

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE
MATERIAIS DA ENGENHARIA**

**EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA BRUTA DE FUSÃO DE LIGAS
Al-Cu-Nb SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE**

THIAGO PRIMO SOUSA

ORIENTADOR: Dr. DANIEL MONTEIRO ROSA

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS
DA ENGENHARIA**

BRASÍLIA/DF: 03/2019

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE
MATERIAIS DA ENGENHARIA.**

THIAGO PRIMO SOUSA

**EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA BRUTA DE FUSÃO DE LIGAS
Al-Cu-Nb SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-
GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA DA
FACULDADE GAMA E FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE
BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO
DO GRAU DE MESTRE EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA.**

ORIENTADOR: DANIEL MONTEIRO ROSA

**BRASÍLIA
2019**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE GAMA / FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE
MATERIAIS DA ENGENHARIA.**

**EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA BRUTA DE FUSÃO DE LIGAS
Al-Cu-Nb SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE**


THIAGO PRIMO SOUSA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA DA FACULDADE GAMA E FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM INTEGRIDADE DE MATERIAIS DA ENGENHARIA.

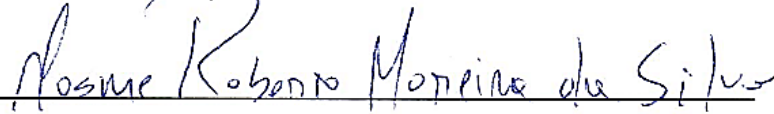
APROVADA POR:



Prof. Dr. Daniel Monteiro Rosa; FT / UnB
(Orientador)



Prof. Dr. Jorge Luiz de Almeida Ferreira; FT / UnB
(Membro Interno)



Prof. Dr. Cosme Roberto Moreira da Silva; FT / UnB
(Membro Externo)

BRASÍLIA, 11 DE MARÇO DE 2019.

FICHA CATALOGRÁFICA

THIAGO PRIMO SOUSA

EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA BRUTA DE FUSÃO DE LIGAS Al-Cu-Nb SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE, [Distrito Federal] 2019.

82p. 210 x 297 mm (FGA/FT/UnB, Mestre, Integridade de Materiais da Engenharia, 2019).

Dissertação de Mestrado - Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama. Programa de Pós-Graduação em Integridