transiente. No primeiro caso, a velocidade de solidificação e o gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do experimento, enquanto no regime transitório, estes parâmetros variam livremente com o tempo e a posição. Neste sentido, a solidificação de materiais pode ser considerada fundamentalmente um processo de transferência de calor em regime transitório (GARCIA, 2007).

Devido ao que foi supracitado, muitos estudos experimentais relacionados a solidificação que tratam da mesma em condições de regime transiente utilizam a técnica de solidificação unidirecional. Três dispositivos de solidificação unidirecional em regime transiente são frequentemente usados cada um com suas características e sendo diferenciados principalmente pela direção da extração de calor, podendo ser vertical ascendente, vertical descendente e horizontal.

O presente trabalho utiliza o dispositivo de solidificação unidirecional ascendente. Este dispositivo é caracterizado por um sistema de refrigeração a água situado na parte inferior, o que faz com que a solidificação aconteça de baixo para cima, ou seja, na direção vertical ascendente. A representação esquemática da Figura 13 fornece uma ideia geral do funcionamento do forno de solidificação direcional, o qual permite o monitoramento e registro das temperaturas dos termopares inseridos no metal líquido.



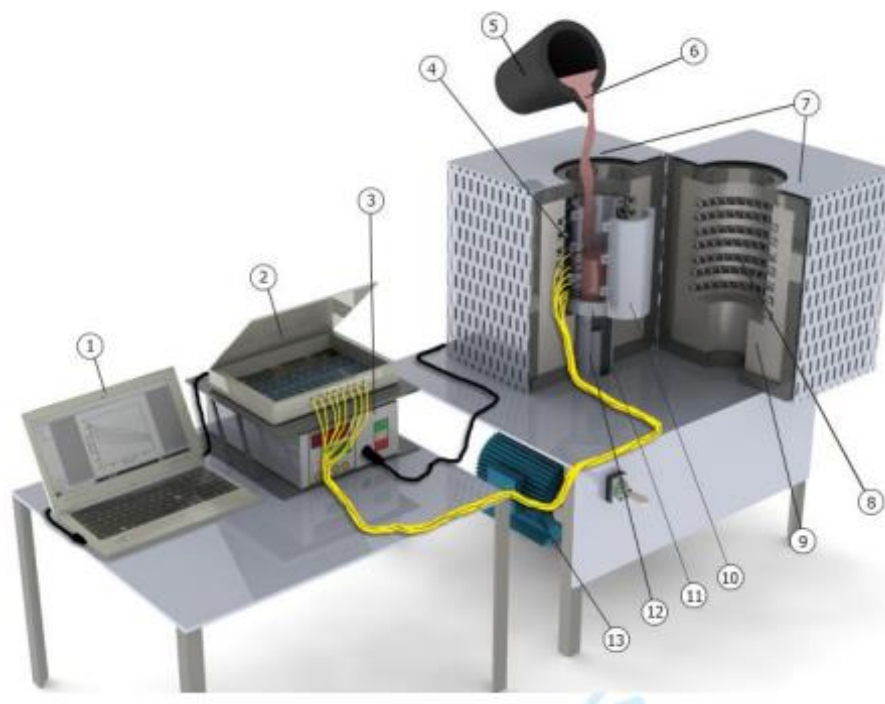


Figura 13 - Representação esquemática equipamentos: (1) Software de aquisição de dados; (2) equipamento de aquisição de dados; (3) Controlador de temperatura; (4) Termopares; (5) Cadinho; (6) Metal líquido; (7) Forno de solidificação direcional; (8) Aquecedores elétricos; (9) Blindagem cerâmica isolante; (10) Molde de aço; (11) Chapa de aço fina; (12) Conduto de refrigeração para água; (13) Motor e bomba de água. (JÚNIOR, 2019).

O fato de a solidificação ocorrer em sentido contrário ao sentido da ação da gravidade faz com que o peso próprio do lingote atue no sentido de favorecer o contato térmico com a base refrigerada. Ainda, outro aspecto importante mencionado sobre este dispositivo é que, dependendo do par soluto/solvente, quando o soluto é rejeitado na frente de solidificação, há a possibilidade de ocorrer a formação de um líquido interdendrítico mais denso do que o restante do volume global de metal líquido, fazendo com que a solidificação proceda de maneira completamente estável do ponto de vista de movimentação do líquido. Assim, a transferência de calor dentro do lingote acontece essencialmente por condução unidimensional, uma vez que o perfil de temperatura no líquido é crescente em direção ao topo do lingote, fazendo com que o líquido mais denso se localize junto à fronteira de transformação sólido/líquido e correntes convectivas por diferenças de temperatura e massa específica não acontecem. Tais características permitem uma análise experimental e cálculos teóricos que não levem em consideração a convecção (ROSA, 2007).

## 2.7 Variáveis Térmicas

Nos processos de solidificação, é bem difundido a ideia de que a microestrutura exerce forte influência sobre as propriedades mecânicas resultantes do material, e que, por sua vez, a microestrutura de um material solidificado caracterizada pelos espaçamentos celulares e dendríticos possui forte relação com as variáveis térmicas de solidificação. Garcia (2007) apresenta em sua obra modelos analíticos para a solidificação de ligas binárias nos quais diversos parâmetros de solidificação são determinados, no entanto, o tratamento formal do problema apresenta uma complexidade considerável, fazendo com que uma abordagem experimental ou a utilização de métodos numéricos sejam utilizadas.

No contexto da análise experimental, uma abordagem é muito utilizada nos trabalhos que buscam correlacionar as variáveis térmicas de solidificação com as características microestruturais (SILVA et al., 2009; MEZA et al., 2013; BAPTISTA et al., 2018; REYES et al., 2018; FERREIRA et al., 2019; XAVIER et al., 2020). A seguir, é apresentado como os parâmetros velocidade da isoterma *liquidus* (ou simplesmente velocidade de solidificação), gradiente térmico, tempo de solidificação local e taxa de resfriamento são obtidos, bem como outras variáveis que compõe o presente estudo.

### 2.7.1 Temperatura *Liquidus* ( $T_L$ ) e Temperatura *Solidus* ( $T_S$ )

Ao tratar solidificação de uma liga metálica, sabe-se que a solidificação acontece em um intervalo de temperaturas, sendo elas a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ) e a temperatura *solidus* ( $T_S$ ). A temperatura *liquidus* é a temperatura onde o primeiro sólido se forma a partir do líquido, ou seja, o início da solidificação. A temperatura *solidus*, por sua vez, representa a temperatura na qual todo o líquido se transforma em sólido, isto é, o final da solidificação.

A partir do diagrama de fase da liga é possível identificar as linhas *liquidus* e *solidus*, e, conhecendo-se a composição da liga a ser analisada, as temperaturas *liquidus* e *solidus* podem ser determinadas. A Figura 14 mostra um diagrama de fase esquematizando o procedimento de determinação de ambas as temperaturas, *liquidus* e *solidus*, para uma liga Al-4%Cu, onde uma linha vertical é traçada a partir da composição de soluto da liga em análise. A intersecção entre essa linha vertical e o

linha *liquidus* será a temperatura *liquidus*, enquanto a intersecção da linha vertical com a linha *solidus* representará a temperatura *solidus*.

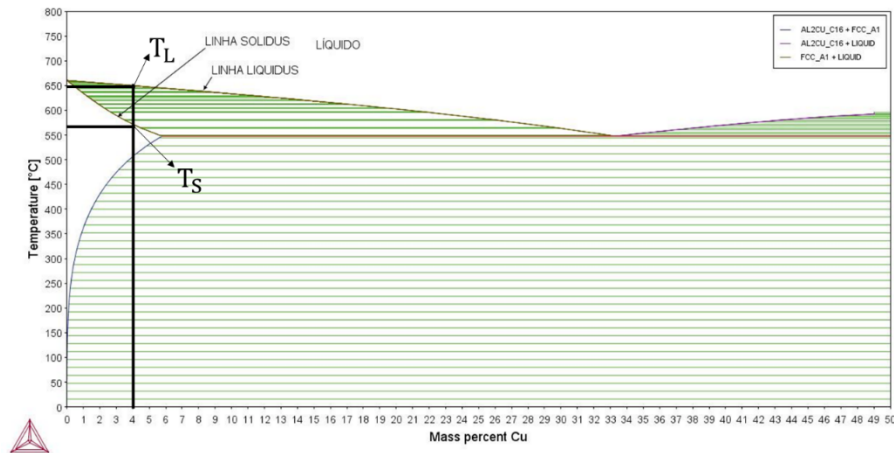


Figura 14 - Diagrama de fase do sistema Al-Cu gerado pelo software Thermo-cal, esquematizando a determinação das temperaturas *liquidus* e *solidus*.

Outra possibilidade para a obtenção das temperaturas *liquidus* e *solidus* é através de um experimento, no qual a liga a ser estudada é fundida e resfriada lentamente. Este resfriamento lento é monitorado, sendo registrado a temperatura e o tempo. O resultado do monitoramento é a curva de resfriamento lento, como pode ser visto na Figura 15, onde também estão indicadas as isotermas *liquidus* e *solidus* para um liga Al-5%Cu.

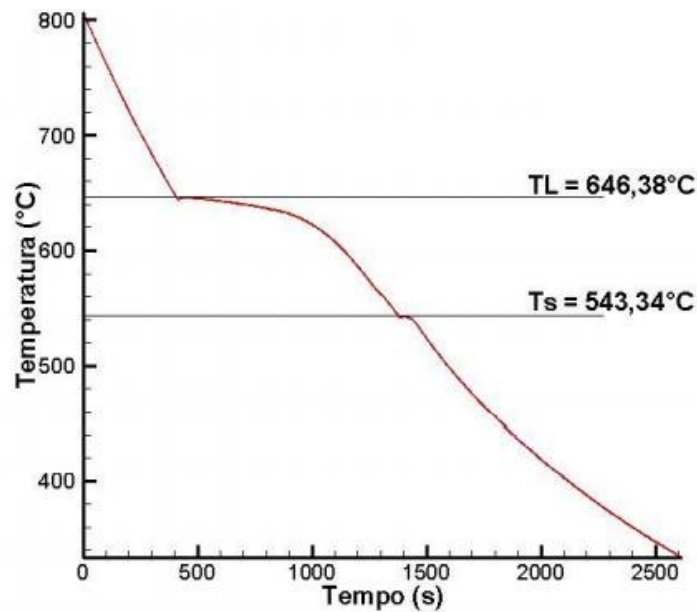


Figura 15 - Curva de resfriamento lento para um liga Al-5%Cu (PASSOS, 2018).

### 2.7.2 Perfil Térmico

Ao solidificar uma liga em um dispositivo de solidificação unidirecional transitório, como os descritos anteriormente, é possível monitorar a temperatura ao longo do tempo em cada um dos termopares posicionados ao longo do comprimento do lingote. Ao registrar tais temperaturas e tempos e plotar em um gráfico, é possível obter a curva de resfriamento do material para cada posição (P).

A Figura 16 mostra o perfil térmico obtido de um experimento de solidificação direcional ascendente em condições de regime transiente para uma liga Al-1%Fe, com as linhas horizontais traçadas representando as temperaturas *liquidus* e *solidus*.

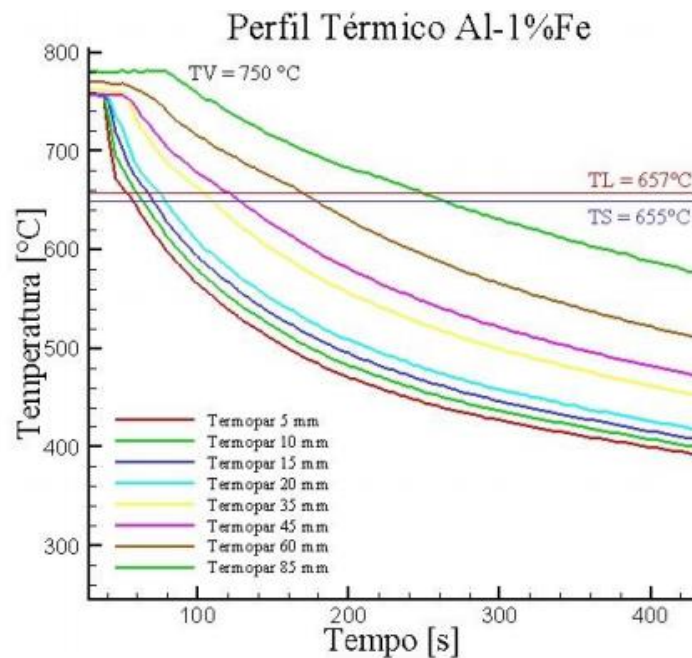


Figura 16 - Perfil térmico obtido de um experimento de solidificação direcional ascendente de uma liga Al-1%Fe (GARÇÃO, 2018).

### 2.7.3 Tempo de Passagem da Isoterma *Liquidus*

Ao traçar uma linha horizontal equivalente a temperatura *liquidus* para a liga em análise, é possível obter um par ordenado (tempo, posição) na intersecção entre essa linha horizontal e a curva de resfriamento, representando o tempo que cada posição leva para passar pela isoterma *liquidus*. Com isso, esses pares ordenados podem ser plotados em um gráfico, e uma função  $P = f(t)$  pode ser experimentalmente determinada. Cada um destes pontos representa o tempo que cada posição leva para

passar pela isoterma *liquidus*. A Figura 17 mostra um gráfico posição x tempo com sua respectiva função  $P(t)$ , para uma liga de Al-5%Cu submetida a solidificação direcional ascendente em regime transiente de extração de calor.

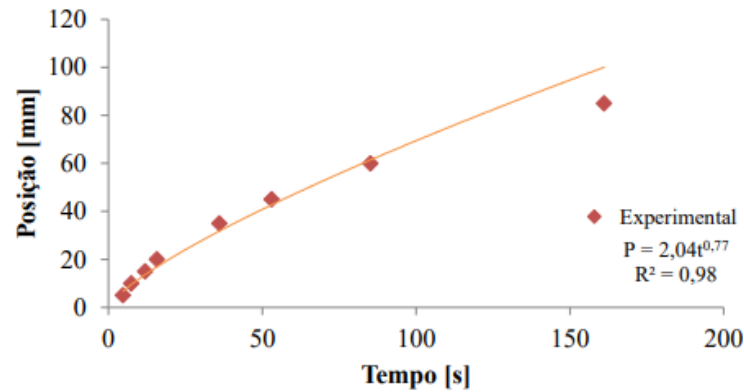


Figura 17 - Gráfico posição versus tempo para uma liga de Al-5%Cu (PASSOS, 2018).

#### 2.7.4 Velocidade da Isotherma *Liquidus* ( $V_L$ )

A velocidade da isoterma *liquidus* (ou velocidade de solidificação) se refere ao deslocamento da interface sólido/líquido em relação ao tempo, sendo obtida através da derivada da função  $P(t)$  com relação ao tempo, como mostrado na equação 3.

$$V_L(t) = \frac{\partial P(t)}{\partial t} \quad (3)$$

Com a função velocidade determinada, ou seja,  $V_L = g(t)$ , é possível combiná-la com a função  $P = f(t)$  e obter uma função  $v = f(P)$ . Tal função mostra a evolução da velocidade da isoterma *liquidus* em cada posição, como pode ser observado na Figura 18, para o alumínio puro e uma liga de Al-1%Fe.

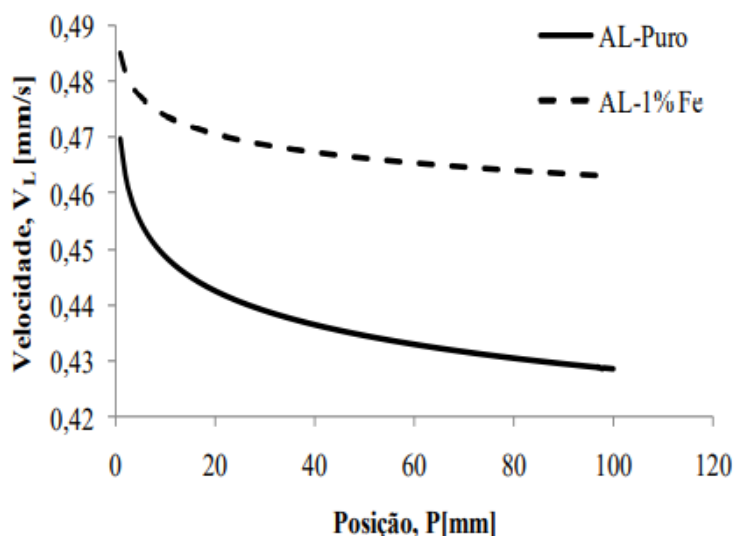


Figura 18 - Gráfico velocidade versus posição para o alumínio puro e uma liga de Al-1%Fe (GARÇÃO, 2018).

### 2.7.5 Tempo de Solidificação Local ( $t_{SL}$ )

Ao abordar analiticamente em sua obra o processo de solidificação em ligas binárias, Garcia (2007) apresentou a variável tempo de solidificação local como a diferença entre os tempos de passagem das isothermas solidus e liquidus em um determinado ponto da peça durante o processo de solidificação. De forma aproximada, segundo Meza (2012), o tempo de solidificação local pode ser calculado como a razão entre o intervalo de solidificação para condições fora do equilíbrio e a taxa de resfriamento, como na equação 4.

Analisando experimentalmente a solidificação de um material e considerando as definições previamente feitas neste trabalho com relação ao intervalo de solidificação e taxa de resfriamento, o tempo de solidificação local pode ser escrito como:

$$t_{SL} = \frac{\Delta_{sol}}{\dot{T}} \quad (4)$$

A Figura 19 mostra o exemplo de um gráfico do tempo de solidificação local em função da posição para a liga Al-4%Cu com um superaquecimento de 25%, ou seja, com a temperatura de vazamento 25% acima da temperatura *liquidus*.

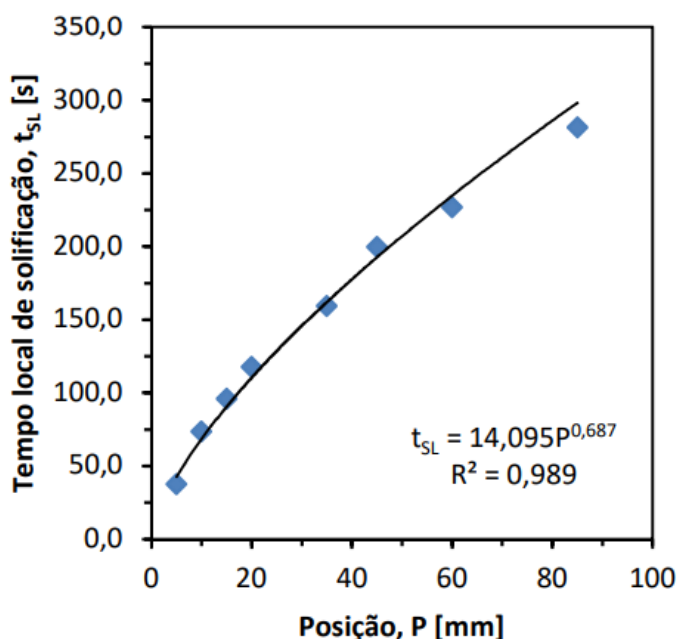


Figura 19 – Gráfico do tempo de solidificação local em função da posição para uma liga Al-4%Cu com 25% de superaquecimento (CHRISÓSTIMO, 2019).

Para o presente estudo, o tempo de solidificação local foi determinado a partir da diferença entre o tempo que cada posição levou para atingir a  $T_L$  e a  $T_S$ .

### 2.7.6 Taxa de Resfriamento ( $\dot{T}$ )

A taxa de resfriamento é definida pela relação entre a taxa de variação da temperatura pela taxa de variação do tempo (GARCIA, 2007), como mostra a equação 5.

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt} \quad (5)$$

Neste contexto experimental, as taxas de resfriamento para cada posição dos termopares podem ser determinadas por um procedimento utilizado por Okamoto e Kishitake (1975), no qual as curvas de resfriamento são usadas para obter as temperaturas e tempos imediatamente antes e depois da isoterma *liquidus*, sendo, então, aplicadas conforme a equação 6. A Figura 20 mostra um esquema representativo para esta forma de obter a taxa de resfriamento.

$$\dot{T} = \frac{T_2 - T_1}{t_2 - t_1} \quad (6)$$

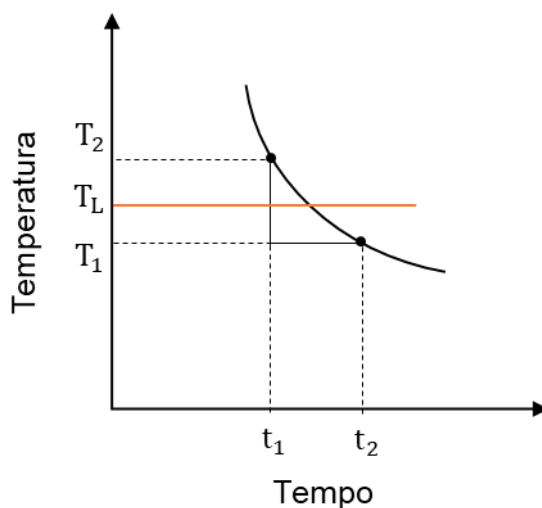


Figura 20 - Esquema representativo para determinação da taxa de resfriamento. Adaptado de (GOULART, 2010).

A Figura 21 apresenta um exemplo gráfico da taxa de resfriamento em função da posição para um as ligas Al-5 e 9%Si que passaram por solidificação direcional horizontal em condições transitórias de fluxo de calor.

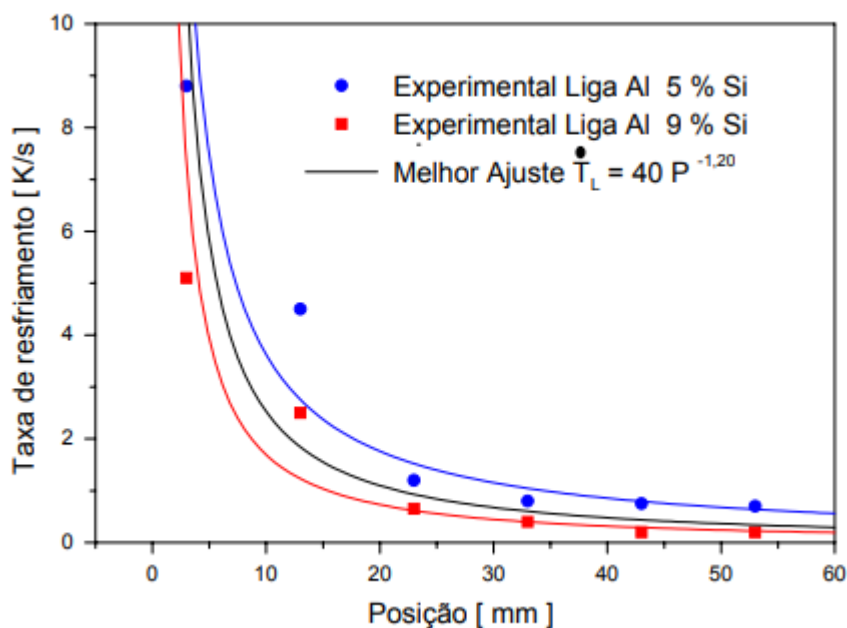


Figura 21 - Gráfico da taxa de resfriamento versus posição das ligas Al-5 e 9%Si (GOULART, 2005).

Para o presente trabalho, a taxa de resfriamento foi obtida a partir da equação 4, uma vez que conhecemos o tempo de solidificação local e o intervalo de solidificação.



### 2.7.7 Gradiente Térmico ( $G_L$ )

Gradiente térmico, em geral, é a diferença de temperatura entre duas posições, e, no caso de se obter um perfil térmico ao longo de um comprimento, o gradiente térmico pode ser definido através da derivada deste perfil em relação ao comprimento. Garcia (2007) apresenta em sua obra o gradiente térmico do líquido a partir de um perfil térmico para a região de líquido, conforme apresentado na equação 7, onde  $G_L$  é o gradiente térmico no líquido,  $T_L$  representa o perfil térmico no líquido e  $x$  o comprimento da região líquida. Analogicamente, equações são apresentadas para o gradiente térmico no sólido e na zona pastosa.

$$G_L = \left( \frac{dT_L}{dx} \right) \quad (7)$$

Experimentalmente, o gradiente térmico no líquido à frente da interface sólido/líquida para cada posição pode ser obtido utilizando uma relação também apresentada por Garcia (2007) em sua obra, expressa na equação 8, uma vez que a taxa de resfriamento e a velocidade da isoterma *liquidus* em cada posição já foram determinadas.

$$\dot{T} = G_L \times V_L \quad (8)$$

A Figura 22 apresenta um exemplo de gráfico que traz o gradiente térmico em função da posição para uma liga de Al-5%Cu que passou por solidificação direcional ascendente em regime transiente de extração de calor.

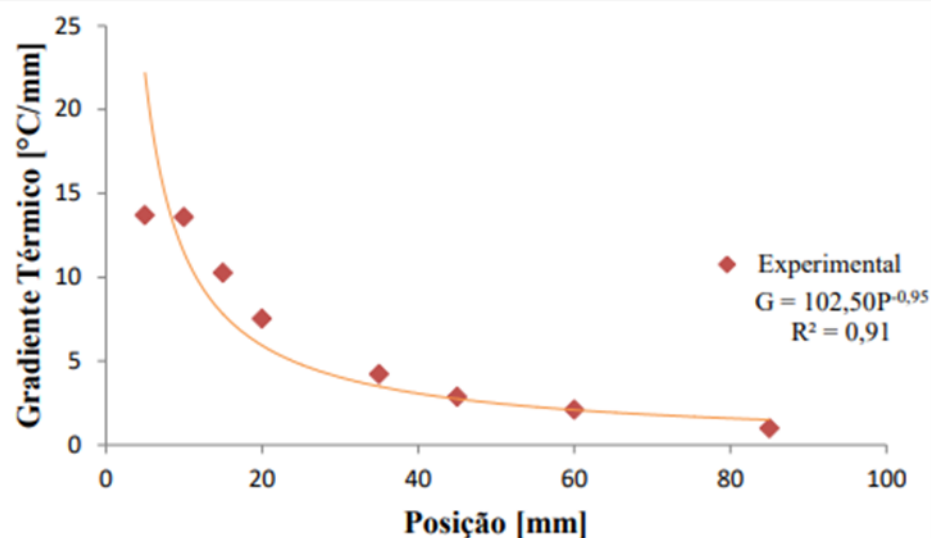


Figura 22 - Gráfico do gradiente térmico versus posição para uma liga Al-5%Cu (PASSOS, 2018).

No presente trabalho, o gradiente térmico em função da temperatura foi obtido a partir da equação 8, uma vez que a velocidade de solidificação e taxa de resfriamento são variáveis já conhecidas.

## 2.8 Microdureza Vickers

A dureza é uma propriedade mecânica que mede a resistência mecânica de um material à deformação plástica localizada (ASKELAND; WRIGHT, 2016). Existem alguns métodos utilizados para determinar essa importante propriedade que podem ser divididos em três grupos principais: risco, rebote e penetração. No campo da engenharia, os métodos de obtenção da dureza por penetração são os mais utilizados, nos quais penetradores de formato padronizado são pressionados na superfície do material sob determinadas condições de carga, causando deformação elástica seguida de deformação plástica (GARCIA, SPIM, SANTOS, 2012).

Dentre os métodos de medição da dureza por penetração, encontra-se a microdureza Vickers. O ensaio de microdureza Vickers produz uma impressão microscópica e faz o uso de penetradores de diamante e cargas menores do que 9,8 N. O penetrador padronizado é uma pirâmide de base quadrada com ângulo de 136° entre as faces opostas. A Figura 23 abaixo mostra uma vista lateral do penetrador e o formato da impressão.

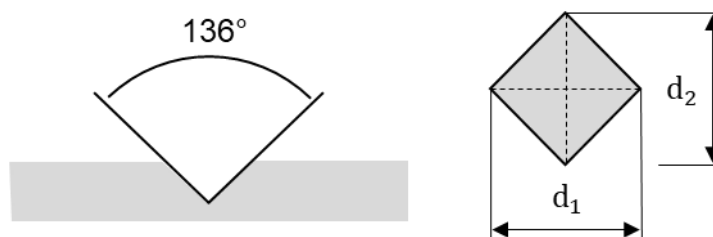


Figura 23 - Vista lateral do penetrador e formato da impressão Adaptado de (GARCIA, SPIM, SANTOS, 2012).

Uma vez que a máquina de ensaio não fornece uma impressão da pirâmide, é necessário utilizar um microscópio e fazer a medida das diagonais  $d_1$  e  $d_2$ . Uma média aritmética entre as diagonais medidas é feita e, em conjunto com a carga  $F$  aplicada, a equação 9 pode ser usada para determinar o valor da dureza.

$$HV = 0,189 \times \frac{F}{d^2} \quad (9)$$

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da Figura 24 esquematiza o procedimento experimental adotado no presente trabalho. Tal fluxograma se refere à liga Al-Cu-Bi, uma vez que os dados utilizados neste trabalho relacionados à liga Al-Cu foram obtidos a partir de amostras resultantes de experimento realizado no trabalho de Chrisóstimo (2019). Vale destacar que o procedimento utilizado para a liga Al-Cu foi praticamente o mesmo ao apresentado a seguir, utilizando inclusive os mesmos equipamentos e componentes.

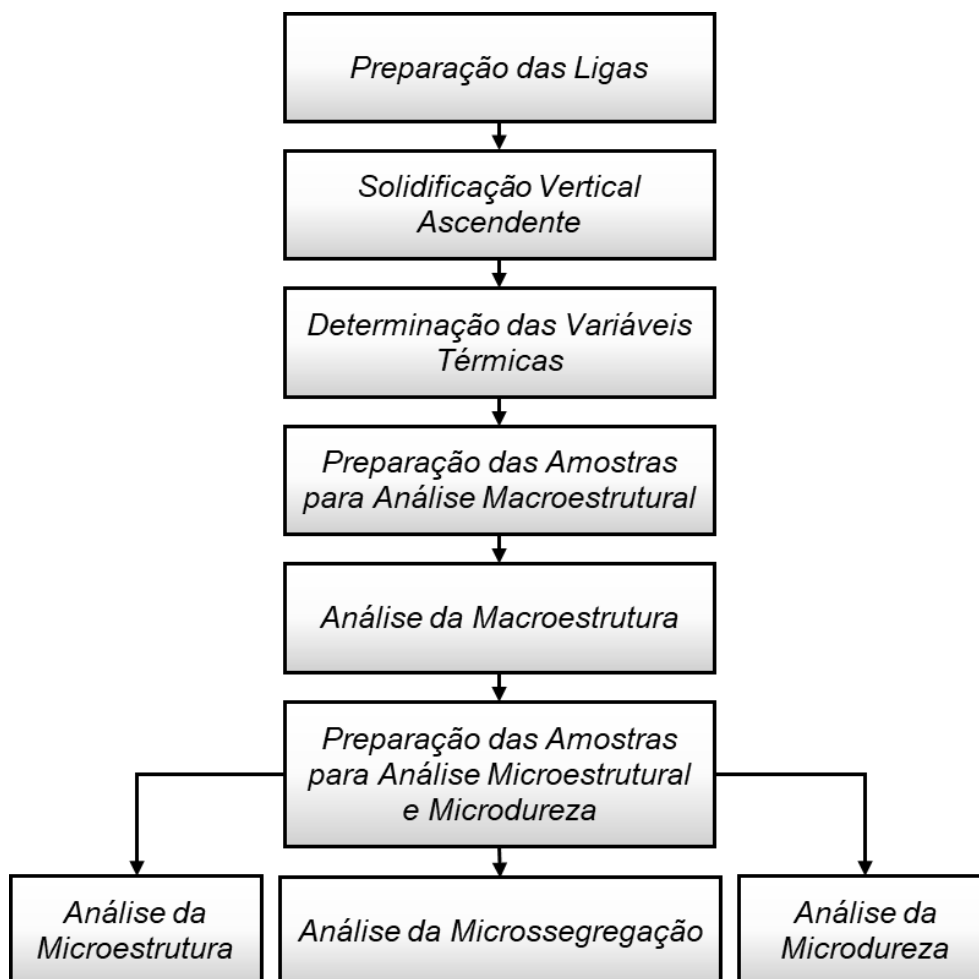


Figura 24 - Fluxograma com as principais etapas do procedimento experimental.

### 3.1 Caracterização das Ligas

No presente estudo foram investigadas a liga binária Al-4%Cu e a liga ternária Al-4%Cu-2%Bi. Ambas foram constituídas de um alumínio comercialmente puro (com 99,50% em peso de alumínio) em forma de lingote, fabricado pela Companhia Brasileira de Alumínio (CBA) S.A, e de um cobre, também comercialmente puro (com 99,90% em peso de cobre) e em forma de arame picotado, fabricado pela ICA Ltda. O bismuto que compõe a liga ternária, também comercialmente puro (com 99,99% em peso de bismuto), foi obtido em pedras junto à GLT Metais. A Tabela 1 mostra a temperatura de fusão e dureza de cada um dos elementos puros usados para compor a liga em estudo.

Tabela 1 - Temperatura de fusão dos elementos que compõe as ligas em estudo (GARCIA, 2007 e ASKELAND; WRIGHT, 2016).

<b>Elemento</b>	<b>Temperatura de Fusão [°C]</b>	<b>Dureza Brinell (MPa)</b>
Alumínio	660	245
Bismuto	270	92
Cobre	1085	847

### 3.2 Equipamentos para Obtenção do Lingote

A seguir é apresentado uma descrição dos equipamentos de uso comum utilizados para a obtenção do lingote a ser analisado no presente trabalho, bem como àqueles usados na obtenção dos perfis térmicos, todos eles presentes na EEIMVR (Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda). Tais equipamentos são: balança digital, cadinho de carbetto de silício, forno tipo mufla, forno de solidificação direcional, molde bipartido, termopar de monitoramento, lixadeira e poltriz metalográfica, equipamento de aquisição de dados e máquinas de corte.

#### ➤ **Balança Digital**

A balança utilizada para pesagem dos materiais usados na fabricação das ligas é digital e da marca SHIMADZU, modelo UW6200H, possuindo carga máxima de 6200 gramas e carga mínima de 0,5 grama. A balança está apresentada na Figura 25.



Figura 25 - Balança digital usada nas preparação da liga.

#### ➤ **Cadinho de Carbetto de Silício**

O cadinho utilizado para a fundição do lingote é de carbetto de silício, modelo AS 6 da Carbosil. Possui um revestimento interno com camada de suspensão à base de alumina, e está apresentado na Figura 26.



Figura 26 - Cadinho de carbetto de silício usado para fundir a liga.

### ➤ Forno Tipo Mufla

O forno elétrico utilizado para fundir o lingote é do tipo mufla, modelo FE7013, fabricado pela Fornos Jung Ltda, com seu interior revestido de placas refratárias e controle de temperatura. Tal forno, mostrado na Figura 27, pode atingir a temperatura máxima de 1300°C.



Figura 27 - Forno elétrico tipo mufla usado para fundição.

### ➤ Forno de Solidificação Direcional

O forno de solidificação direcional modelo FSD1200V usado para o resfriamento vertical ascendente da liga) é mostrado na Figura 28. Ele possui um sistema de arrefecimento acoplado, constituído de bombeamento de água na temperatura ambiente para refrigeração da base do molde metálico. A este forno está associado um controlador FE50RPN e software FlexLab que permitem a programação de parâmetros como a temperatura de pré-aquecimento e o tempo em que o forno permanecerá nesta condição até ser desligado para o início da solidificação direcional.

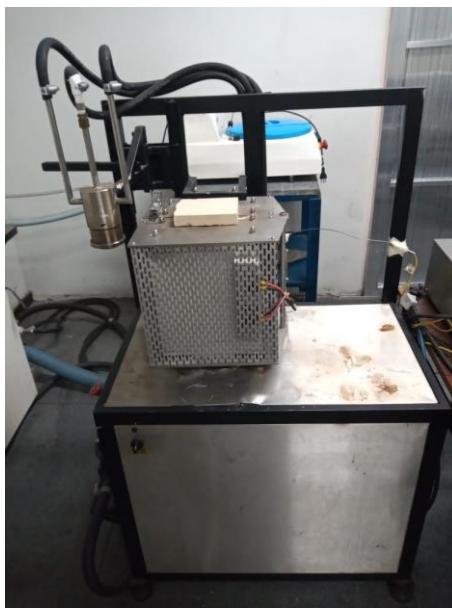


Figura 28 - Forno de solidificação direcional com resfriamento na base.

### ➤ **Molde Bipartido**

O molde bipartido onde o metal líquido é vazado após sair do forno elétrico é feito em aço inoxidável AISI 310, e é mostrado na Figura 29. Este molde possui diâmetro interno de cerca de 56 mm, cerca de 157 mm de altura e algo em torno de 10 mm de espessura de parede, e tem uma base (chapa molde) feita em aço carbono AISI 1020 com espessura de aproximadamente 3 mm. Os termopares utilizados para o registro da evolução das temperaturas ao longo do tempo no metal a ser solidificado passam por oito furos presentes na lateral do molde, furos estes com 1,6 mm de diâmetro.



Figura 29 - Molde bipartido revestido com solução à base de alumina.

#### ➤ Termopar de Monitoramento

O termopar utilizado para o monitoramento da temperatura ao longo do tempo durante a solidificação do lingote é apresentado na Figura 30. É um termopar de isolamento mineral com pote, do tipo K, com uma bainha de aço inoxidável de diâmetro de 1,6mm, no qual a faixa de utilização é de (0 a 900) °C.



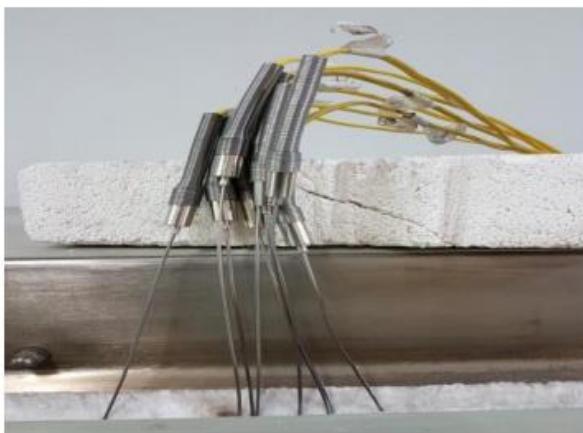


Figura 30 - Termopar de monitoramento do tipo K, com espessura de 1,6 mm.

### ➤ Equipamento de Aquisição de Dados

O aparato utilizado para a aquisição dos dados obtidos pelos termopares é um sistema de fabricação Lynux de 12 bits, modelo ADS500 acoplado ao microcomputador. O sistema de aquisição possui uma placa de 16 canais tipo K, onde um canal é reservado para medir a temperatura ambiente (junta fria). Os dados de temperatura são registrados a uma frequência de  $0,01 \text{ s}^{-1}$ , permitindo uma determinação acurada da inclinação das curvas de resfriamento experimental e, com o auxílio do software Aqdados, são tratados. Tal aparato, mostrado na Figura 31, também permite um monitoramento em tempo real dos dados.



Figura 31 - Equipamento de aquisição de dados.

### ➤ Lixadeira e Politriz Metalográfica

Para o lixamento e polimento das amostras a serem analisadas, foi utilizada a lixadeira e politriz metalográfica, modelo Arapol VV fabricada pela Arotec, mostrada na Figura 32.



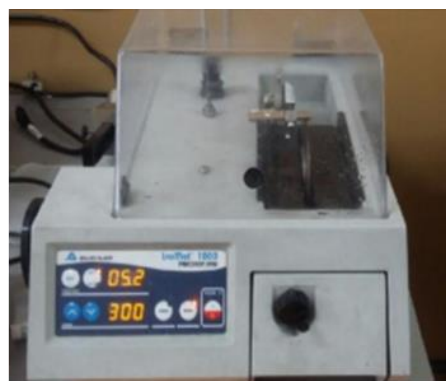
Figura 32 - Lixadeira e politriz metalográfica.

### ➤ Máquinas de Corte

Para a preparação das amostras, uma serra fita da marca Franho e uma serra de precisão da marca Buhler com passo de 0,01 mm foram utilizadas. Tal equipamentos são mostrados na Figura 33.



(a)



(b)

Figura 33 - Máquinas de corte. a) Serra fita; b) Serra de precisão.

### 3.3 Preparação da Liga

Como destacado previamente nesta seção, o procedimento experimental relacionado à liga Al-Cu está descrita no trabalho de Chrisóstimo (2019). Sendo assim, a preparação da liga se refere especificamente à liga Al-Cu-Bi.

A preparação da liga começa com a separação das quantidades adequadas de cada material que a compõe, sabendo que a liga em questão deve possuir 2% em massa de bismuto, 4% em massa de cobre e 94% em massa de alumínio. Uma vez que o alumínio já se encontrava em pedaços, o mesmo foi pesado utilizando a balança digital previamente descrita e, a partir deste valor, a quantidade dos outros elementos foi determinada. Importante citar que o lingote possui uma massa total de 2 kg. A Figura 34 mostra a medição da massa de cada um dos componentes da liga.

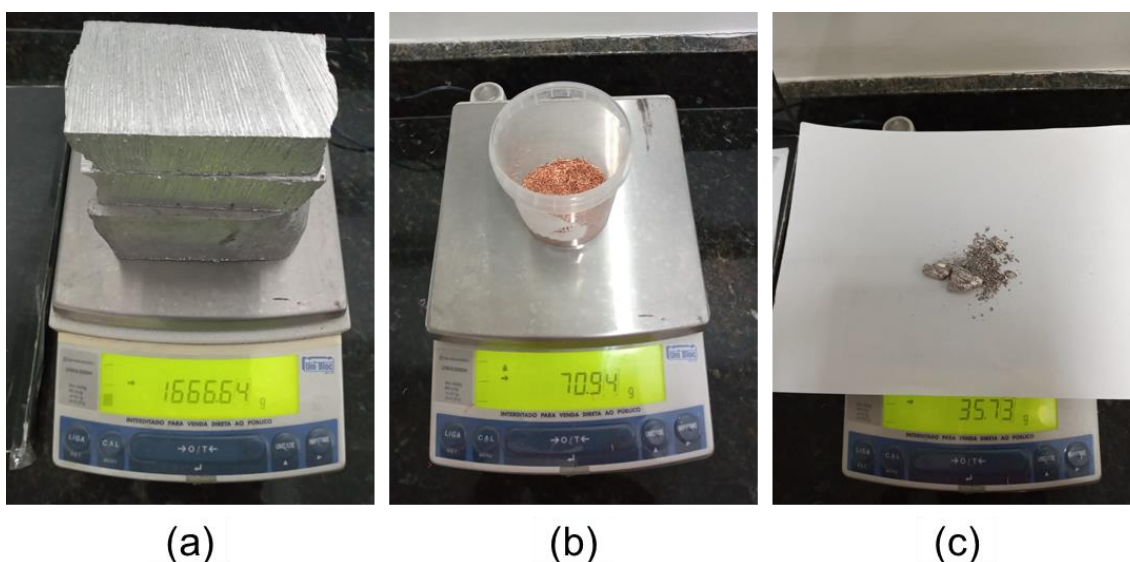


Figura 34 - Medição da massa do a) alumínio, b) cobre e c) bismuto.

Tanto o molde bipartido quanto o cadinho de carbetto de silício foram preparados com a aplicação de uma solução à base de alumina em seus interiores. No caso do molde bipartido, este revestimento ajuda a vedar e a evitar o fluxo de calor na direção radial, mantendo a solidificação apenas na direção vertical. Com o revestimento aplicado, os termopares tipo K foram posicionados no molde bipartido, mostrado na Figura 35a, sendo então colocados os parafusos de fixação seguido de nova aplicação e alumina. Com os termopares posicionados, o molde bipartido foi colocado no forno de solidificação direcional, como na Figura 35b.

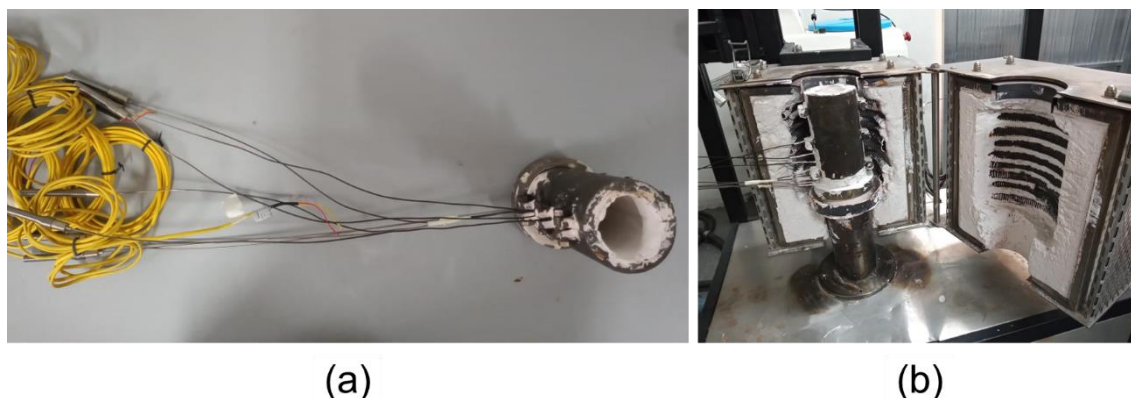


Figura 35 - Preparo do molde bipartido. a) Com os termopares posicionados; b) Posicionado no forno de solidificação direcional.

O alumínio foi colocado dentro do cadinho de carbetto de silício que, por sua vez, foi levado ao forno tipo mufla. A temperatura do forno foi programada para 800°C e o cadinho foi mantido em seu interior por cerca de 1 hora e 45 minutos. Com o alumínio já líquido, o cadinho foi retirado do forno para que o cobre e o bismuto fossem adicionados e a mistura fosse homogeneizada utilizando um bastão de vergalhão revestido coma solução à base de alumina (mesma usada para o revestimento do cadinho de carbetto de silício e do molde bipartido). Após a homogeneização, o cadinho retornou para o forno contendo os três componentes da liga e permaneceu por mais cerca de 35 minutos e, então, foi novamente retirado e a mistura mais uma vez foi homogeneizada para que o metal líquido pudesse ser vazado no forno de solidificação direcional.

### 3.4 Solidificação Direcional

O processo de solidificação direcional realizado no presente trabalho para a liga Al-Cu-Bi permitiu que um perfil térmico fosse obtido através do monitoramento da temperatura em função do tempo. Esse perfil térmico foi usado para determinar as variáveis térmicas analisadas (velocidade de solidificação, taxa de resfriamento, gradiente térmico e tempo de solidificação local), como descrito previamente. Vale novamente lembrar que procedimento descrito a seguir foi muito parecido com o realizado por Chrisóstimo (2019) para a liga Al-Cu.

Após a fundição da liga no forno elétrico, como descrito anteriormente, o cadinho foi retirado e o metal líquido foi vazado no forno de solidificação direcional que, por sua vez estava pré-aquecido a uma temperatura de 672 °C (5% acima da

temperatura *liquidus* da liga). Esta temperatura de pré-aquecimento foi configurada visando evitar que o metal líquido se solidificasse antes que a bomba d'água fosse acionada. Antes de despejar do metal líquido no molde bipartido posicionado dentro do forno de solidificação direcional, o equipamento de aquisição de dados foi ligado de maneira a fazer o monitoramento da temperatura através dos termopares tipo K.

Com o vazamento do metal líquido, é natural que os termopares registrassem temperaturas acima da temperatura *liquidus*, uma vez que o forno elétrico se encontrava a 800°C. Com isso, esperou-se até que a menor temperatura registrada pelos termopares chegasse em cerca de 672 °C. Quando essa temperatura foi atingida, o forno foi desligado e a bomba d'água foi acionada, dando início à solidificação direcional no sentido ascendente, ou seja, a frente de solidificação evoluiu no sentido contrário ao da gravidade.

Após o fim da solidificação, que durou cerca de 16 minutos, e com os dados de temperatura e tempo registrados e gravados, o lingote foi retirado do molde bipartido para que as amostras a serem analisadas pudessem ser obtidas. A Figura 36 mostra o lingote formado.

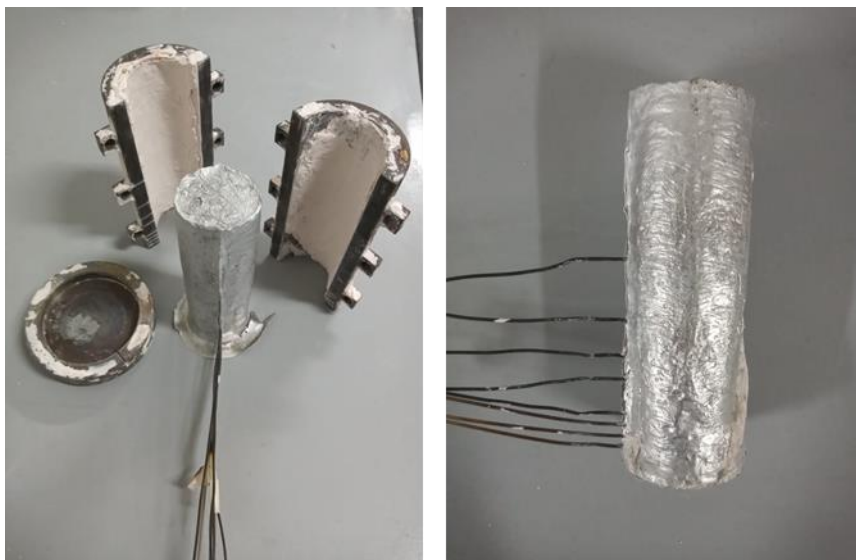


Figura 36 - Lingote solidificado ainda com os termopares.

### 3.5 Preparação e Análise da Macroestrutura

O processo de preparo e análise da macroestrutura da liga Al-Cu-Bi se iniciou a partir do lingote solidificado no forno de solidificação direcional. Primeiramente, um

corte longitudinal utilizando um arco de serra manual foi feito com o objetivo de retirar a parte contendo os termopares. Essa parte retirada foi refundida de forma a recuperar os termopares para que os mesmos sejam reutilizados em futuros experimentos. A Figura 37 mostra o lingote posicionado para o corte e o lingote já sem a região dos termopares. Vale citar que o restante do corte longitudinal foi realizado com a serra fita previamente descrita.

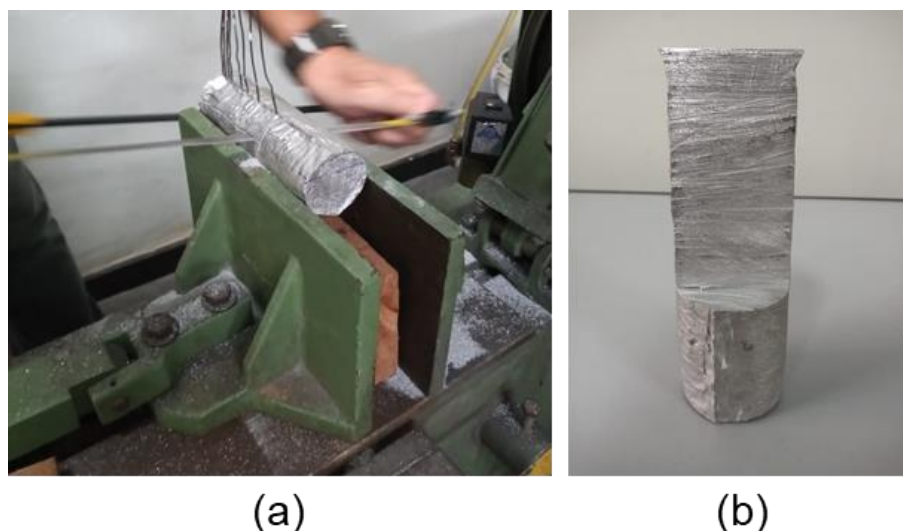


Figura 37 - Preparo para análise da macroestrutura. a) Corte longitudinal do lingote; b) Lingote cortado sem os termopares.

Após o corte longitudinal ser realizado, a superfície da amostra para análise da macroestrutura foi lixada com lixas contendo granulometria de 180 a 1500 mesh, onde a cada troca de lixa a amostra foi rotacionada 90° em relação as ranhuras provocadas pela lixa anterior. Após etapa de lixamento, o processo de polimento foi realizado na amostra utilizando um pano com pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ , deixando a superfície a ser analisada pronta para o ataque químico. O lixamento e polimento foram realizados utilizando a lixadeira e politriz metalográfica previamente descrita. O ataque químico foi realizado com 5ml de HF (ácido fluorídrico), 30 ml de HNO<sub>3</sub> (ácido nítrico), 60 ml de HCl (ácido clorídrico) e 5 ml de H<sub>2</sub>O.

A amostra foi imersa por 10 segundos para que a macroestrutura fosse revelada e, em seguida, foi lavada em água corrente por 1 minuto e então secada. A Tabela 2 mostra as etapas para a caracterização da macroestrutura. A forma, orientação e dimensão da macroestrutura das amostras foram avaliadas a olho nu.

Tabela 2 - Procedimentos metalográficos para análise da macroestrutura (COUTINHO, 1980, GOULART, 2005, CHRISÓSTIMO, 2019).

<b>Lixamento</b>	<b>Polimento</b>	<b>Ataque Químico</b>	<b>Procedimento</b>
Lixas:			
180	Pano: 6 m	5 ml HF	Imersão da
300		30 ml HNO <sub>3</sub>	amostra por 10 s
400	Pasta de diamante:	60 ml HCl	
600	6 m	5 ml H <sub>2</sub> O	
800			Lavagem em água
1000	Lubrificante para	Temperatura	corrente durante
1200	materiais não ferrosos	Ambiente	1 min.
1500			

### **3.6 Preparação e Análise da Microestrutura**

Para a preparação e análise da microestrutura um novo corte longitudinal foi realizado na amostra utilizando a serra fita, destacando a parte central. Então, outros cortes longitudinais, usando a serra fita, e transversais, utilizando a serra de precisão, como os mostrados na Figura 38, foram realizados. Os cortes transversais foram executados nas mesmas posições dos termopares usados para o monitoramento da temperatura e do tempo (ou seja, a 5, 10, 15, 20, 35, 45, 60 e 85 mm a partir da base). Essa parte central foi utilizada como forma de minimizar ou até mesmo evitar algum desvio que possa ocorrer devido à perda de calor pelas paredes do molde bipartido.

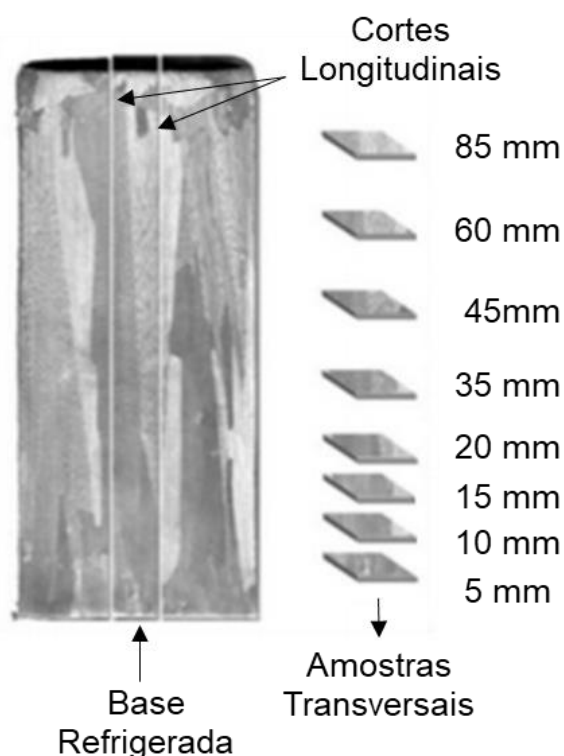


Figura 38 - Representação esquemática dos cortes longitudinais e amostras transversais para as análises macro e microestruturais. Adaptado de (CHRISÓSTIMO, 2019).

As amostras transversais obtidas foram embutidas à frio com resina acrílica e catalisador. Lixas com granulometria de 320 a 2000 mesh foram usadas nas amostras embutidas, onde, durante a troca de cada lixa, as amostras foram rotacionadas 90° em relação às ranhuras provocadas pela lixa anterior. As amostras foram então lavadas e secadas, sendo seguido pela etapa de polimento com pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ . Polimento e lixamento foram realizados usando a lixadeira e politriz metalográfico já mencionada. Na sequência, um ataque químico para revelação das microestruturas foi realizado nas amostras usando um reagente HF durante 3 segundos, seguido de lavagem em água corrente por 1 minuto. A Tabela 3 apresenta as etapas para a caracterização da microestrutura.



Tabela 3 - Procedimentos metalográficos para análise da microestrutura (COUTINHO, 1980, GOULART, 2005, CHRISÓSTIMO, 2019).

<b>Lixamento</b>	<b>Polimento</b>	<b>Ataque Químico</b>	<b>Procedimento</b>
Lixas:			
320	Pano para polimento	Solução:	Imersão da amostra por 10 s
400	Com pasta de diamante	0,5% HF	
600			
800	Pasta de diamante:	Temperatura Ambiente	Lavagem em água corrente durante 1 min.
1000	6, 3 e 1 $\mu\text{m}$		
1200			
1500	Lubrificante para		
2000	materiais não ferrosos		

Com as amostras devidamente preparadas, um microscópio óptico, modelo BX51M fabricado pela Olympus, conforme mostra a Figura 39, foi utilizado. Este microscópio é equipado com uma câmera modelo SC30 e é acoplado a um microcomputador com o software *Stream Basic* instalado, o que permite que imagens da microestrutura das amostras sejam registradas.



Figura 39 - Microscópio utilizado para a obtenção das micrografias.

### 3.7 Medição dos Espaçamentos Dendríticos

A medição dos espaçamentos terciários (EDT ou  $\lambda_3$ ) foi realizada utilizando o software *ImageJ*, a partir das imagens obtidas do microscópio óptico previamente mencionado. As medidas de  $\lambda_3$  foram feitas sobre a seção transversal da amostra, ou seja, na direção perpendicular ao fluxo de calor.

Para a medição dos espaçamentos dendríticos terciários foi utilizado um método que consiste em calcular o valor de  $\lambda_3$  pela média das distâncias entre os braços adjacentes (ramificações terciárias) sobre a seção transversal (perpendicular ao eixo de calor ou a direção de crescimento) de uma ramificação dendrítica primária. A Figura 40 apresenta um esquema da medição dos EDT.

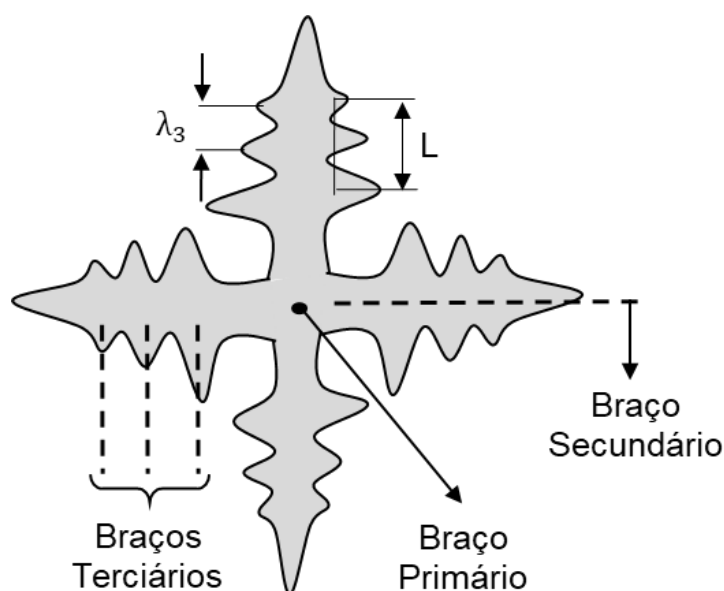


Figura 40 - Representação esquemática para medição dos EDT.

Onde,  $\lambda_3$  é dado pela equação 10.

$$\lambda_3 = L/(n - 1) \quad (10)$$

Para cada amostra 30 medições foram realizadas na mesma posição selecionada utilizando o software *ImageJ*, a partir das micrografias obtidas do microscópio óptico previamente mencionado. Assim, de acordo com a distribuição *t-Student*, a média dos valores e o intervalo de confiança foram obtidos.

### 3.8 Medição da Microsegregação

A medição e análise da microsegregação foi realizada através da utilização do microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo EVO MA10, fabricante Zeiss, com filamento LaB6 e software EDAX, e da técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) para análise química, instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR-UFF. A Figura 41 mostra uma imagem do MEV.



Figura 41 – MEV com software EDAX para análise química através de EDS em um dos laboratórios da EEIMVR.

Para as medições foram usadas as 8 amostras transversais previamente obtidas em cada uma das posições. Utilizando o programa EDAX foi possível fazer, entre outras análises, medições de concentração de elementos pontuais ou de linhas, na qual o próprio programa cria pontos equidistantes com quantidade variando de 20 a 40 pontos.

No caso da análise de microsegregação, em cada uma das 8 amostras foi traçado 10 linhas, saindo do centro do braço dendrítico, passando pela região interdendrítica e indo até o centro do braço dendrítico adjacente, como o exemplo mostrado na Figura 42 da posição 45 mm da liga Al-4%Cu-2%Bi.

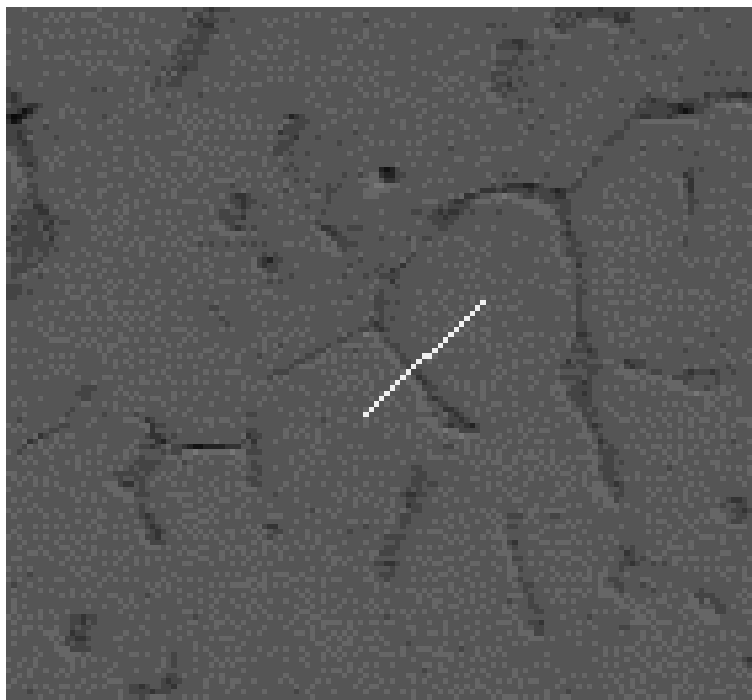


Figura 42 – Exemplo da medição de concentração ao longo de uma linha traçada para a amostra transversal na posição de 45 mm da liga Al-4%Cu-2%Bi.

A partir dos dados obtidos, foram definidos 11 pontos de concentração média, distribuídos em função da fração sólida conforme representado esquematicamente na Figura 43. Vale citar que, uma vez que o objetivo foi medir a microsegregação na ramificação dendrítica, os perfis apresentados foram até a fração sólida 0,8, por corresponder ao braço dendrítico. A fração sólida 1 está associada à região interdendrítica.

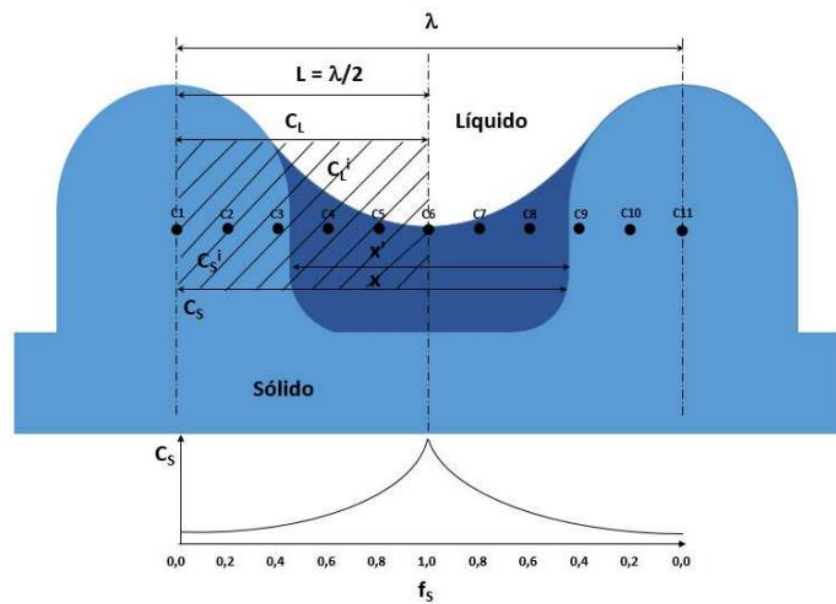


Figura 43 – Representação esquemática dos pontos de medição de concentração dos elementos para análise da microsegregação. Adaptado de (GARCIA, 2007).

### 3.9 Medição da Microdureza

Para a medição da microdureza Vickers foi utilizado um microdurômetro Shimadzu HVM, que possui dois cabeçotes micrométricos interconectados, instalado no Laboratório de Caracterização Microestrutural da EEIMVR. A Figura 44 mostra o microdurômetro. As amostras de Al-Cu-Bi utilizadas para medição foram as mesmas usadas para análise da microestrutura nas 8 posições ao longo do lingote.



Figura 44 - Microdurômetro utilizado na medição da microdureza Vickers.

Todos as medições foram realizadas conforme a norma ABNT NBR NM ISSO 6507-1 (Materiais metálicos – Ensaio de dureza Vickers Parte 1: Método de Ensaio). Os ensaios foram realizados com uma carga de 0,5 kg em um intervalo de 15 segundos em 10 posições distintas, o que levou a um total de 20 diagonais medidas em cada amostra. Então, a média dos valores e o intervalo de confiança foram obtidos, de acordo com distribuição de t-Student para cada uma das 8 posições do lingote.

### **3.10 Procedimento de Solidificação com Resfriamento Lento**

Sabe-se que através do diagrama de fase é possível determinar as  $T_L$  e  $T_S$  da liga com composição definida a ser estudada, no entanto, é importante que se confirme esses patamares de temperatura do material solidificado. Nesse contexto, como uma forma de confirmar a composição da liga ternária em estudo, com 4%Cu e 2%Bi em massa, um procedimento de solidificação de resfriamento lento foi conduzido. Este experimento permite que os patamares de  $T_L$  e  $T_S$  sejam observados e comparados com àqueles determinados a partir do diagrama de fase. A semelhança entre os valores é a confirmação de que a liga estudada possui a composição prevista.

Para a condução deste experimento, fez-se o uso do material sobressalente no cadinho após o vazamento do material na lingoteira para o processo de solidificação direcional, retornando com o cadinho para o forno elétrico até que o

mesmo atingisse uma temperatura em torno de 800°C. Após atingir a temperatura determinada, o cadinho foi retirado do forno e colocado em uma caixa de segurança. Um termopar do tipo K foi inserido no metal líquido, na medida do possível no centro do mesmo, enquanto o equipamento de aquisição de dados já se encontrava ligado. Com isso, alguns tijolos refratários foram posicionados sobre o cadinho como forma de diminuir a transferência de calor entre o metal líquido e o ambiente. A Figura 45 mostra o esquema descrito.



Figura 45 – Esquema do cadinho com termopar posicionado para solidificação com resfriamento lento.

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 46 e Figura 47 é possível observar os diagramas de fase das ligas binária e ternária, respectivamente, obtidos a partir da utilização do software Thermo-Calc com o banco de dados TCAL5. Em cada um dos diagramas encontra-se destacado a temperatura *liquidus* ( $T_L$ ), de 650 e 640°C para as ligas binária e ternária, respectivamente. Além disso, as composições definidas para cada uma das ligas também encontram-se destacadas nos diagramas. Ainda de acordo com os diagramas, as temperaturas *solidus* ( $T_S$ ) são de 570 e 560°C para as ligas binária e ternária, respectivamente.

Ao observar a sequência de solidificação, diferente do que é verificado no diagrama de fase da liga binária, para a liga ternária há um espaço líquido (Liq2) considerável abaixo de 560°C. Este “Liq2” é rico em bismuto, com uma composição de cerca de 99,98% em peso, segundo Mirkovic et al., 2008. Após o resfriamento adicional de 270°C, um pouco mais de Al e  $Al_2Cu$  precipitam. Assim, ao ultrapassar a temperatura de 270°C, o “Liq2” rico em Bi se solidifica.

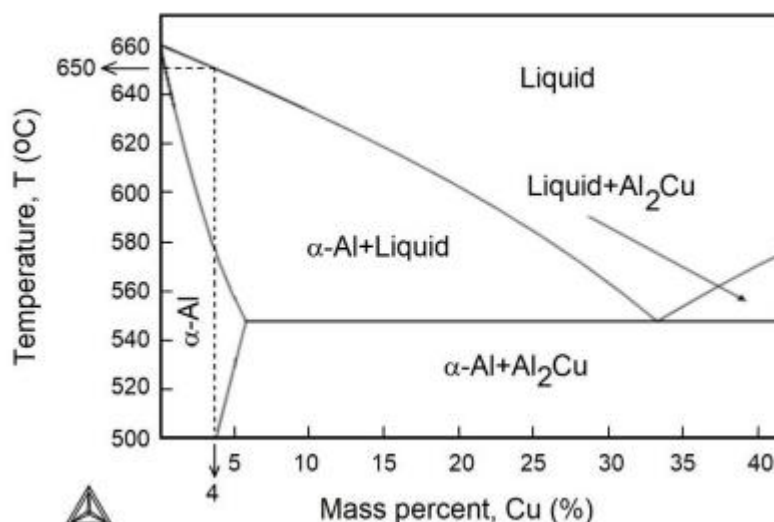


Figura 46 – Diagrama de fase parcial calculado pelo software Thermo-Calc para a liga binária Al-4%Cu.



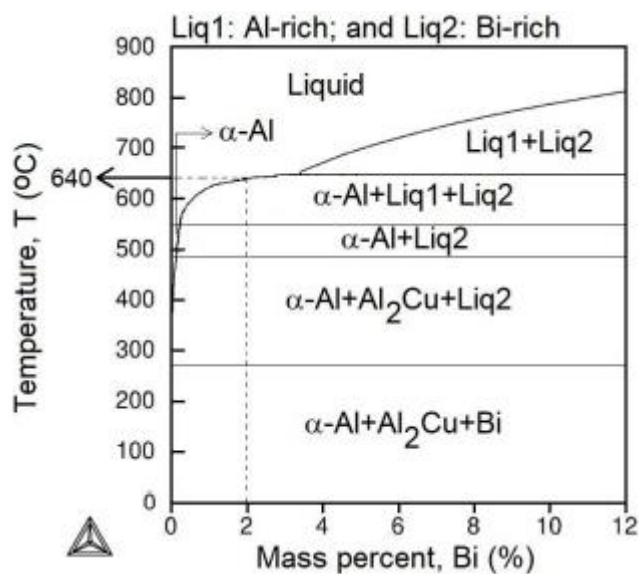


Figura 47 – Diagrama de fase parcial calculado pelo software Thermo-Calc para a liga ternária Al-4%Cu-2%Bi.

#### 4.1 Curva de Resfriamento Lento

Como citado no item 3.10, um procedimento de solidificação de resfriamento lento foi conduzido como forma de confirmar a composição da liga em estudo previamente determinada, através da comparação entre a  $T_L$  e  $T_s$  obtidas a partir do diagrama de fase e deste procedimento. A curva apresentada na Figura 48 foi obtida para a liga ternária Al-4%Cu-2%Bi com uma taxa de resfriamento médio de cerca de 0,30 °C/s, calculada na fase líquida, entre o início do processo e a temperatura *liquidus*, através da razão entre a diferença de temperatura no início do processo e a  $T_L$  e seus respectivos tempos.

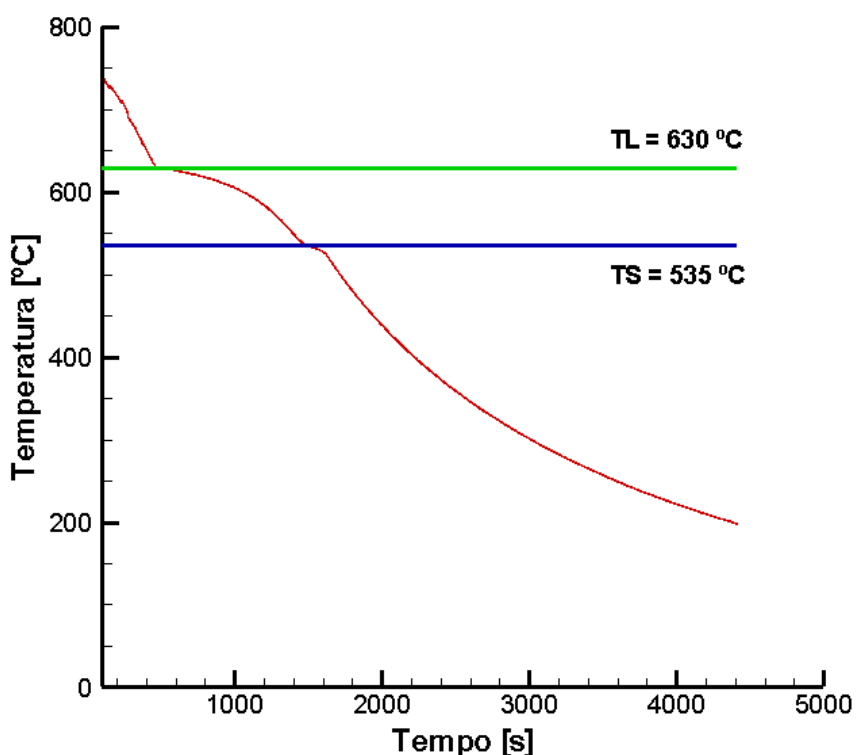


Figura 48 - Curva de resfriamento lento da liga Al-4%Cu-2%Bi.

É possível observar a partir da Figura 48 que a liga Al-4%Cu-2%Bi apresentou dois patamares de transformação líquido-sólido durante o processo de solidificação com resfriamento lento e contínuo. Estes dois patamares, que indicam a liberação de calor latente, foram observados nas temperaturas de 630°C e 535°C, que são respectivamente as temperaturas *liquidus* e *solidus* para a liga ternária em estudo. Comparando as temperaturas obtidas experimentalmente com àquelas observadas no pseudo-diagrama de fase apresentado na Figura 47, onde a temperatura *liquidus* ficou em 640°C e a *solidus* em 560°C, verifica-se que uma diferença de 10°C e 25°C foi obtida, respectivamente.

O mesmo experimento de solidificação com resfriamento lento foi realizado por Chrisóstimo (2019) para a liga binária Al-4%Cu, no qual também foram observados dois patamares caracterizando a transformação líquido-sólido. Sendo assim, para a liga binária as temperaturas *liquidus* e *solidus* observadas foram 647°C e 532°C, respectivamente. A Tabela 4 sintetiza as informações de temperaturas *liquidus* e *solidus* para as ligas binária e ternária, obtidos via diagrama de fase e via solidificação com resfriamento lento.

Tabela 4 – Temperaturas Liquidus e Solidus, experimentais e do diagrama de fase, para as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.

Liga	Al-4%Cu	Al-4%Cu-2%Bi
TL Diagrama de Fase [°C]	650	640
TL Experimental [°C]	647	630
TS Diagrama de Fase [°C]	570	560
TS Experimental [°C]	532	535

Vale destacar que para o cálculo das variáveis térmicas (velocidade de solidificação, taxa de resfriamento, gradiente térmico e tempo de solidificação local) foram utilizados os dados experimentais de temperaturas *liquidus* e *solidus* para a liga ternária, assim como para a liga binária.

#### 4.2 Perfil Térmico

O monitoramento do perfil térmico foi realizado para ambas as ligas em estudo e, como já citado, os dados relacionados à liga Al-4%Cu apresentados neste trabalho foram retirados do experimento realizado por Chrisóstimo (2019). As curvas do perfil térmico mostram a evolução da temperatura ao longo do tempo para cada uma das 8 posições dos termopares obtidas experimentalmente sob condições transientes de extração de calor. Em ambos os casos, os perfis foram obtidos a partir de um processo de solidificação direcional vertical ascendente com temperatura de vazamento aproximadamente 5% acima da temperatura *liquidus*.

A Figura 49 apresenta o perfil térmico referente à liga Al-4%Cu, bem como as temperaturas *liquidus* e *solidus* para esta liga e uma ampliação da região inicial da solidificação.

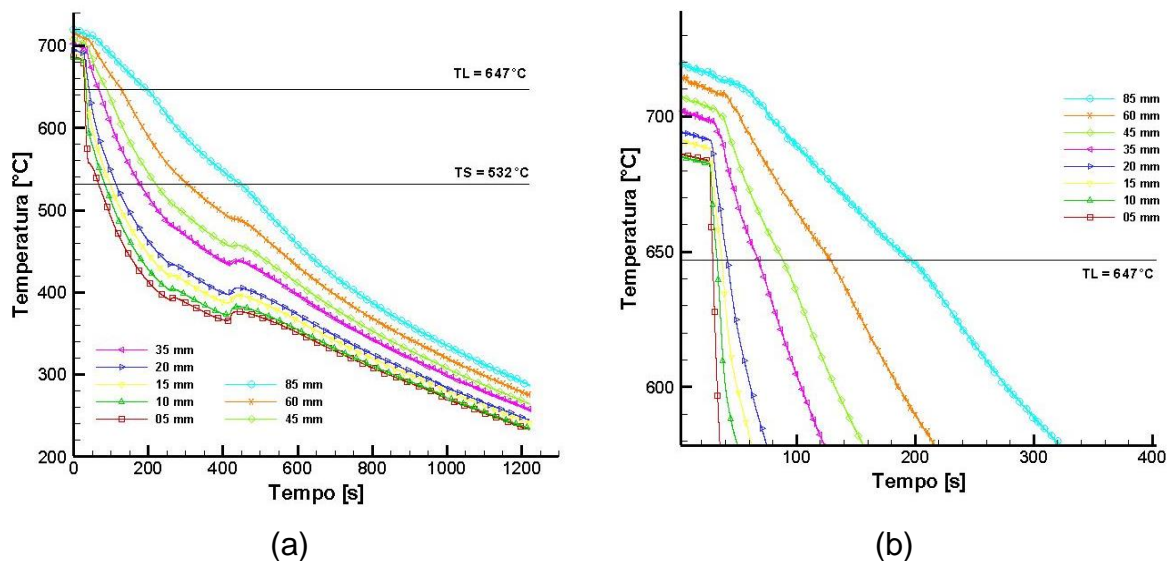


Figura 49 – (a) Perfil térmico da liga Al-4%Cu e (b) ampliação da região inicial da solidificação.

Já a Figura 50 mostra o perfil térmico da liga Al-4%Cu-2%Bi, assim como as temperaturas *liquidus* e *solidus* e uma ampliação da região inicial do processo de solidificação.

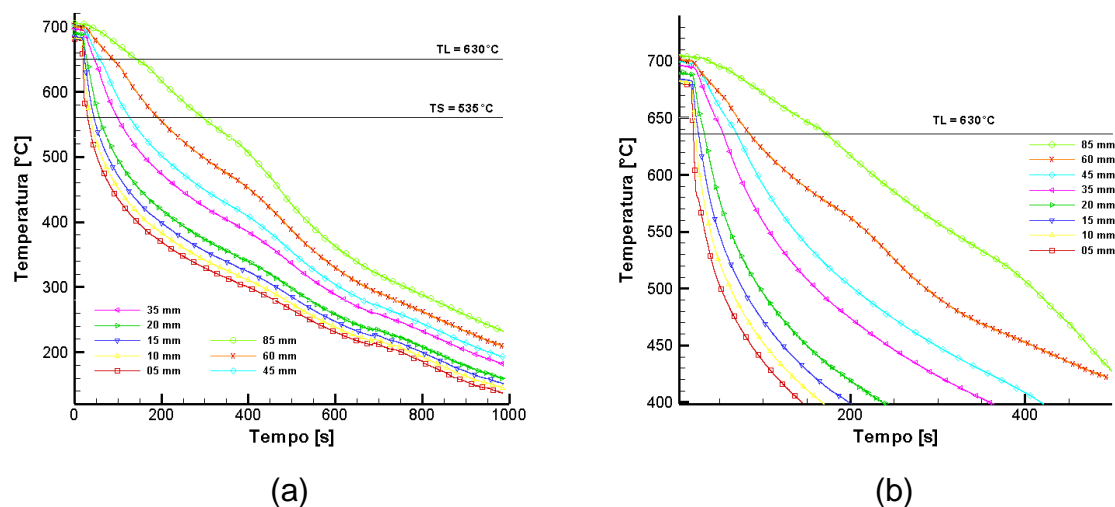


Figura 50 – (a) Perfil térmico da liga Al-4%Cu-2%Bi e (b) ampliação da região inicial da solidificação

Nota-se que os perfis térmicos para ambas as ligas apresentaram o comportamento esperado, no qual as posições iniciais mais próximas à base refrigerada possuem uma curva com inclinação mais acentuada no início do processo do que as posições mais distantes da base. Tal comportamento deve-se ao fato de que a taxa de resfriamento é maior nas posições mais próxima à base, fazendo com que a temperatura nessas posições diminuam com maior velocidade.

### 4.3 Variáveis Térmicas

#### 4.3.1 Tempo de Passagem da Isoterma *Liquidus*

A partir dos perfis térmicos e conhecendo-se as temperatura *liquidus* de ambas as ligas é possível determinar, como mostrado na Seção 2, o tempo de passagem da isoterma *liquidus*. Essa variável indica quanto tempo cada uma das posições representadas pelos termopares leva para que sua temperatura atinja a temperatura *liquidus*.

A Figura 51 mostra o gráfico da posição em função do tempo de passagem da isoterma *liquidus* obtido para as ligas Al-4%Cu e Al-4%cu-2%Bi, bem como as funções potência que se ajustam aos dados de posição em relação ao tempo. A Tabela 5 apresenta a função potência para cada uma das ligas.

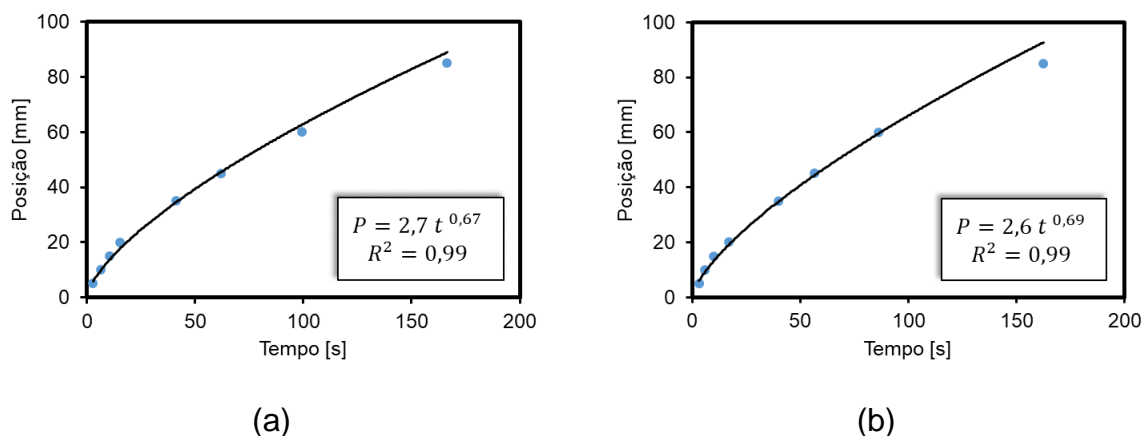


Figura 51 – Gráfico da posição versus tempo para liga (a) Al-4%Cu e (b) Al-4%Cu-2%Bi.

Tabela 5 - Equações da posição em função do tempo de passagem da isoterma *liquidus*.

Liga	Equação $P = f(t)$	$R^2$
Al-4%Cu	$P(t) = 2,773 t^{(0,678)}$	0,993
Al-4%Cu-2%Bi	$P(t) = 2,648 t^{(0,698)}$	0,990

Pode-se observar a partir da Figura 51 que ambos os perfis possuem uma boa concordância entre os dados experimentais e as suas respectivas funções de ajuste. Além disso, vê-se que as posições mais próximas à base refrigerada atingem a temperatura *liquidus* em um tempo menor que àquelas mais distantes. Esse comportamento deve-se também a maior taxa de resfriamento nas posições menos

distantes da base, como comentado na seção anterior. À medida que a solidificação acontece e a frente de solidificação se distancia da base, aumenta-se a resistência térmica devido ao metal solidificado, levando assim mais tempo para que se atinja a temperatura *liquidus*.

A Figura 52 mostra uma comparação entre os resultados obtidos para ambas as ligas, no qual pode-se notar que para as posições mais próximas à base refrigerada, os tempos associados à cada uma das ligas estão relativamente próximos. Por outro lado, para as posições mais distantes da base refrigerada, é possível observar que a liga ternária atinge a temperatura *liquidus* mais rapidamente.

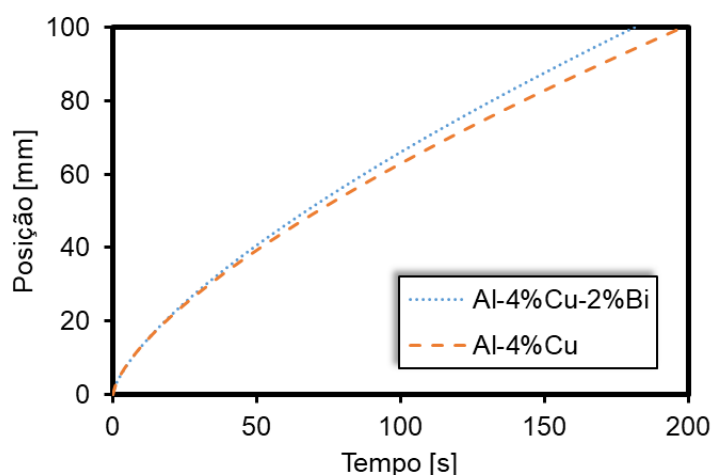


Figura 52 – Comparação da posição versus tempo entre as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.

#### 4.3.2 Velocidade da Isoterma *Liquidus*

A velocidade da isoterma *liquidus* pode ser obtida através da derivada da função  $P(t)$  em relação ao tempo. Uma vez que conhecemos a posição em função do tempo para ambas as ligas, funções da velocidade em função do tempo foram calculadas e são mostradas na Tabela 6.

Tabela 6 - Equações da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* em função do tempo.

Liga	Equação $V_L = f(t)$
Al-4%Cu	$V_L = 1,879 t^{-0,322}$
Al-4%Cu-2%Bi	$V_L = 1,849 t^{-0,302}$

A Figura 53 mostra os gráficos da velocidade da isoterma *liquidus* em função do tempo, indicando um comportamento já esperado no qual a velocidade tende a ser muito alta no início do processo devido à proximidade com a base refrigerada onde a taxa de resfriamento é maior. Com o andamento do processo de solidificação direcional vertical ascendente, a velocidade da isoterma *liquidus* vai diminuindo uma vez que a mesma se afasta da base refrigerada e uma maior resistência térmica aparece devido ao aumento da quantidade de metal solidificado.

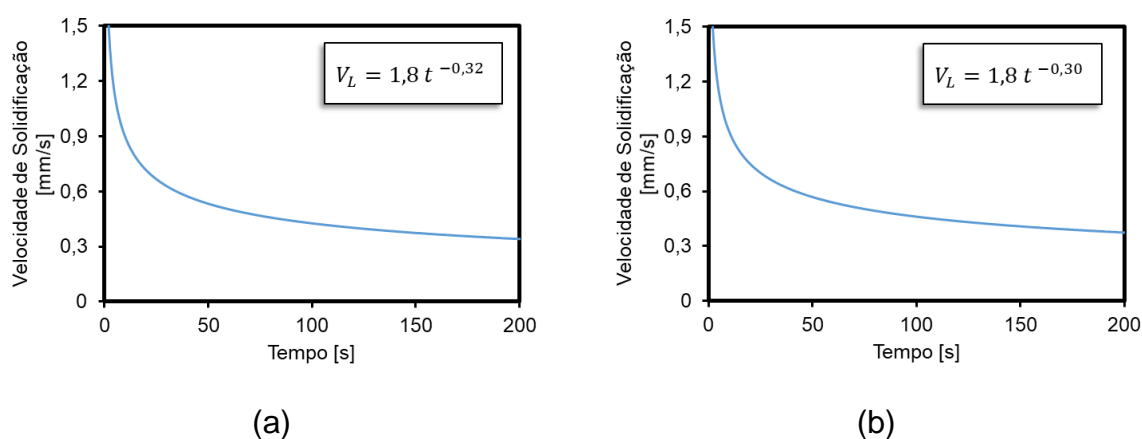


Figura 53 – Gráfico da velocidade da isoterma liquidus versus o tempo das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.

A Figura 54 mostra uma comparação da velocidade da isoterma *liquidus* em função do tempo para ambas as ligas, onde pode-se observar um perfil muito parecido entre as duas curvas, no qual o início do processo indica velocidades muito semelhantes. À medida em que o processo evoluiu, é possível notar que a curva da liga ternária fica acima da liga binária, mostrando a influência da adição de 2% de bismuto à liga Al-4%Cu.

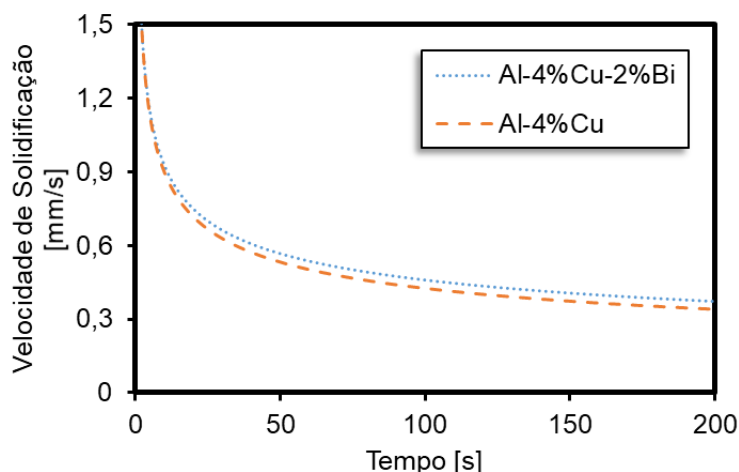


Figura 54 – Comparação da velocidade da isoterma liquidus versus tempo entre as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.

Levando em consideração a expressão da velocidade em função do tempo ( $V_L = f(t)$ ) e a expressão da posição em função do tempo ( $P = f(t)$ ), é possível rearranjar os termos e obter uma expressão da velocidade em função da posição ( $V_L = f(P)$ ). Este procedimento algébrico foi realizado para as expressões de ambas as ligas e a Tabela 7 mostra essas funções.

Tabela 7 - Equações da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* em função da posição.

Liga	Equação $V_L = f(P)$
Al-4%Cu	$V_L = 3,05 P^{-0,48}$
Al-4%Cu-2%Bi	$V_L = 2,82 P^{-0,43}$

A Figura 55 traz os gráficos de velocidade da isoterma *liquidus* em função da posição, apresentando um comportamento já esperado no qual a velocidade é alta nas posições mais próximas à base refrigerada e diminui à medida que a isoterma *liquidus* se afasta dessa base. Tal comportamento, como já mencionado, ocorre por conta das maiores taxas de resfriamento nas posições iniciais e às menores taxas com o decorrer do processo e o aumento da quantidade de material solidificado.



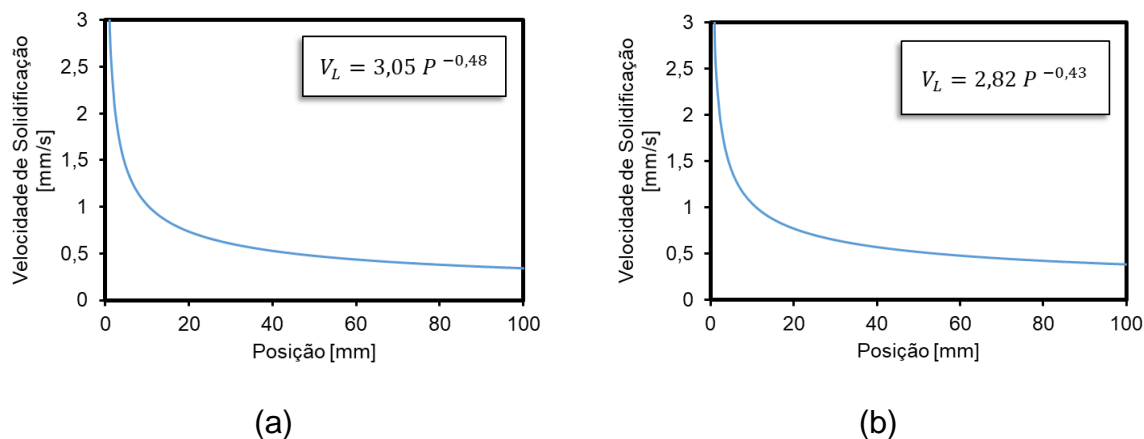


Figura 55 – Gráfico da velocidade da isoterma liquidus versus a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.

A Figura 56 apresenta uma comparação entre as curvas obtidas para velocidade da isoterma *liquidus* em função da posição para as ligas binária e ternária, no qual nota-se um perfil muito parecido para ambas, principalmente nas posições mais próximas à base refrigerada. Com o afastamento da base, pode-se observar uma tendência na qual a liga ternária fica acima da binária, sugerindo que a adição do Bi pode ter proporcionado um contato metal/molde melhor. Uma vez que o bismuto possui um baixo ponto de fusão, ele permanece líquido mais tempo e pode ter se deslocado para a parte inferior do lingote devido à gravidade preenchendo regiões que não foram preenchidas com a solidificação do alumínio e do cobre, favorecendo a extração de calor, resultando em velocidades de solidificação maiores. É válido citar que a adição de bismuto à liga Al-Cu com o objetivo de melhorar o contato metal/molde durante o processo de solidificação permanece não relatado na literatura aberta.

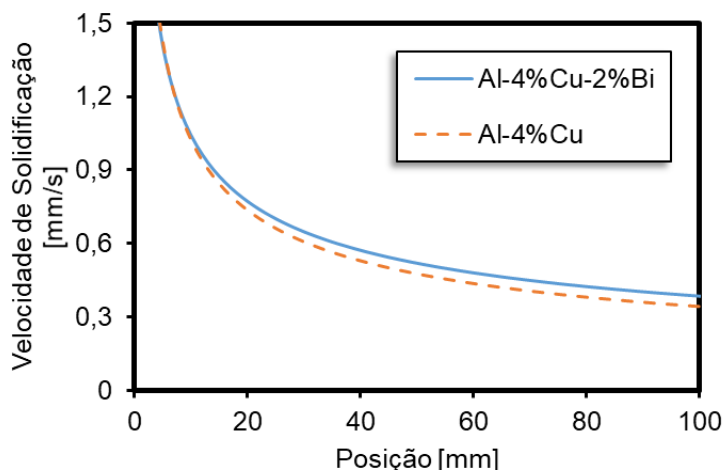


Figura 56 – Comparação da velocidade da isoterma *liquidus* versus a posição das ligas.

### 4.3.3 Tempo de Solidificação Local

A Figura 57 traz o tempo de solidificação local em função da posição para as ligas binária e ternária. Como citado anteriormente, o tempo de solidificação local é a diferença entre os tempos necessários para que, em cada posição, a temperatura atingisse a temperatura *liquidus* e a temperatura *solidus*. Vale destacar que, por efeitos de comparação, a temperatura *solidus* considerada na análise foi a partir da linha *solidus* correspondente nos dois diagramas de fase (das ligas binária e ternária). A Tabela 8 mostra as funções do tempo de solidificação local versus a posição.

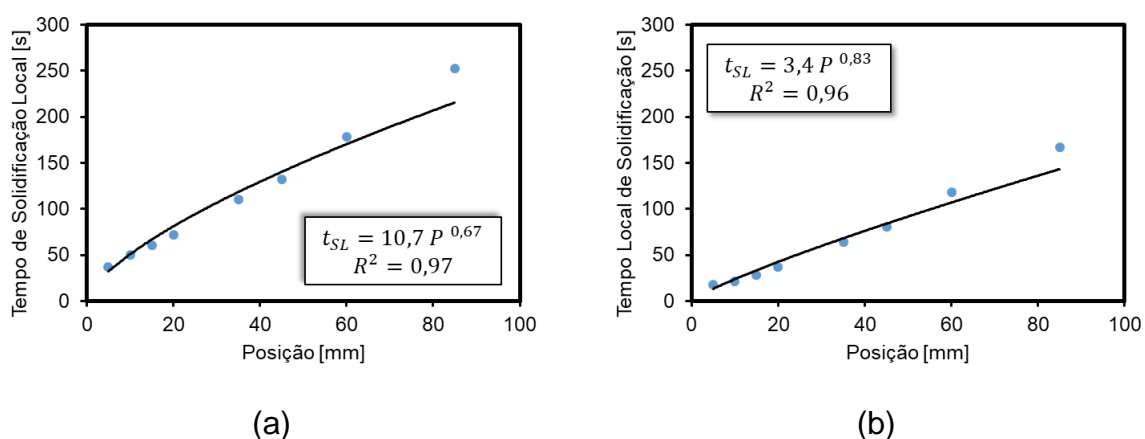


Figura 57 – Gráfico do tempo de solidificação local versus a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.

Tabela 8 - Equações do tempo de solidificação local em função da posição.

Liga	Equação $t_{SL} = f(P)$	R <sup>2</sup>
Al-4%Cu	$t_{SL} = 10,695 P^{(0,676)}$	0,970
Al-4%Cu-2%Bi	$t_{SL} = 3,443 P^{(0,839)}$	0,964

É possível notar que ambas as funções potência de ajuste possuem uma boa concordância para as duas ligas. Observa-se ainda que o comportamento do tempo de solidificação local é semelhante para ambas as ligas, no qual o mesmo aumenta à medida que a distância da base refrigerada cresce.

A Figura 58 traz uma comparação entre as curvas obtidas para ambas as ligas do tempo de solidificação local em função a posição. Vê-se que a curva da liga ternária fica abaixo da binária, ou seja, pode-se dizer que a adição de 2% de bismuto à liga binária Al-4%Cu diminui os tempos locais de solidificação local. Esse fato pode ser explicado pela menor temperatura *liquidus* e maior temperatura *solidus* experimentais encontradas na liga Al-4%Cu-2%Bi em comparação com a liga Al-4%Cu, que diminuiu o intervalo de solidificação e consequentemente o tempo de solidificação local. Além disso, as maiores velocidades de solidificação encontradas para a liga ternária também contribuem para tempos locais de solidificação menores. A Tabela 9 exhibe os tempos necessários para que fossem atingidas as temperaturas *liquidus* e *solidus* de cada uma das ligas, bem como seus respectivos tempos de solidificação local.

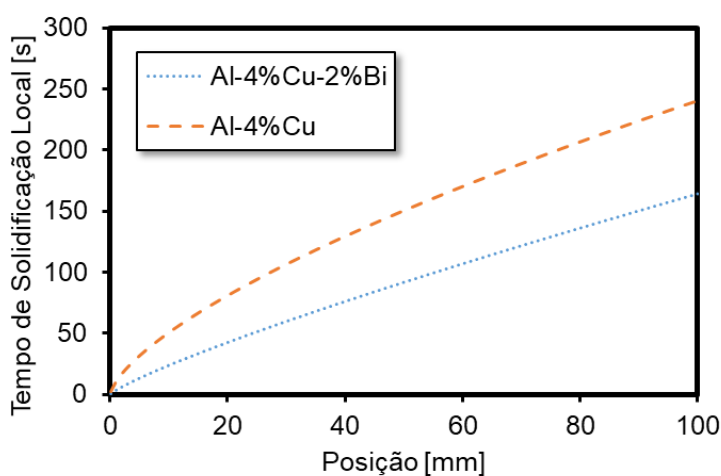


Figura 58 - Comparação do tempo de solidificação local versus a posição das ligas.

Tabela 9 – Tempo de passagem da  $T_L$  e  $T_S$ , e o  $t_{SL}$ , para ambas as ligas em todas as posições analisadas.

Liga	Al-4%Cu			Al-4%Cu-2%Bi		
Posição (mm)	Tempo para $T_L$ (s)	Tempo para $T_S$ (s)	$t_{SL}$ (s)	Tempo para $T_L$ (s)	Tempo para $T_S$ (s)	$t_{SL}$ (s)
5	2,91	40,27	37,36	3,22	20,58	17,36
10	6,58	56,65	50,07	5,99	27,55	21,57
15	10,67	71,36	60,69	10,09	38,50	28,41
20	15,27	86,69	71,42	17,13	53,81	36,68
35	41,16	151,16	110,00	39,89	103,45	63,56
45	62,01	193,64	131,63	56,52	136,99	80,48
60	99,37	277,68	178,31	59,53	177,77	117,84
85	166,40	419,10	252,70	162,48	329,45	166,97

#### 4.3.4 Taxa de Resfriamento

A Figura 59 mostra a taxa de resfriamento em função da posição para a liga binária e ternária. O comportamento apresentado para ambas as ligas é semelhante, no qual a taxa de resfriamento é alta nas posições mais próximas à base refrigerada, devido ao sistema de refrigeração à base de água, e diminuiu à medida que a distância da base aumente como consequência do aumento do volume de metal solidificado à medida em que o processo de solidificação avança. A Tabela 10 traz as equações da taxa de resfriamento em função da posição para as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi.

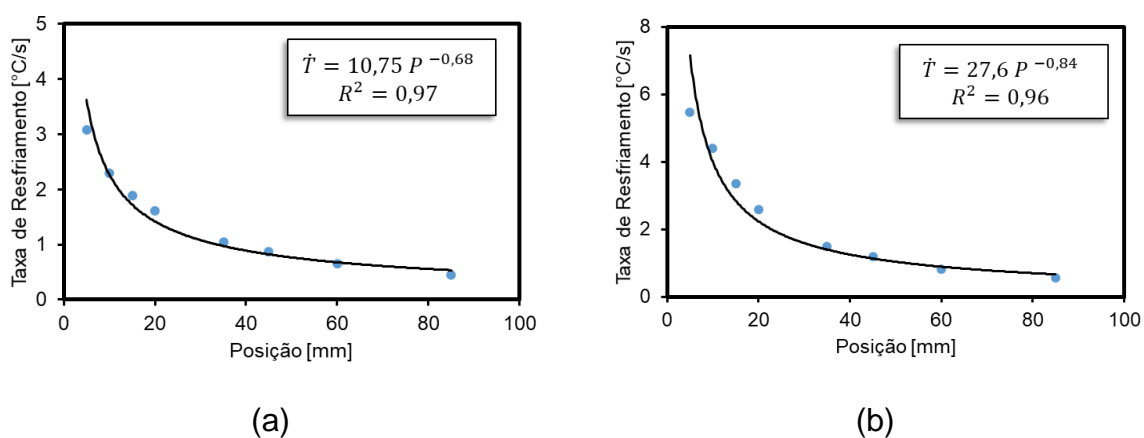


Figura 59 - Gráficos da taxa de resfriamento versus a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi

Tabela 10 - Equações da taxa de resfriamento em função da posição.

Liga	Equação $\dot{T} = f(P)$	R <sup>2</sup>
Al-4%Cu	$\dot{T} = 10,75 P^{(-0,68)}$	0,970
Al-4%Cu-2%Bi	$\dot{T} = 27,6 P^{(-0,84)}$	0,964

A Figura 60 mostra uma comparação entre as ligas para a taxa de resfriamento versus a posição, onde é possível observar que a liga ternária apresenta valores de taxa de resfriamento maiores que para a liga binária, principalmente nas posições mais próximas à base refrigerada, mostrando a influência da adição do bismuto à liga binária. Estes resultados sugerem, como previamente comentado, que a adição do bismuto pode ter favorecido a extração de calor devido a um aumento do contato entre a interface metal/molde.

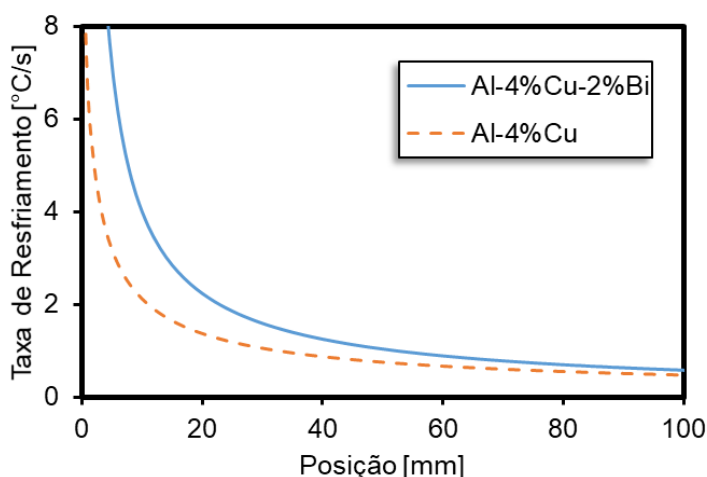


Figura 60 – Comparação da taxa de resfriamento versus a posição das ligas.

#### 4.3.5 Gradiente Térmico

A Figura 61 apresenta o gráfico do gradiente térmico versus a posição para as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi, onde observa-se um comportamento semelhante para ambas as ligas no qual o gradiente térmico diminui à medida que aumenta-se a distância a partir da base refrigerada ( $G_L = \dot{T}/V_L$ ). Pela relação do gradiente térmico com a velocidade da isoterma *liquidus* e a taxa de resfriamento, o comportamento é esperado e reflete o aumento do volume de metal solidificado com o decorrer do

processo. A Tabela 11 mostra as equações do gradiente térmico em função da posição para ambas as ligas.

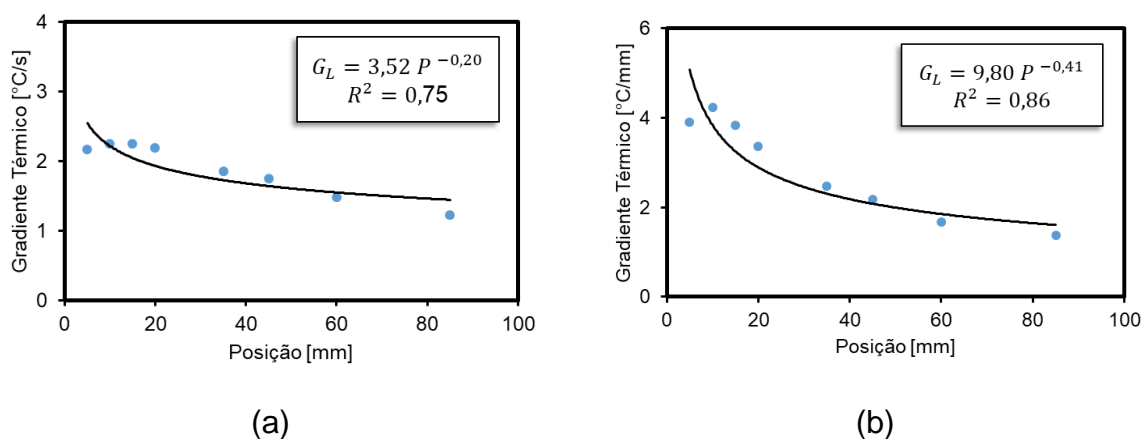


Figura 61 – Gráficos do gradiente térmico versus a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.

Tabela 11 - Equações do gradiente térmico em função da posição.

Liga	Equação $G_L = f(P)$	$R^2$
Al-4%Cu	$G_L = 3,52 P^{(-0,20)}$	0,746
Al-4%Cu-2%Bi	$G_L = 9,80 P^{(-0,41)}$	0,864

A Figura 62 mostra uma comparação entre as ligas para o gradiente térmico versus a posição, onde é possível perceber que a adição de Bi à liga binária causa um aumento nos valores do gradiente térmico nas posições mais próximas à base refrigerada.

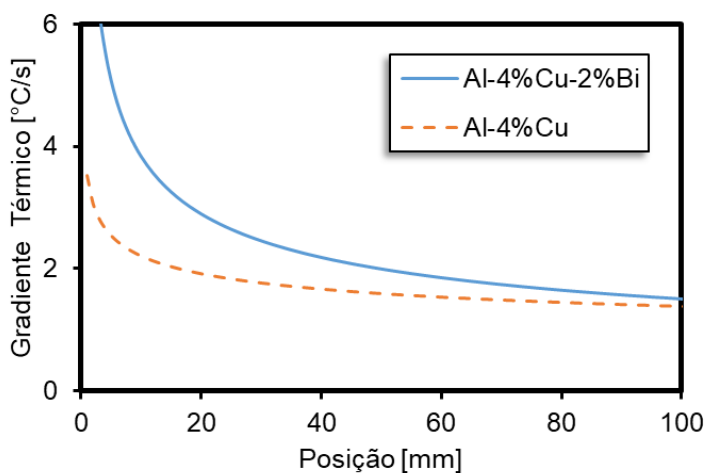


Figura 62 - Comparação do gradiente térmico versus a posição das ligas.

#### 4.4 Caracterização da Macroestrutura

A Figura 63 apresenta as macroestruturas obtidas após o processo de solidificação direcional vertical ascendente para as ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi, com temperatura de vazamento cerca de 5% acima da temperatura *liquidus*. Cabe destacar que a Figura 63 (a) foi retirada do trabalho de Chrisóstimo (2019).

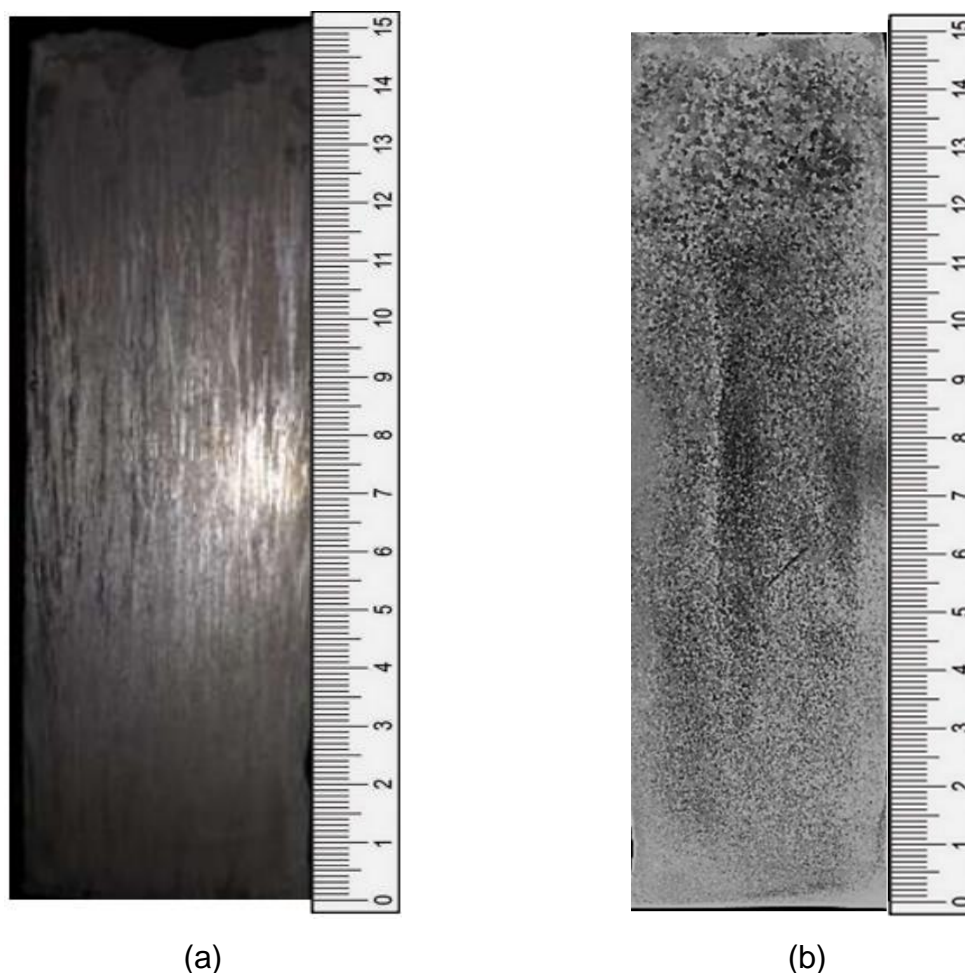


Figura 63 – Macroestrutura para a) liga binária Al-4%Cu e b) ternária Al-4%Cu-2%Bi.

É possível observar que a macroestrutura apresentada pela liga ternária foi predominantemente equiaxial, indicando que neste caso o calor fluiu a partir do cristal dentro do metal fundido, caracterizando um crescimento multidirecional. Enquanto que para a liga binária, a macroestrutura colunar foi observada, indicando que o calor fluiu a partir do metal superaquecido no sólido resfriado, caracterizando um crescimento unidirecional. Tal estrutura prevaleceu ao longo do comprimento do lingote, com uma transição colunar-equiaxial no topo do lingote.

Entende-se que a adição do bismuto somado a uma temperatura de vazamento relativamente baixa tenha desfavorecido a formação da estrutura colunar.

Garcia (2007) destaca em sua obra que o aumento da temperatura de vazamento e a diminuição do teor de soluto aumentam o comprimento da zona colunar. Nesse contexto, entende-se que a adição do soluto Bi tenha sido determinante para a obtenção de uma macroestrutura equiaxial.

Resultado similar com relação a macroestrutura da liga ternária foi obtido por Moura (2020). Ao realizar alguns processos de solidificação direcional vertical descendente refrigerado a água em ligas ternárias de Al-2%Bi com 3% e 5% de Cu, foi observado a ocorrência de macroestrutura equiaxiais com temperaturas de vazamento de 10% e 20% maiores que a temperatura *liquidus*, para ambas as composições. A macroestrutura colunar só foi observada ao adicionar gelo à água de refrigeração (que implica em maiores taxas de resfriamento) com temperatura de vazamento 20% acima da temperatura *liquidus*.

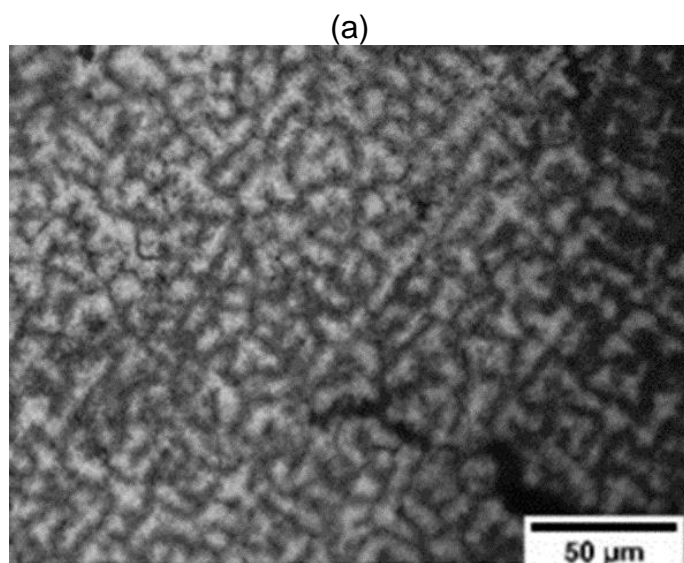
#### **4.5. Caracterização da Microestrutura**

A caracterização da microestrutura foi feita a partir de análises de microscopia ótica das seções transversais das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi. Assim como na caracterização da macroestrutura, as imagens das micrografias apresentadas para a liga Al-4%Cu foram obtidas a partir do trabalho de Chrisóstimo (2019) para um superaquecimento de 5% (Temperatura de Vazamento 5% acima da TL).

As

Figura 64, Figura 65, Figura 66, Figura 67, Figura 68, Figura 69, Figura 70 e Figura 71 são apresentadas as micrografias de ambas as ligas analisadas em cada uma das posições, além de informações referentes às características microestruturas como os espaçamentos dendríticos terciários e variáveis térmicas.



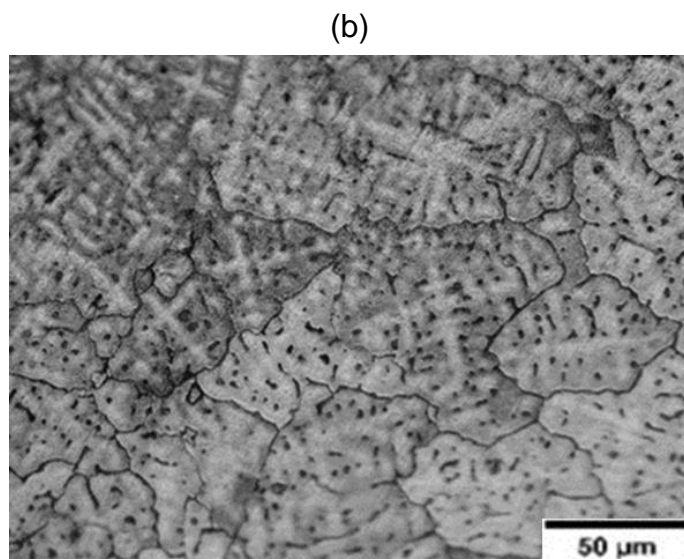


$$\lambda_3 = 13,2 \mu\text{m}, IC_{95\%} (12,0 - 14,4)$$

$$V_L = 1,11 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 3,07 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 2,17 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$



$$\lambda_3 = 7,7 \mu\text{m}, IC_{95\%} (7,4 - 8,0)$$

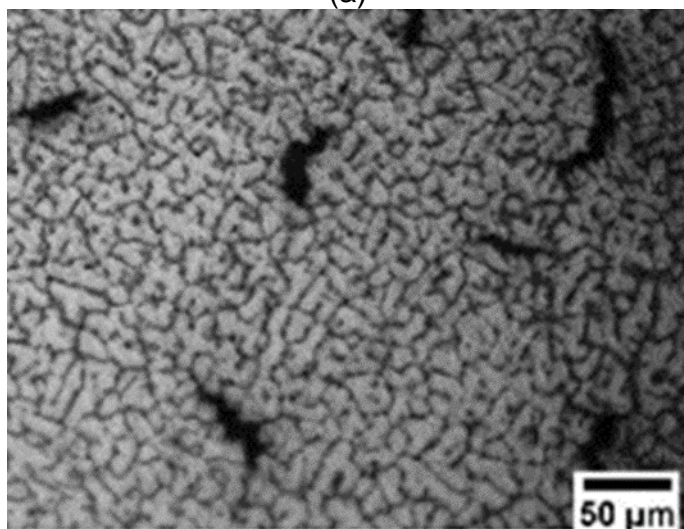
$$V_L = 1,14 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 5,47 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 3,90 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$

Figura 64 – Microestruturas na posição de 5 mm para uma escala de 50  $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi.

(a)



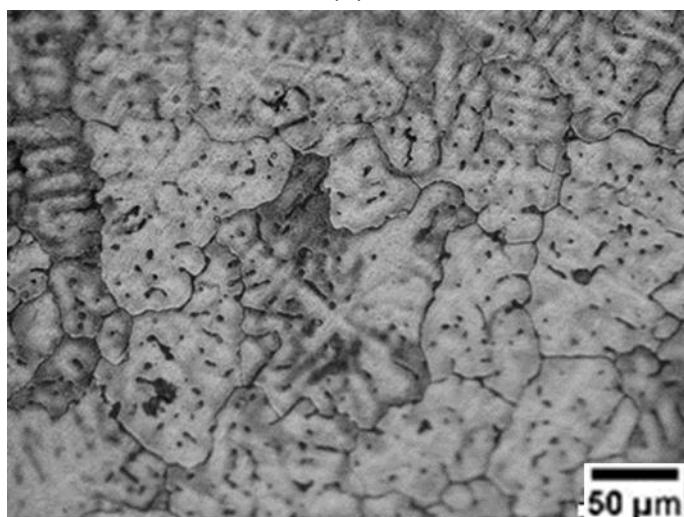
$$\lambda_3 = 24,7 \mu\text{m}, IC_{95\%} (21,2 - 28,2)$$

$$V_L = 0,89 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 2,30 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 2,25 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$

(b)



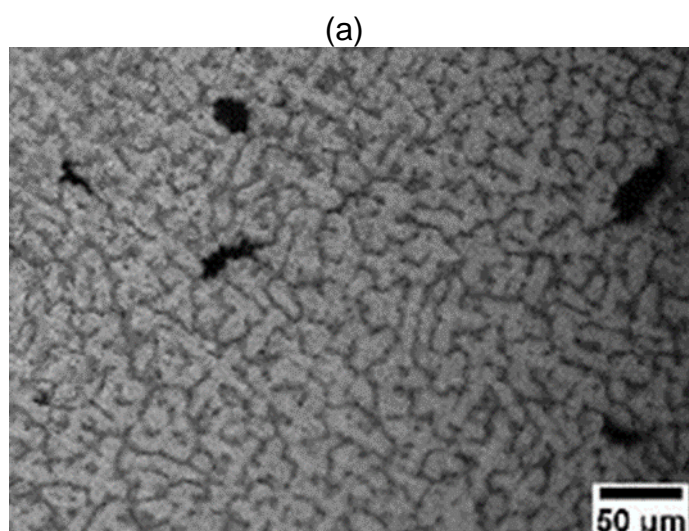
$$\lambda_3 = 8,8 \mu\text{m}, IC_{95\%} (8,6 - 9,1)$$

$$V_L = 0,92 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 4,41 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 4,23 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$

Figura 65 – Microestruturas na posição de 10 mm para uma escala de 50 μm. a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi.

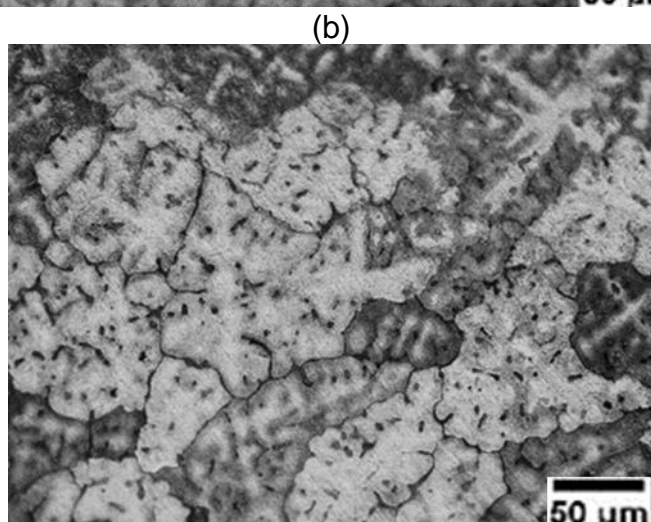


$$\lambda_3 = 26,3 \mu\text{m}, IC_{95\%} (23,9 - 28,7)$$

$$V_L = 0,78 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 1,89 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 2,24 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$



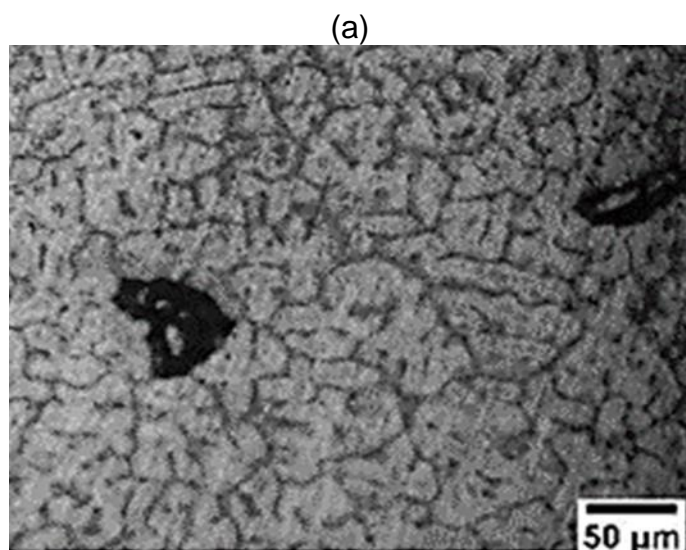
$$\lambda_3 = 12,3 \mu\text{m}, IC_{95\%} (11,6 - 13,0)$$

$$V_L = 0,82 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 3,34 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 3,83 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$

Figura 66 – Microestruturas na posição de 15 mm para uma escala de 50  $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi.

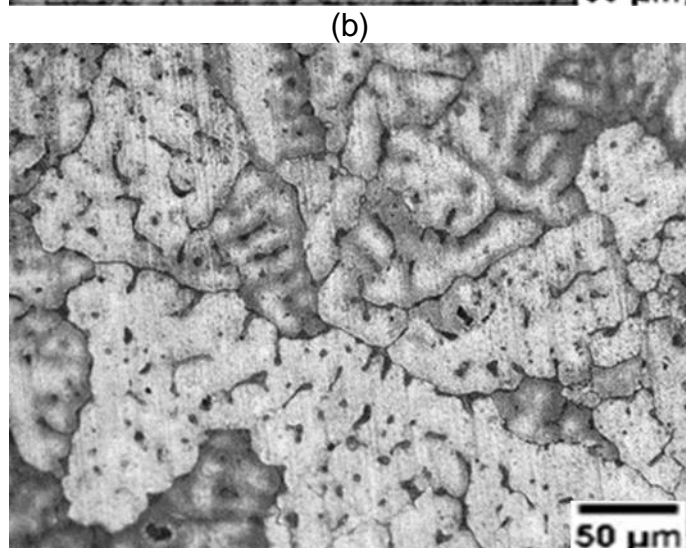


$$\lambda_3 = 32,5 \mu\text{m}, IC_{95\%} (29,0 - 36,1)$$

$$V_L = 0,71 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 1,61 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 2,29 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$



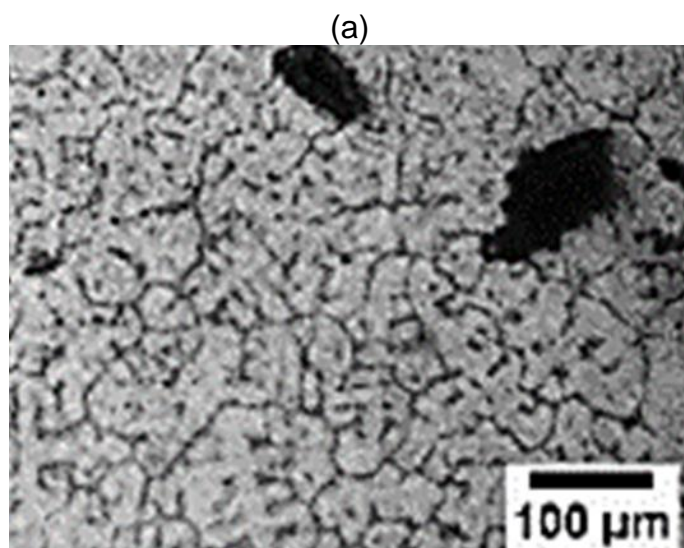
$$\lambda_3 = 13,3 \mu\text{m}, IC_{95\%} (12,8 - 13,8)$$

$$V_L = 0,75 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 2,59 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 3,36 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$

Figura 67 – Microestruturas na posição de 20 mm para uma escala de 50  $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi.

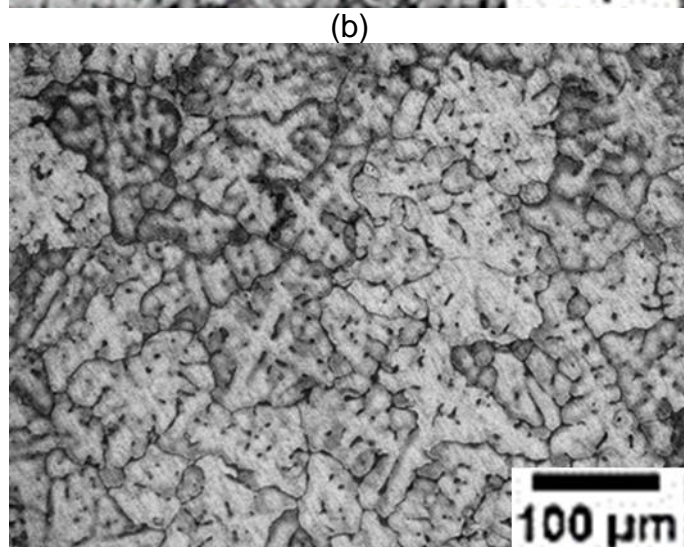


$$\lambda_3 = 39,9 \mu\text{m}, IC_{95\%} (37,8 - 42,0)$$

$$V_L = 0,59 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 1,05 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 1,85 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$



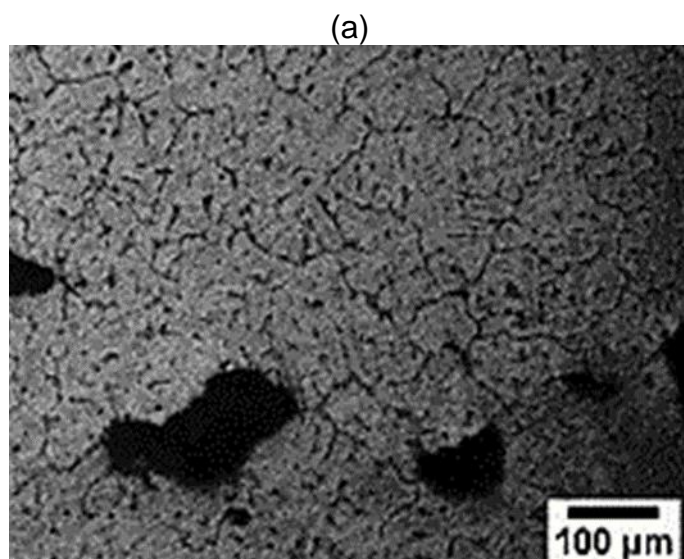
$$\lambda_3 = 17,1 \mu\text{m}, IC_{95\%} (16,8 - 17,4)$$

$$V_L = 0,63 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 1,50 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 2,47 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$

Figura 68 – Microestruturas na posição de 35 mm para uma escala de 50  $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi.

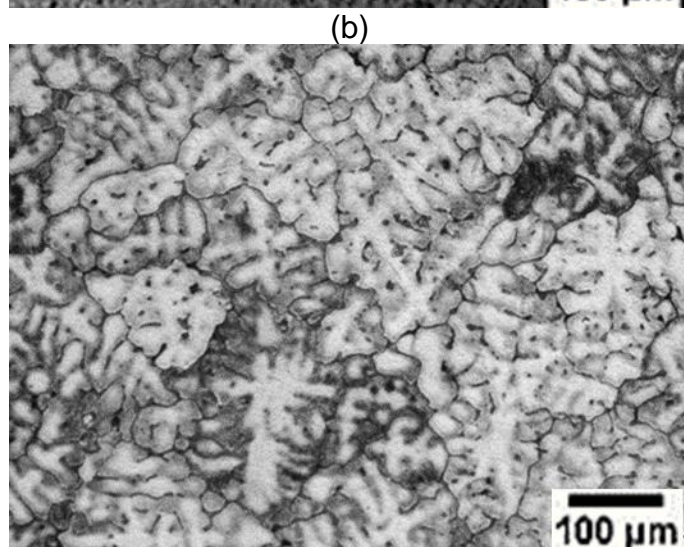


$$\lambda_3 = 38,2 \mu\text{m}, IC_{95\%} (34,7 - 41,7)$$

$$V_L = 0,55 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 0,87 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 1,75 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$



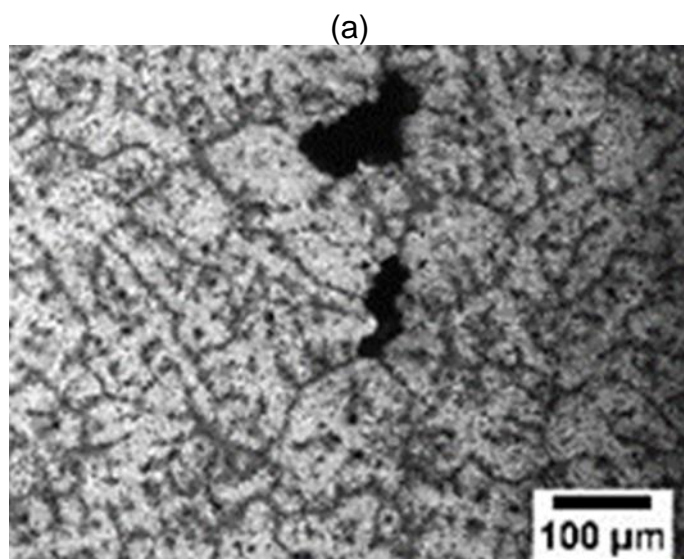
$$\lambda_3 = 19,8 \mu\text{m}, IC_{95\%} (19,1 - 20,5)$$

$$V_L = 0,59 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 1,18 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 2,17 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$

Figura 69 – Microestruturas na posição de 45 mm para uma escala de 50  $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%B.

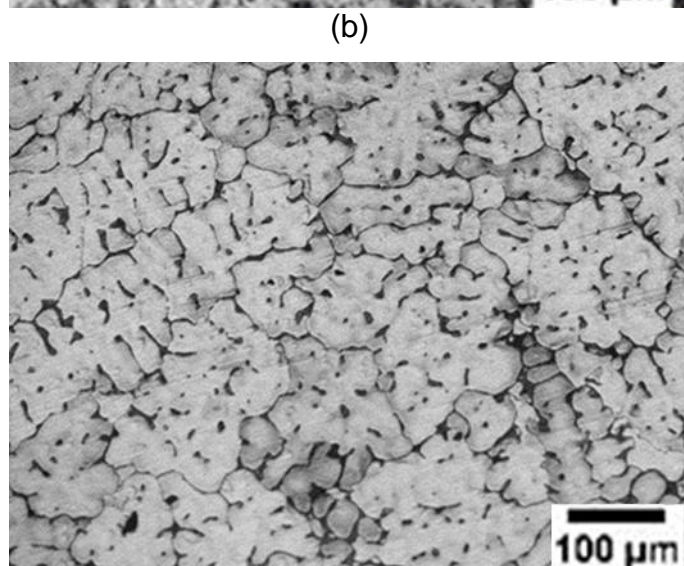


$$\lambda_3 = 54,2 \mu\text{m}, IC_{95\%} (50,5 - 57,8)$$

$$V_L = 0,50 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 0,64 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 1,48 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$



$$\lambda_3 = 23,3 \mu\text{m}, IC_{95\%} (21,3 - 21,6)$$

$$V_L = 0,54 \text{ mm/s}$$

$$\dot{T} = 0,81 \text{ }^\circ\text{C/s}$$

$$G_L = 1,68 \text{ }^\circ\text{C/mm}$$

Figura 70 – Microestruturas na posição de 60 mm para uma escala de 50  $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi.

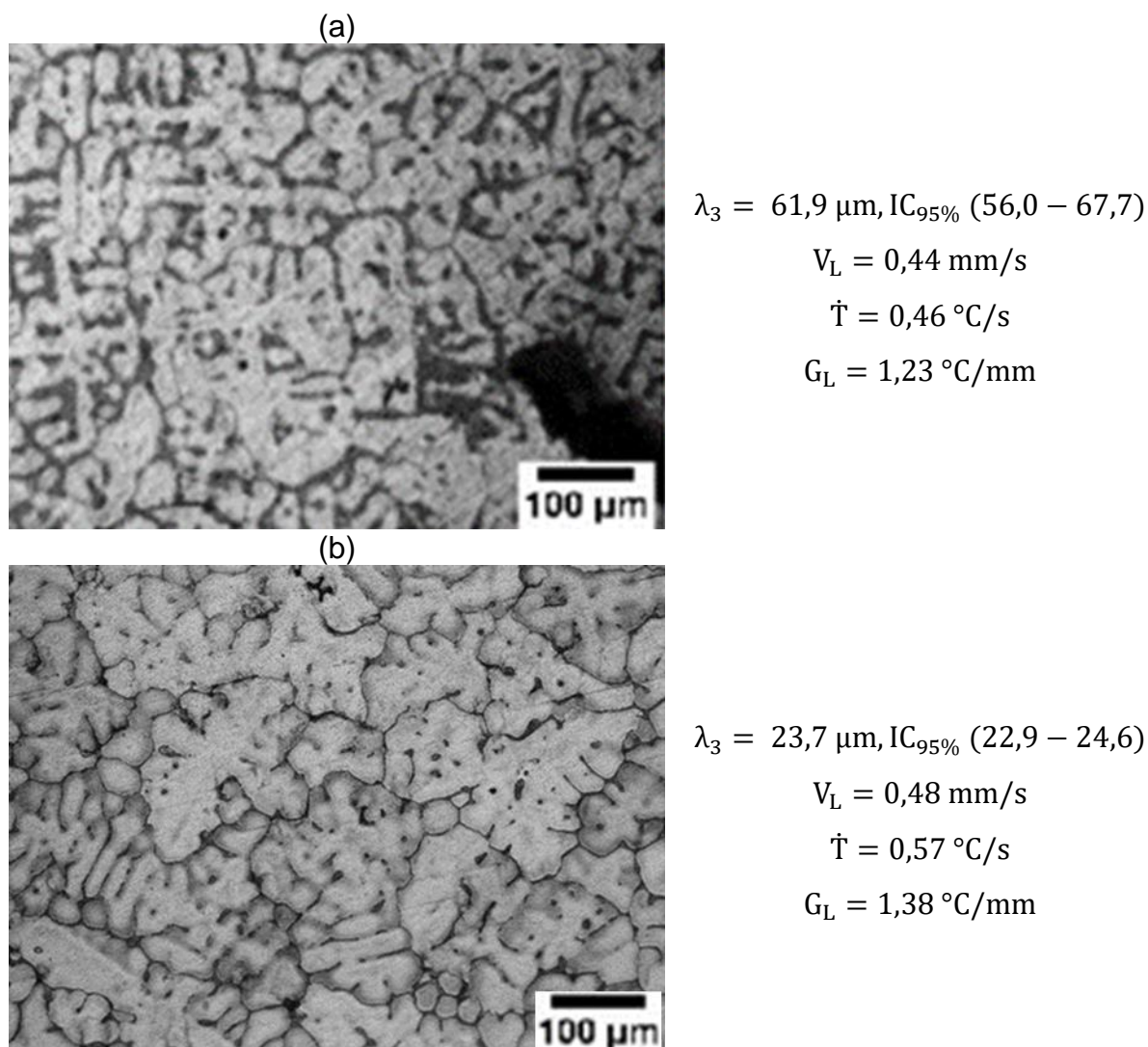


Figura 71 – Microestruturas na posição de 85 mm para uma escala de 50  $\mu\text{m}$ . a) liga Al-4%; b) liga Al-4%Cu-2%Bi.

Observando as micrografias obtidas, percebe-se que tanto para a liga binária quanto para a liga ternária a microestrutura dendrítica foi predominante para todo o comprimento do lingote. Além disso, é evidente a ocorrência de braços dendríticos terciários em todas as posições analisadas, bem como o aumento das dimensões das dendritas à medida em que se afasta da base refrigerada e uma menor taxa de resfriamento está presente.

Destaque-se ainda que em todas as posições e para ambas as ligas analisadas é possível notar regiões mais escuras entre as ramificações dendríticas, região essa caracterizada por conter os solutos segregados durante o processo de solidificação. Para a liga binária, tal região é formada por uma mistura eutética de duas



fases sólidas ( $\alpha$ -Al+Al<sub>2</sub>Cu), conforme pode ser visto na Figura 46, enquanto que para a liga ternária essa região interdendrítica é formada por três fases sólidas ( $\alpha$ -Al+Al<sub>2</sub>Cu+Bi), conforme visto na Figura 47. Segundo REYES et al., 2018, a fase primária  $\alpha$ -Al (rica em Al) solidifica primeiro, seguida pela nucleação de partículas lamelares de Al<sub>2</sub>Cu que agem como sites de nucleação heterogêneas para a fase Bi.

Pode-se notar também que, diferente das amostras analisadas da liga Al-4%Cu, microporos não foram observados para a liga Al-4%Cu-%Bi, indicando a influência da adição do bismuto neste aspecto. Sabe-se que o bismuto, diferente do cobre do alumínio, é um material que se expande ao se solidificar (OHNO<sup>2</sup>, 1988 apud FREITAS, 2016). Considerando que os microporos observados na liga Al-Cu são formados devido à contração, uma vez que possuem um formato irregular (DANTAS, 2022), é possível que o bismuto tenha inibido a ocorrência de poros por contração devido a sua propriedade de expandir ao solidificar-se. Essa é uma possibilidade que carece de investigação e não foi observada na literatura aberta trabalhos que estudem a adição do bismuto à ligas Al-Cu com o objetivo de reduzir a ocorrência de poros.

O estudo sobre a ocorrência de microporos em ligas de alumínio é um caso à parte que envolve uma área específica de estudo sobre os defeitos originados da solidificação, e não é o objetivo deste trabalho avaliar tal aspecto. No entanto, cabe ressaltar alguns trabalhos que analisaram a microporosidade em ligas de alumínio, como Melo (1996) e Boeira (2006) para a liga Al-Cu, Gomes (2012) para a liga Al-Cu-Si, e Dantas (2022) para a liga de Al-Fe.

#### **4.6. Correlação entre Características Microestruturais e Variáveis**

##### **Térmicas**

Com a obtenção das variáveis térmicas ao longo do comprimento do lingote, bem como a caracterização das microestruturas através da medição dos espaçamentos dendríticos terciários, é possível fazer uma correlação entre essas informações capaz de indicar tendências e comportamentos das microestruturas em função dos parâmetros térmicos da solidificação. Dessa forma, o espaçamento dendrítico terciário medido em cada uma das posições foi correlacionado com a velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico também

---

<sup>2</sup> ONHO, A. Solidificação dos Metais. São Paulo, SP: LCTE, 1988.

determinados em cada uma das posições, para ambas as ligas analisadas no presente estudo.

A Figura 72 mostra a relação entre o espaçamento dendrítico terciário em função da posição para cada uma das ligas em estudo. Apresenta-se também as funções potência de ajuste e o fator  $R^2$ . Verifica-se uma clara tendência em ambas as ligas, no qual o espaçamento dendrítico terciário tende a aumentar à medida em que a posição aumenta, ou seja, à medida que em que afasta-se da base refrigerada. Esse é um comportamento esperado e está relacionado com as variáveis térmicas possuírem valores mais altos próximos à base, fazendo com que a microestrutura seja mais refinada uma vez que possui menos tempo para se desenvolver. A Tabela 12 mostra as equações do EDT em função da posição.

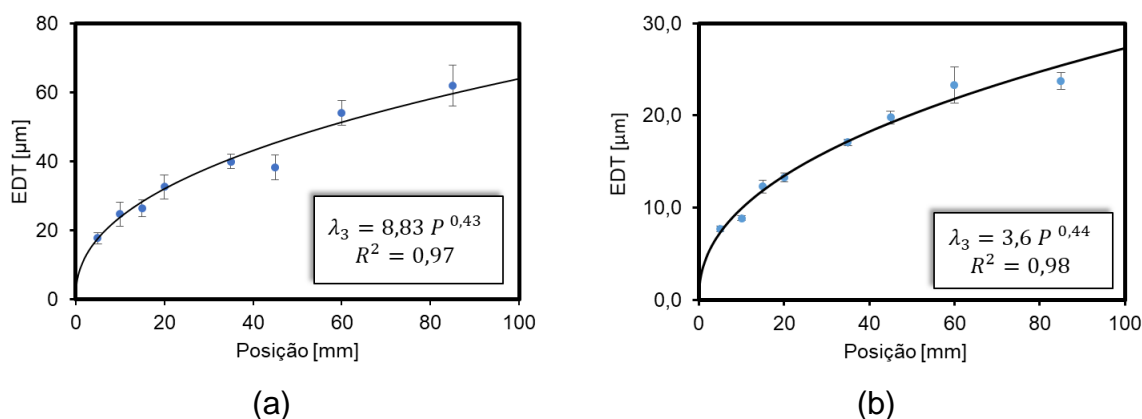


Figura 72 – Relação entre espaçamento dendrítico terciário e a posição das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.

Tabela 12 – Equações do espaçamento dendrítico terciário em função da posição.

Liga	Equação $\lambda_3 = f(P)$	$R^2$
Al-4%Cu	$\lambda_3 = 8,83 P^{(0,43)}$	0,973
Al-4%Cu-2%Bi	$\lambda_3 = 3,6 P^{(0,44)}$	0,986

Ao observar a Figura 73, que apresenta a função potência de ajuste das duas ligas, percebe-se que a adição de bismuto à liga binária fez com que o espaçamento dendrítico terciário ficasse em patamares menores. Verifica-se que esta diferença entre os valores de EDT para as liga é devido aos maiores valores das variáveis térmicas (velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico) encontrados para a liga ternária em comparação com a liga binária. Além disso, vale

citar que apesar da diferença no tamanho do espaçamento dendrítico terciário entre as ligas, o perfil da função de ajuste é muito parecido, sendo evidenciado pelo expoente apresentado de 0,43 para a liga Al-Cu e 0,44 para a liga Al-Cu-Bi.

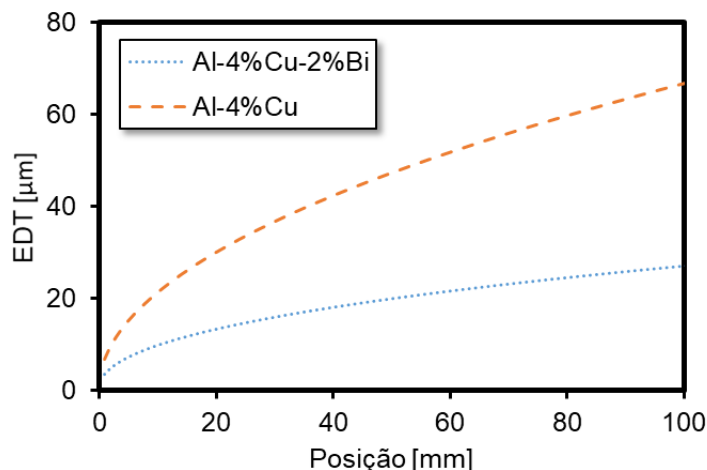


Figura 73 – Comparação das funções de ajuste da relação entre o espaçamento dendrítico terciário e a posição das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi

A relação entre o espaçamento dendrítico terciário e a velocidade de solidificação é mostrado na Figura 74, bem como as funções potência e o fator  $R^2$  correspondentes para as ligas binária e terciária. É possível perceber que ambas as possuem o mesmo comportamento, no qual o espaçamento dendrítico terciário tende a diminuir à medida em que a velocidade de solidificação aumenta. A Tabela 13 mostra as equações do EDT em função da velocidade de solidificação.

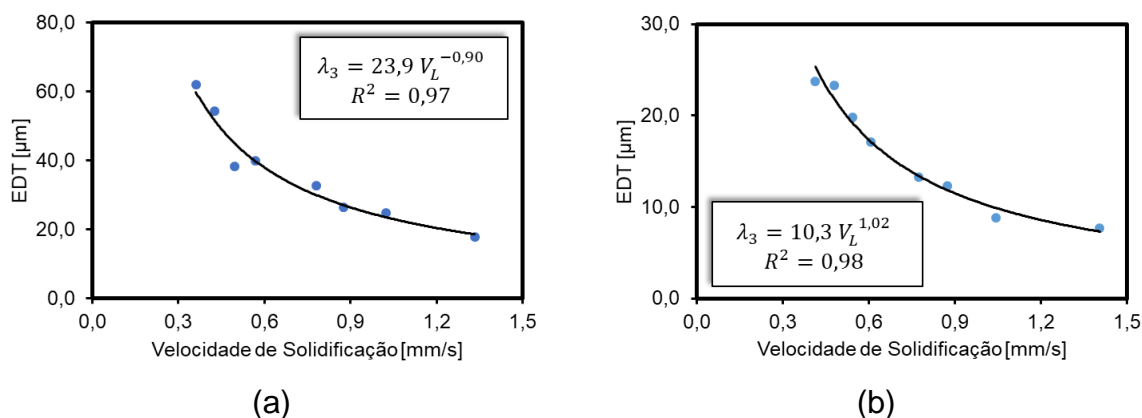


Figura 74 – Relação entre espaçamento dendrítico terciário e a velocidade de solidificação das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.

Tabela 13 – Equações do espaçamento dendrítico terciário em função da velocidade de solidificação.

Liga	Equação $\lambda_3 = f(V_L)$	R <sup>2</sup>
Al-4%Cu	$\lambda_3 = 23,9 V_L^{(-0,90)}$	0,974
Al-4%Cu-2%Bi	$\lambda_3 = 10,3 V_L^{(-1,02)}$	0,981

Vê-se ainda, a partir da Figura 75, que a adição de 2% em massa de bismuto à liga Al-4%Cu fez com que o espaçamento dendrítico terciário apresentasse valores menores. Além disso, vê-se que o perfil das funções de ajuste encontrados para as ligas é relativamente parecido, com expoente de -0,90 para liga binária e -1,02 para liga ternária.

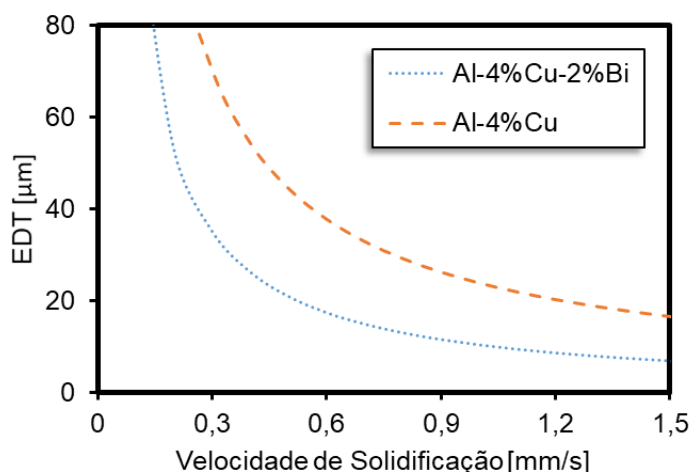


Figura 75 – Comparação das funções de ajuste da relação entre o espaçamento dendrítico terciário e a velocidade de solidificação das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi

Na Figura 76 é mostrado o espaçamento dendrítico terciário em função da taxa de resfriamento para ambas as ligas. Além disso, apresenta-se também a função potência de ajuste e o fator R<sup>2</sup> correspondentes. É notável que há uma semelhança no comportamento das duas ligas, com o espaçamento dendrítico terciário diminuindo com o aumento da taxa de resfriamento. A Tabela 14 mostra as equações do EDT em função da taxa de resfriamento.

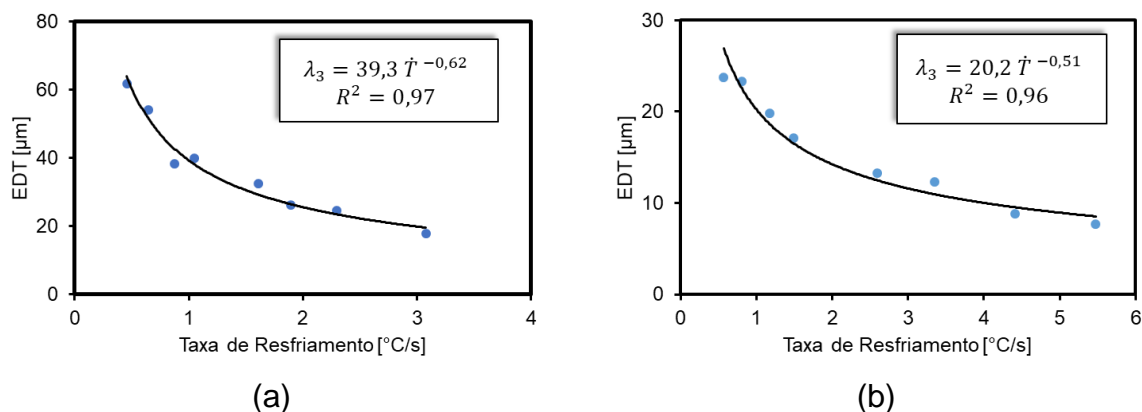


Figura 76 – Relação entre espaçamento dendrítico terciário e a taxa de resfriamento das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.

Tabela 14 – Equações do espaçamento dendrítico terciário em função da taxa de resfriamento.

Liga	Equação $\lambda_3 = f(\dot{T})$	$R^2$
Al-4%Cu	$\lambda_3 = 39,3 \dot{T}^{-0,62}$	0,973
Al-4%Cu-2%Bi	$\lambda_3 = 20,2 \dot{T}^{-0,51}$	0,962

Observa-se que as funções de ajuste apresentam um perfil relativamente próximo, com expoentes de -0,62 para liga Al-Cu e -0,51 para liga Al-Cu-Bi. Adicionalmente, verifica-se a partir da Figura 77 que a liga ternária apresentou valores de espaçamento dendrítico terciário menores do que a liga binária após a adição do bismuto.

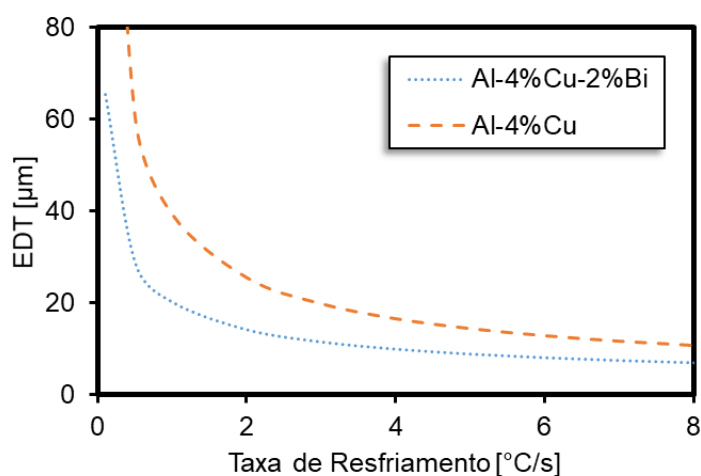


Figura 77 - Comparação das funções de ajuste da relação entre o espaçamento dendrítico terciário e a taxa de resfriamento das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi

É possível observar na Figura 78 a relação entre o espaçamento dendrítico terciário e o gradiente térmico em conjunto com as funções potência e o fator  $R^2$  para as ligas Al-Cu e Al-Cu-Bi em estudo. Verifica-se uma clara tendência para ambas as ligas, na qual o espaçamento dendrítico terciário tende a diminuir com o aumento do gradiente térmico. A Tabela 15 mostra as equações do EDT em função do gradiente térmico.

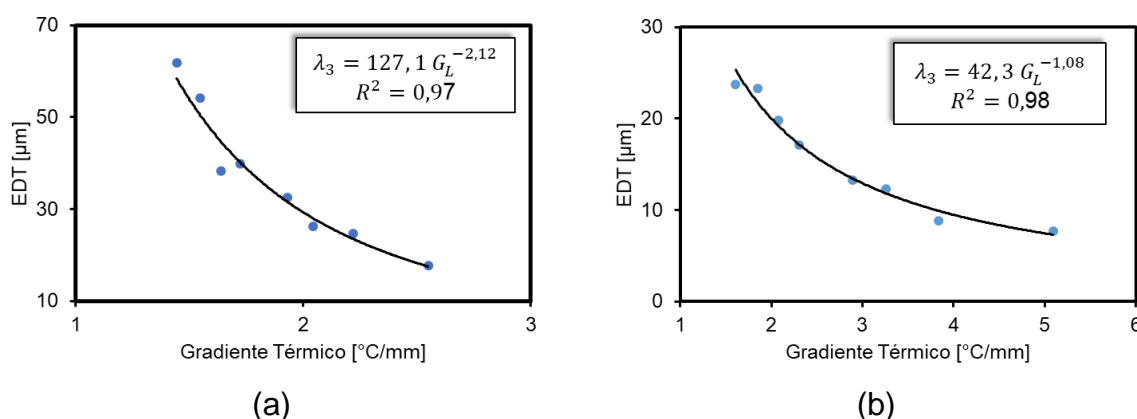


Figura 78 – Relação entre espaçamento dendrítico terciário e o gradiente térmico das ligas a) Al-4%Cu e b) Al-4%Cu-2%Bi.

Tabela 15 – Equações do espaçamento dendrítico terciário em função do gradiente térmico.

Liga	Equação $\lambda_3 = f(G_L)$	$R^2$
Al-4%Cu	$\lambda_3 = 127,1 G_L^{(-2,12)}$	0,972
Al-4%Cu-2%Bi	$\lambda_3 = 42,3 G_L^{(-1,08)}$	0,984

Com a Figura 79 é possível notar também que a adição do bismuto fez com que a liga ternária apresentasse valores menores de espaçamento dendrítico ternário quando comparados com a liga binária para um mesmo gradiente térmico.

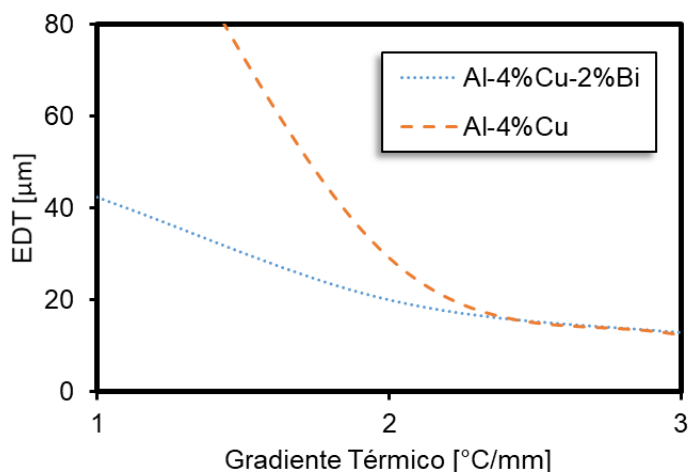


Figura 79 – Comparação das funções de ajuste da relação entre o espaçamento dendrítico terciário e o gradiente térmico das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-2%Bi

Com as correlações apresentadas para o espaçamento dendrítico terciário e as variáveis térmicas ( $V_L$ ,  $\dot{T}$ ,  $G_L$ ), é possível observar de uma maneira geral, que menores valores de EDT foram obtidos para maiores valores destes parâmetros. Este comportamento ficou de acordo com o esperado, no qual maiores valores de velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico favorecem uma microestrutura mais refinada. Além disso, ficou evidente que a liga ternária obteve valores de EDT menores quando comparados com a liga binária. Entende-se que essa diferença é reflexo dos maiores valores de variáveis térmicas ( $V_L$ ,  $\dot{T}$ ,  $G_L$ ) encontrados para a liga ternária em comparação com a liga binária.

#### 4.7. Análise de Espectroscopia por Energia Dispersiva

Como comentado na seção 3.8, o uso da técnica de EDS permitiu que a composição química de alguns pontos das amostras transversais obtidas da solidificação direcional da liga ternária Al-4%Cu-2%Bi fosse determinada. A Figura 80 mostra uma imagem retirada da posição de 5 mm, na qual o ponto (1), região mais clara, indica um local de alta concentração de bismuto. Já o ponto (2), indica a região interdendrítica na qual a concentração de cobre é maior, decorrente da segregação deste soluto ao longo do processo. E o ponto (3) caracteriza a matriz rica em alumínio. A Figura 80 também mostra a composição de cada um dos elementos que compõe a liga ternária nos pontos destacados.

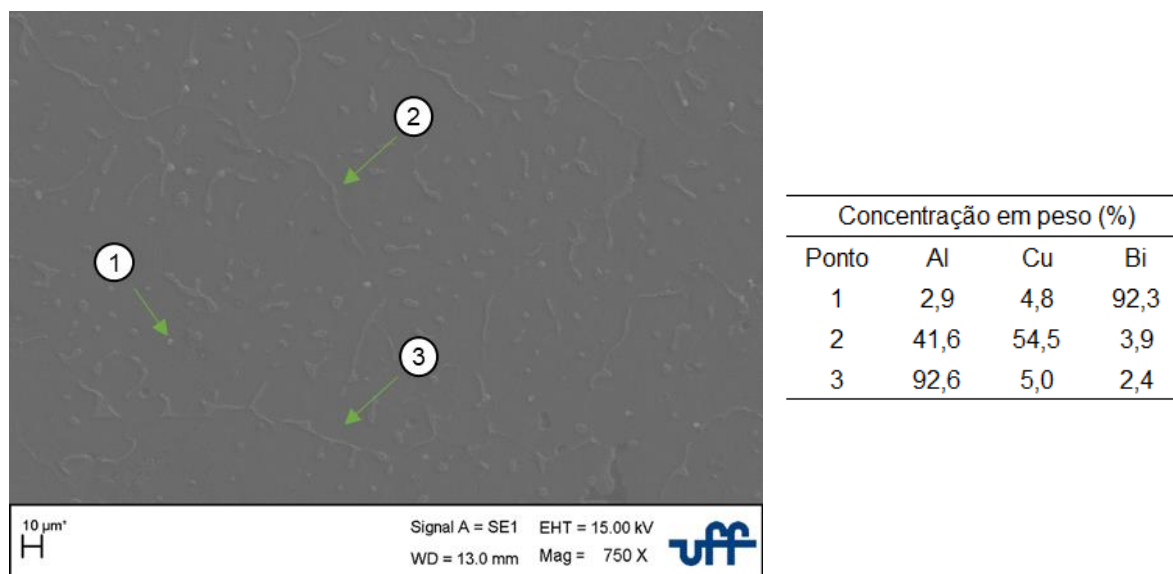


Figura 80 – Pontos analisados por EDS da posição 5 mm para liga Al-4%Cu-2%Bi.

A Figura 81 e Figura 82 apresenta a análise via EDS para as posições 35 mm e 85 mm para a liga ternária. Vale destacar que os pontos (1), (2) e (3) também representam as regiões rica em bismuto (mais clara), interdendrítica de alta concentração de cobre e rica em alumínio (matriz dendrítica), assim como para a posição de 5 mm.

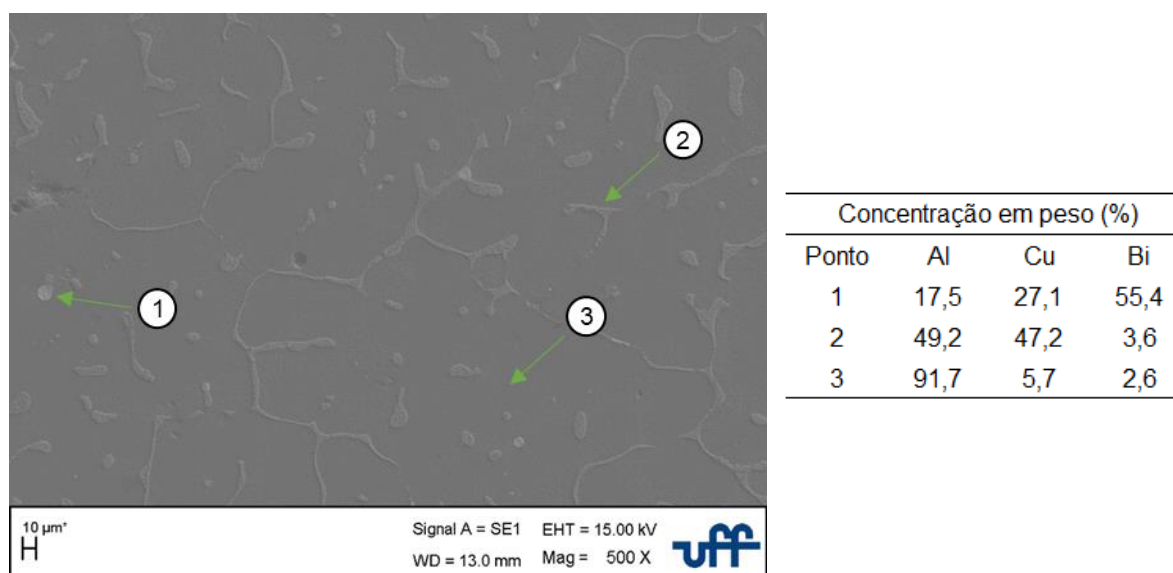


Figura 81 – Pontos analisados por EDS da posição 35 mm para liga Al-4%Cu-2%Bi.



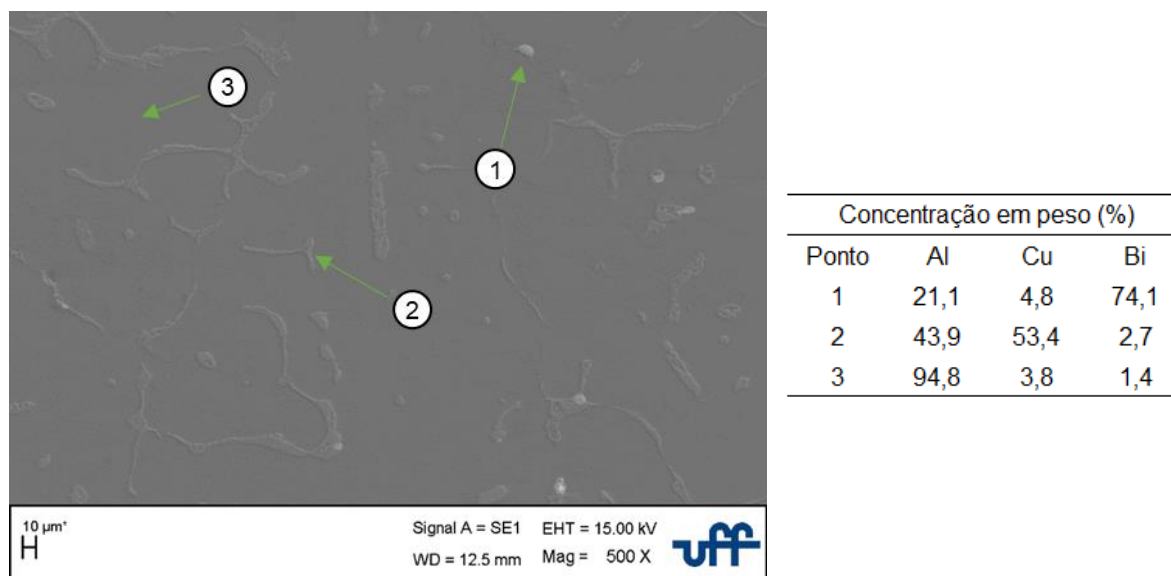


Figura 82 – Pontos analisados por EDS da posição 85 mm para liga Al-4%Cu-2%Bi.

Além disso, pode-se dizer que as figuras ajudam a confirmar o que foi previsto pelo diagrama de fase da Figura 47. A região 3 representa as dendritas, formadas pela fase  $\alpha$ -Al rica em alumínio, enquanto a região interdendrítica 2, que cerca a dendrita, é formada pelas fases sólidas  $\alpha$ -Al,  $\text{Al}_2\text{Cu}$  e Bi, com alta concentração e cobre e uma concentração considerável de bismuto, quando comparado com a concentração deste na região 3. E, por fim, a região 1 é formada por uma fase rica em Bi, que se solidifica por último e tende a ficar aprisionada na matriz dendrítica, se solidificando em forma de gotículas. Adiciona-se ainda o fato de que essa microestrutura dendrítica caracterizada pelas regiões 1, 2 e 3 citadas, foi observada ao longo de todo o comprimento analisado do lingote.

As características apresentadas estão de acordo com o esperado e com o que foi encontrado na literatura. Estudos como os de Faria (2015), Passos (2018), Christóstimo (2019), entre outros, envolvendo a solidificação direcional da liga binária de Al-Cu indicam uma microestrutura dendrítica, com a matriz dendrítica rica em alumínio e a região interdendrítica rica em cobre. E, por sua vez, estudos no contexto da solidificação direcional da liga binária Al-Bi, como Silva et al. (2009), apresentaram uma matriz rica em alumínio com o bismuto distribuído em gotículas ao longo de toda a microestrutura. Vale destacar ainda o trabalho de Moura (2020), que estudou uma liga de Al-Cu-Bi no contexto da solidificação direcional e apresentou uma microestrutura semelhante à encontrada no presente trabalho.

#### 4.8. Análise da Microsegregação

Os resultados experimentais da microsegregação de soluto para a liga ternária foram obtidos conforme descrito na seção 3.8. Com isso, foi possível realizar uma análise da microsegregação do cobre para ambas as ligas, e do bismuto para a liga Al-Cu-Bi, bem como uma comparação entre a liga ternária e a liga binária Al-Cu no que diz respeito à microsegregação do cobre.

A Figura 83 mostra a distribuição de concentração do cobre em função da fração sólida para algumas posições do lingote obtido da liga binária Al-4%Cu. Já a Figura 84 e Figura 85 apresenta o perfil de microsegregação de Cu e Bi, respectivamente, para a liga ternária Al-4%Cu-2%Bi para algumas posições do lingote solidificado.

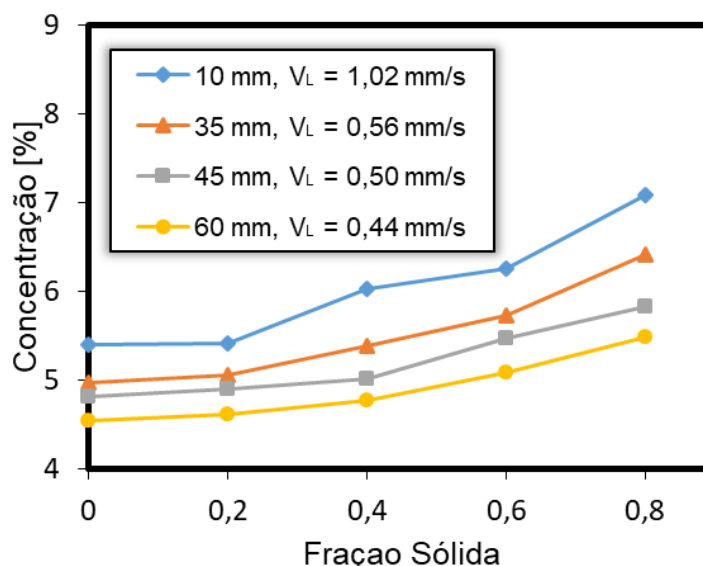


Figura 83 – Perfil de concentração de cobre em função da fração sólida para as posições de 10, 35, 45 e 60 mm da liga Al-Cu.

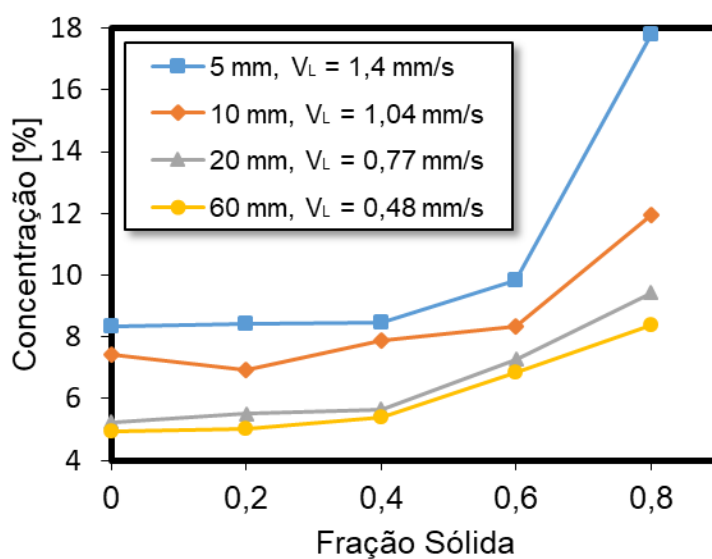


Figura 84 - Perfil de concentração de cobre em função da fração sólida para as posições de 5, 10, 20 e 60 mm da liga Al-Cu-Bi.

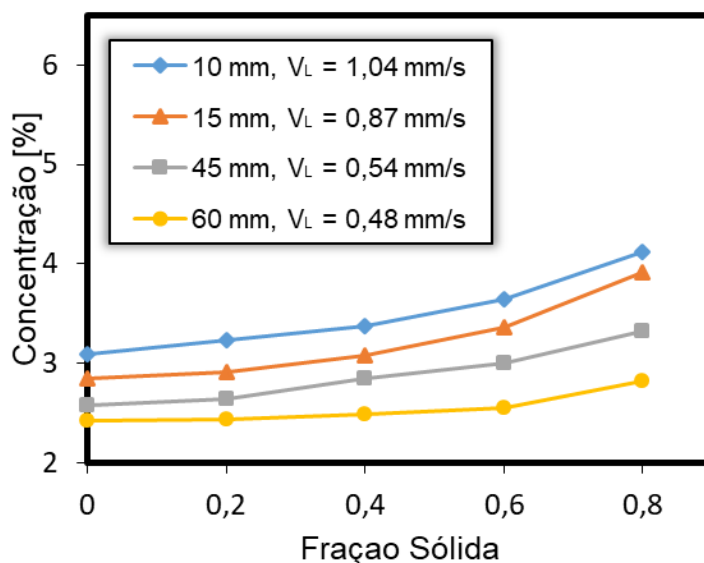


Figura 85 – Perfil de concentração de bismuto em função da fração sólida para as posições de 10, 15, 45 e 60 mm para a liga Al-Cu-Bi.

É possível observar que o perfil de concentração dos solutos cobre e bismuto possuem o mesmo comportamento para todas as posições e ligas analisadas, como esperado, no qual a concentração do soluto tende a aumentar à medida que a fração sólida aumenta. Além disso, verifica-se que o aumento da velocidade de solidificação influencia os perfis de microsegregação, movendo-os para cima, indicando que a

solubilidade do cobre e do bismuto na região sólida são diretamente proporcionais à velocidade de solidificação.

A Figura 86 e Figura 87 mostram a comparação entre a microsegregação do soluto cobre nas ligas binária e ternária, para as posições 10 e 60 mm, respectivamente.

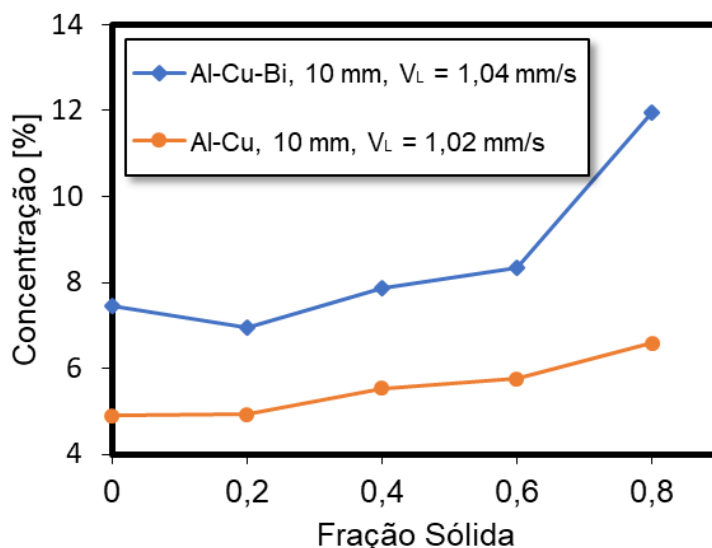


Figura 86 – Comparação entre as ligas binária e ternária da microsegregação do cobre para a posição de 10 mm.

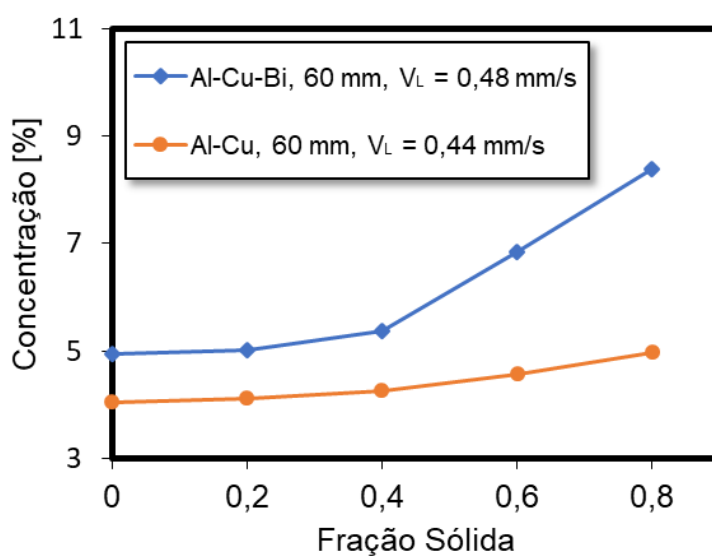


Figura 87 – Comparação entre as ligas binária e ternária da microsegregação do cobre para a posição de 60 mm.

É possível observar a partir das comparações de microsegregação entre as ligas binária e ternária que o perfil de concentração do cobre foi mantido, no qual a concentração de soluto aumenta com o aumento da fração sólida. Percebe-se também que a adição de 2% de bismuto à liga binária Al-4%Cu gerou um maior grau de microsegregação, representado pelas maiores concentrações observadas para o cobre. Tal comportamento pode ser explicado pelos maiores níveis de velocidade de solidificação encontrados para a liga ternária em comparação com a liga binária, fazendo com que a solubilidade do soluto cobre na fase sólida aumente e favoreça a microsegregação. Ainda, vale o destaque que o comportamento citado se repete ao longo de todo o comprimento do lingote.

Além disso, Garcia (2007) comenta em sua obra que a microsegregação varia com a forma de crescimento, sendo mais intensa nas estruturas equiaxiais do que nas colunares. No caso de estruturas equiaxiais a microsegregação aumenta com a taxa de resfriamento, enquanto em estruturas colunares, a microsegregação diminui. Essas observações também podem ajudar a explicar a microsegregação mais intensa do cobre para a liga ternária, uma vez que esta apresentou uma macroestrutura equiaxial e níveis de taxa de resfriamento relativamente superiores.

#### 4.9. Análise da Microdureza

A microdureza Vickers da liga ternária Al-Cu-Bi foi analisada ao longo do comprimento do lingote solidificado. O resultado das medições da microdureza em cada uma das posições do lingote representados pelas amostras transversais está apresentado na Figura 88, no qual o perfil em função da posição é mostrado.

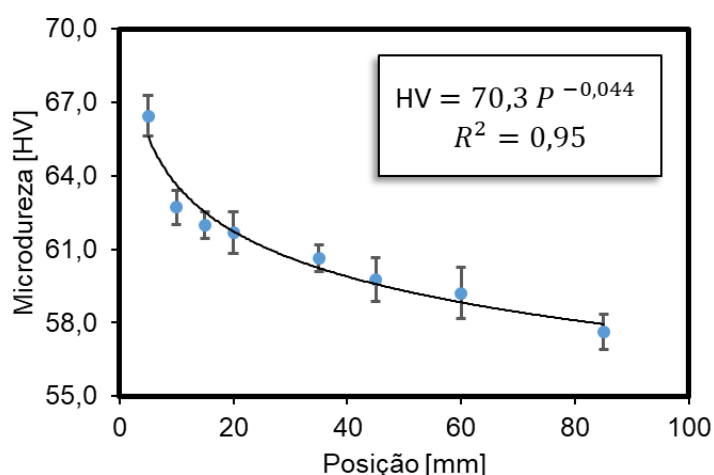


Figura 88 – Perfil da microdureza Vickers em função da posição para a liga Al-4%Cu-2%Bi.

Além do perfil da microdureza em função da posição, uma curva de melhor ajuste também foi traçada, bem como o fator  $R^2$ . É possível notar uma tendência de diminuição da microdureza à medida em que se afasta da base refrigerada. O resultado está de acordo com o previsto na literatura, em que a microdureza tende a aumentar com o aumento do refinamento da estrutura (representado por espaçamentos dendríticos terciários menores). Com uma microestrutura dendrítica mais refinada, há mais regiões interdendríticas que, no caso de ligas que contém Al-Cu, são ricas em Cu (elemento mais duro entre os que compõe as ligas estudadas, ver Tabela 1), como pode ser visto na Figura 80, Figura 81 e Figura 82, aumentando assim a dureza média.

Vale destacar também que este comportamento é semelhante ao encontrado por Sousa (2019) em seu estudo sobre liga Al-4%Cu solidificada direccionalmente na direção vertical ascendente, em um procedimento experimental semelhante ao realizado para a obtenção da liga Al-4%Cu-2%Bi. A Figura 89 mostra uma comparação entre os resultados de microdureza para ambas as ligas, considerando para a liga binária a expressão  $HV = 223,8 P^{(-0,242)}$ .

É possível observar que os valores de microdureza encontrados para a liga ternária, que obteve uma média de 61,3 HV ao longo do comprimento do lingote, foram menores que os encontrados para liga binária, com uma microdureza média de 106,1 HV, indicando a influência da adição do bismuto, que é um material mais macio que o cobre e o alumínio (ver Tabela 1), e é encontrado com altos níveis de concentração em gotículas dispersas pela microestrutura resultante da liga ternária, além de estar também presente na matriz rica em Al e na região interdendrítica rica em Cu.

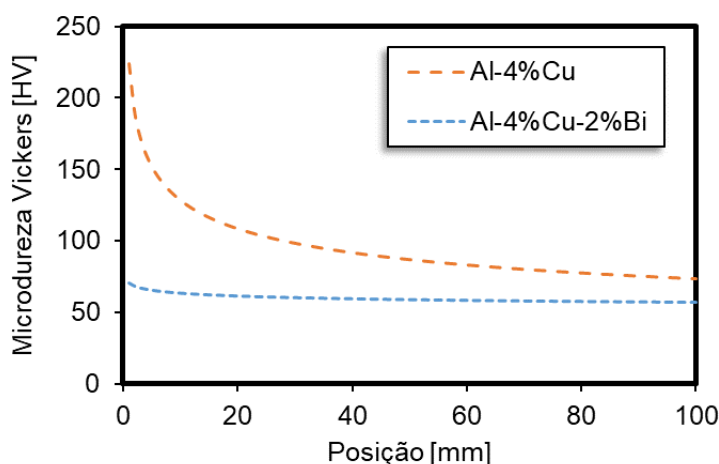


Figura 89 – Comparação da microdureza Vickers em função da posição entre a liga Al-4%Cu-2%Bi e a liga Al-4%Cu, de Sousa (2019).

Cabe ainda destacar que, analisando os resultados, é possível perceber que para liga ternária a microdureza pareceu ser mais homogênea ao longo do comprimento do lingote, com uma diferença de apenas 8,8 HV, entre a posição de 5 e de 85 mm. Enquanto que para a liga binária, a diferença entre as posições 5 e 85 mm foi de 72,8 HV.

Além do trabalho citado sobre a liga Al-Cu, Sales et al. (2018), estudando a liga binária Al-Si solidificada na direção vertical ascendente mostrou resultados também semelhantes. Foi observado que a microdureza aumentou à medida em que se afastou da base refrigerada, indicando a influência das variáveis térmicas ( $V_L$ ,  $\dot{T}$ ,  $G_L$ ) que tendem a ser maiores nas posições iniciais do lingote.

Adicionalmente ao perfil da microdureza em função da posição, também foi possível analisar a relação entre essa propriedade e as características microestruturais, especificamente os espaçamentos dendríticos terciários, como mostrado na Figura 90.

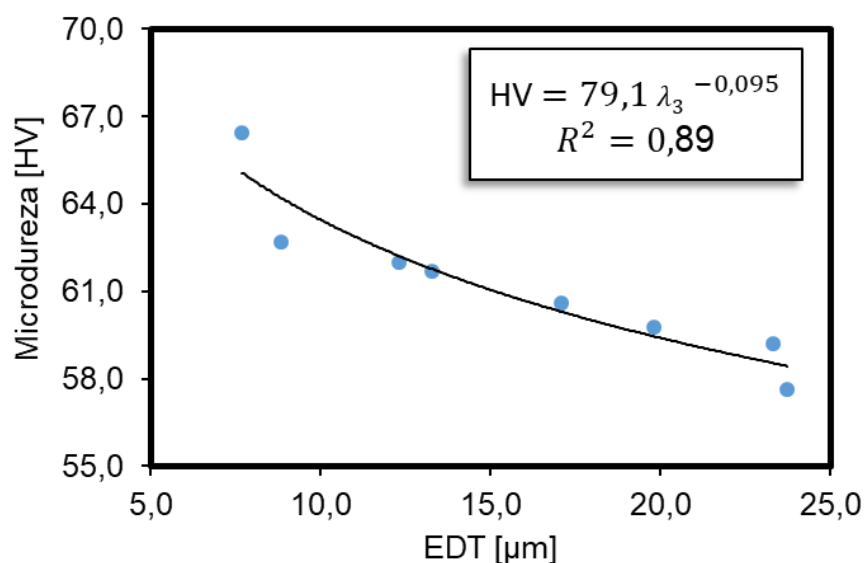


Figura 90 – Relação entre a microdureza e o espaçamento dendrítico terciário para liga Al-4%Cu-2%Bi.

Vê-se que há uma clara tendência de diminuição da microdureza à medida em que se aumenta o espaçamento dendrítico terciário. Isso também reflete a questão do refinamento da microestrutura, como previamente comentado, uma vez que os menores valores de EDT indicam as regiões microestruturais mais refinadas com mais regiões interdendríticas ricas em cobre. Sales et al. (2018) analisou a relação entre a microdureza e espaçamento dendrítico secundário como característica microestrutural, no qual o mesmo comportamento inversamente proporcional foi observado. Mesma tendência apresentada por Passos (2018) para a liga Al-5%Cu quando analisou a evolução da microdureza em função do espaçamento dendrítico terciário.

Também foi verificada a evolução do perfil da microdureza em função das variáveis térmicas de velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico. Essas relações estão mostradas na Figura 91, Figura 92 e Figura 93.



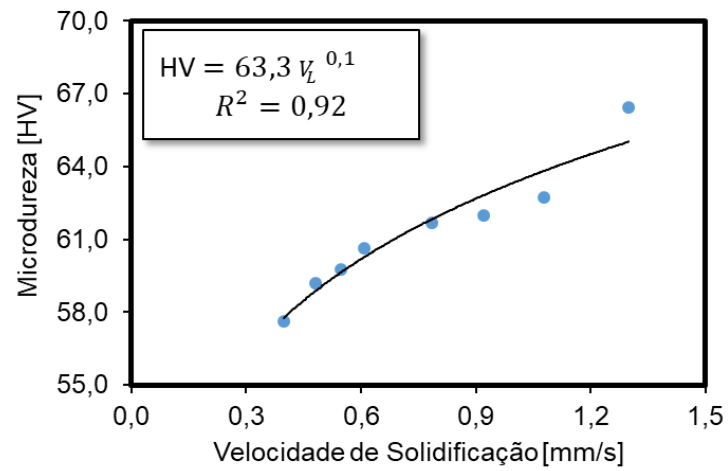


Figura 91 – Relação entre a microdureza e a velocidade de solidificação para liga Al-4%Cu-2%Bi.

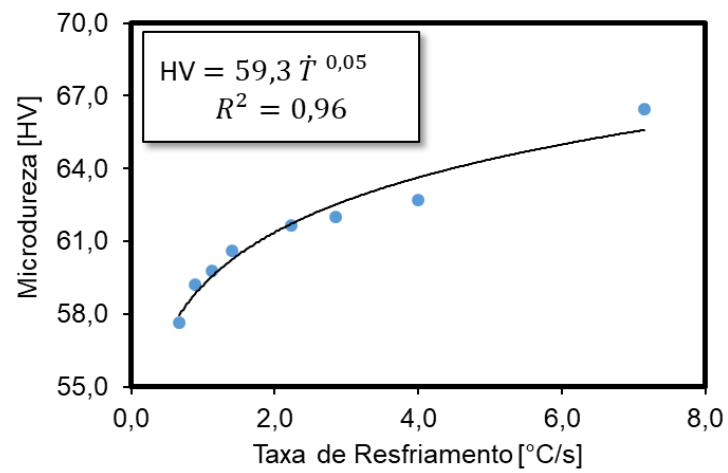


Figura 92 – Relação entre a microdureza e a taxa de resfriamento para a liga Al-4%Cu-2%Bi.

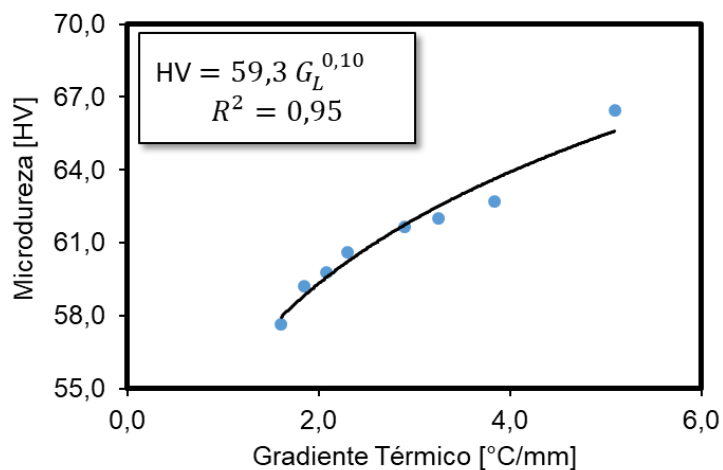


Figura 93 – Relação entre microdureza e gradiente térmico para a liga Al-4%Cu-2%Bi.

É possível observar pelos gráficos que à medida que as variáveis térmicas aumentam, a microdureza também aumenta. Este comportamento era esperado uma vez que os maiores valores de velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico acontecem nas posições mais próximas à base, onde, por sua vez, a microestrutura também é mais refinada. Um comportamento semelhante foi observado por Costa et al. (2015) em seu trabalho para a liga Al-Bi-Sn solidificada na direção vertical ascendente.

## 5. CONCLUSÕES

Com base nos resultados e discussão apresentados na seção anterior, bem como toda a literatura consultada para a realização deste trabalho, pode-se concluir que:

- A partir do monitoramento da temperatura em oito posições ao longo do comprimento do lingote durante o processo de solidificação direcional ascendente, foram calculados o tempo de passagem da isoterma *liquidus*, velocidade da isoterma *liquidus*, tempo de solidificação local, taxa de resfriamento e gradiente térmico. Ao comparar o comportamento destes parâmetros entre as ligas Al-Cu-Bi e Al-Cu, verificou-se que o perfil apresentado foi semelhante em todas as análises, no que diz respeito ao comportamento da variável em função da posição do lingote solidificado.
- A adição do bismuto não influenciou significativamente o tempo de passagem da isoterma *liquidus* nas posições mais próximas à base refrigerada, porém para as posições mais distantes a liga ternária apresentou valores menores.
- Para a velocidade da isoterma *liquidus*, conclui-se que a adição do bismuto gerou uma tendência de valores maiores, principalmente nas posições mais afastadas da base refrigerada. A taxa de resfriamento e o gradiente térmico foram parâmetros que apresentaram um aumento considerável na liga ternária em relação a liga binária, sugerido que a adição do bismuto proporcionou um aumento do contato entre a interface metal líquido/molde, favorecendo a extração de calor. Para o tempo de solidificação local, a liga ternária apresentou valores menores, indicando a influência de valores maiores de velocidade de solidificação.
- A macroestrutura da liga Al-4%Cu-2%Bi obtida foi predominantemente equiaxial, diferente da macroestrutura colunar observada para a liga Al-4%Cu, com ambas solidificadas sob as mesmas condições. Tais resultados sugeriam que tal comportamento foi devido ao aumento do teor de soluto na liga, que tende a desfavorecer o aumento do comprimento da estrutura colunar, bem como ao fato de adição do bismuto ter favorecido uma extração de calor a partir do cristal dentro do metal fundido, caracterizando um crescimento multidirecional e uma conseqüente estrutura equiaxial.

- A microestrutura de ambas as ligas em estudo foi predominantemente dendrítica ao longo de todo o comprimento do lingote, apresentando braços dendríticos ternários em todas as posições analisadas, indicando que a adição de bismuto não influencia neste aspecto. No entanto, diferente do que foi observado na liga Al-Cu, a liga Al-Cu-Bi não exibiu microporos na sua microestrutura.

- Para os espaçamentos dendríticos terciários inferiu-se que a adição do bismuto não alterou o comportamento da relação entre eles e a posição, com o EDT aumentando para as posições mais afastadas da base refrigerada. Porém, ao adicionar o bismuto à liga Al-Cu, observou-se uma diminuição nos valores absolutos do EDT, principalmente nas posições mais afastadas da base, indicando um refinamento da microestrutura da liga ternária em relação à binária.

- A correlação entre os espaçamentos dendríticos terciários e a velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico não indicou influência da adição do bismuto no comportamento dessas relações, com o EDT sendo menor para os maiores valores destes parâmetros. Contudo, os valores de espaçamentos dendríticos terciários obtidos para a liga ternária foram menores que para a liga binária, o que levou à conclusão de que os maiores valores de variáveis térmicas obtidas para a liga Al-Bi-Cu fizeram com que a microestrutura obtida fosse mais refinada.

- Ao analisar a microsegregação do soluto cobre para a liga Al-Cu, e dos solutos cobre e bismuto para a liga Al-Cu-Bi, observou-se que houve segregação para todos os casos analisados, com a concentração aumentando à medida em que se aumentou a fração sólida. Foi possível concluir que o aumento da velocidade de solidificação tende a gerar um grau de microsegregação maior, movendo os perfis para cima, indicando a relação diretamente proporcional entre a solubilidade dos solutos cobre e bismuto na região sólida e a velocidade de solidificação. Além disso, ao comparar a microsegregação do cobre entre as ligas, verificou-se que a adição do Bi à liga binária levou a maiores níveis de microsegregação, sendo este comportamento devido aos maiores valores de velocidade de solidificação encontrados para a liga ternária.

- Inferiu-se que a microdureza Vickers da liga Al-4%Cu-2%Bi diminui à medida em que se afasta da base refrigerada. Ao comparar esta propriedade com as

características microestruturais, conclui-se que a microdureza diminui com o aumento dos espaçamentos dendríticos terciários, como previsto, uma vez que microestruturas mais refinadas tendem a aumentar a microdureza. Na correlação entre a microdureza e as variáveis térmicas de velocidade de solidificação, taxa de resfriamento e gradiente térmico, inferiu-se que tal propriedade aumenta com o aumento dos parâmetros térmicos, sendo este comportamento devido aos maiores parâmetros térmicos gerarem microestruturas mais refinadas. Ao comparar microdureza da liga ternária com a liga binária, verificamos que a microdureza para a liga Al-Cu-Bi foi menor, sendo este comportamento devido à adição do Bi, que é um material mais macio que os demais componentes da liga, sendo encontrado em altos níveis de concentração em gotículas dispersas pela microestrutura da liga ternária, além de estar presente na matriz dendrítica e na região interdendrítica.

## 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos no presente trabalho, são sugeridas as seguintes abordagens para a realização de futuros trabalhos:

- Realizar a solidificação direcional ascendente com temperaturas de vazamento diferentes, como 15% e 25%, da liga Al-4%Cu-2%Bi, e comparar com o que foi obtido com a temperatura de vazamento de 5% acima da temperatura liquidus.
- Avaliar a influência da adição de bismuto à liga Al-Cu no que diz respeito às propriedades tribológicas.
- Avaliar a influência da adição do bismuto à liga Al-Cu no que diz respeito à ocorrência de microporos.
- Caracterizar a microestrutura da liga ternária Al-Cu-Bi com relação às gotículas de Bi, medindo o diâmetro dessas gotículas e o espaçamento entre elas.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAL. **Alumínio: Cadeia Primária.** Disponível em: <<http://abal.org.br/aluminio/cadeia-primaria/>>. Acessado em 2020.

ABNT NBR NM ISO 6507-1. **Materiais metálicos - Ensaio de dureza Vickers Parte 1: Método de ensaio.** Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2008.

ASKELAND, Donald R.; WRIGHT, Wendelin J. **The Science and Engineering of Materials.** 7th. ed. Boston, MA: Cengage Learning, 2016.

BAPTISTA, L. A. S.; FERREIRA, A. F.; PARADELA, K. G.; SILVA, D. M.; CASTRO, J. A. **Experimental Investigation of Ternary Al-Si-Cu Alloy Solidified with Unsteady-State Heat Flow Conditions.** Materials Research, v. 21, ed. 3, p. 1516-1439, 2018.

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, v. 8, p. 1515-1521, 2019.

BOEIRA, Alexandre Pitol. **Macrossegregação e Formação de Pros na Solidificação de Ligas Al-Cu: modelagem Numérica e Desenvolvimento Experimental.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2006.

CALLISTER, Jr., William D.; RETHWISCH, David G. **Materials Science and Engineering: An Introduction.** 9th. ed. Danvers, MA: John Wiley & Sons, Inc, 2014.

CHRISÓSTIMO, Wemberson Bitencourt. **Efeito do superaquecimento na microsegregação, formação macro e microestrutural da liga hipoeutética Al-4%Cu.** Dissertação (Mestre em Engenharia Metalúrgica) - Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, 2019.

COSTA, T. A.; FREITAS, E. S.; DIAS, M.; BRITO, C.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. **Monotectic Al-Bi-Sn alloys directionally solidified: Effects of Bi content, growth rate and cooling rate on the microstructural evolution and hardness.** Journal of Alloys and Compounds, v. 653, p. 243-254, 2015.

DANTAS, Bruno Silva. **Análise Experimental da Formação de Porosidade, Microsegregação e Partículas de Segunda Fase em Liga Binária Al-1%Fe e sua Relação com as Variáveis de Solidificação.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, 2022.

FARIA, Jonas Dias. **Correlações entre Variáveis Térmicas, Microestrutura e Propriedades Mecânicas das Ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-4%Ag Solidificadas em Regime Transitório.** Dissertação (Mestre em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, 2015.

FERREIRA, A. F.; CHRISÓSTIMO, W. B.; SALES, R. S.; GARÇÃO, W. J. L.; SOUSA, N. P. **Effect of pouring temperature on microstructure and microsegregation of as-cast aluminum alloy.** The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 104, p. 957-965, 2019.

FREITAS, Filipe Estevão. **Solidificação de Ligas Metálicas Eutéticas de BiCd e BiSn em Ambiente de Microgravidade Utilizando Tubo de Queda Livre (Drop Tube).** Dissertação (Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, SP, 2016.

GARÇÃO, Wysllan Jefferson Lima. **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.** Dissertação (Mestre em Engenharia Metalúrgica) - Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, 2018.

GARCIA, Amauri. **Solidificação: Fundamentos e aplicações.** 2ª. ed. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2007.

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime Alvares; SANTOS, Carlos Alexandre dos. **Ensaio dos Materiais.** 2ª. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda, 2012.

GOMES, Laercio Gouvea. **Microestrutura Dendrítica, Macrosegregação e Microporosidade na Solidificação de Ligas Ternárias Al-Si-Cu.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2012.

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

GOULART, Pedro Roberto. **Variáveis Térmicas de Solidificação, Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Hipoeutéticas Al-Si.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2005.

JÚNIOR, Paulo Felipe. **Análise Numérica e Experimental dos Efeitos dos Solutos na Macroestrutura, Microestrutura, e Propriedades Mecânicas na Solidificação Unidirecional de Ligas Binárias de Alumínio em Condições Transientes de Extração de Calor.** Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica) – Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, 2019.

KURZ, W.; BEZENÇON, C.; GAIUMANN, M. **Columnar to equiaxed transition in solidification processing**. Science and Technology of Advanced Materials, v. 2, p. 185-191, 2001.

LEPPER, K.; JAMES, M.; CHASHECHKINA, J.; RIGNEY, D. A. **Sliding behavior of selected aluminum alloys**. Wear, v. 203-204, p. 46-56, 1997.

MELO, Mirian de Lourdes Noronha de Mota. **Análise Numérico/Experimental da Formação de Microporosidades Durante a Solidificação de Ligas de Alumínio**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 1996.

MEZA, Elisangela dos Santos. **Modelagem Analítica e Numérica de Solidificação de Ligas Binárias: Análise de Fatores de Influência**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2012.

MEZA, E. S.; BERTELLI, F.; 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, v. 561, p. 193-200, 2013.

MIRKOVIC, D.; GROBNER, J.; SCHMID-FETZER, R. **Solidification paths of multicomponent monotectic aluminum alloys**. Acta Materialia, v. 56, p. 5214-5222, 2008.

MOURA, Danusa Araújo de. **Correlação entre Parâmetros Térmicos e Estruturais na Solidificação Transitória de Ligas Hipomonotéticas do Sistema Al-Bi-Cu**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, Paraíba, 2020.

OKAMOTO, T.; KISHITAKE, K. **Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys.** *Journal of Crystal Growth*, v. 29, p. 137-146, 1975.

PARADELA, Késsia Gomes. **Simulação do Processo de Solidificação e Microsegregação de Ligas Binárias Al-Cu com Taxas de Resfriamento Constante.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, 2016.

PASSOS, Janayna Jasmin. **Estudo Experimental da Adição de Cobre no Alumínio e seus Efeitos na Macro/Microestrutura Formada e Microdureza.** Dissertação (Mestre em Engenharia Metalúrgica) - Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, 2018.

PHANIKUMAR, G.; DUTTA, P.; GALUN, R.; CHATTOPADHYAY, K. **Microstructural evolution during remelting of laser surface alloyed hyper-monotectic Al–Bi alloy.** *Materials Science and Engineering*, v. 371, p. 91-102, 2004.

REYES, R. V.; PINOTTI, V. E.; AFONSO, C. R. M.; CASTELETTI, L. C.; GARCIA, A.; SPINELLI, J. E. **Processing, As-Cast Microstructure and Wear Characteristics of a Monotectic Al-Bi-Cu Alloy.** ASM International, n. 1059-9495, 2018.

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

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*, v. 21, ed. 6, p. 1516-1439, 2018.

SILVA, A. P.; SPINELLI, J. E.; GARCIA, A. **Thermal parameters and microstructure during transient directional solidification of a monotectic Al–Bi alloy.** Journal of Alloys and Compounds, v. 475, p. 347-351, 2009.

SOUSA, Nathália de Paula. **Um Estudo Experimental Comparativo da Solidificação da Liga Hipoeutética Al-4%Cu: Efeito da Solidificação Unidirecional Ascendente e Descendente na Microsegregação e Formação Microestrutural.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) - Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, 2019.

**Thermo-Calc Software AB**, Sweden

XAVIER, M. G.C.; REYES, R. A. V.; GOMES, L. F.; SPINELLI, J. E.; NOEL, N. M.; THI, H. N.; REINHART, G. **Combined growth of  $\alpha$ -Al and Bi in a Al-Bi-Cu monotectic alloy analyzed by in situ X-ray radiography.** Journal of Crystal Growth, v. 536, n. 125592, 2020.

## 8. PRODUÇÃO CIENTÍFICA

### ➤ Artigos Publicados

SALES, Roberto; FERREIRA, Leonardo; ALMEIDA, Rangel; TERRA, Bráulio; MOURA, Lucas; FURTADO, Alexandre. **Microstructure and Microhardness of Directionally Solidified Al-Si Alloys Subjected to an Equal-Channel Angular Pressing Process**. Materials Research.

FERREIRA, Alexandre F.; MOURA, Lucas J.; DANTAS, Bruno S.; BRUM, Fábio J. B.; GARÇÃO, Wyslân J. L.; SALES, Roberto C. **Investigations on metallurgical parameters in hypoeutectic Al-Si alloys under upward directional solidifications**. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.

### ➤ Artigo Submetidos

MOURA, Lucas; FURTADO, Alexandre; DANTAS, Bruno; BAÍA, Diego; GARÇÃO, Wyslân. **An experimental study of bismuth addition into binary Al-Cu alloy and its effects on the solidification processing conditions, microstructural patterns, microsegregation and microhardness**. Transactions of Nonferrous Metals Society of China.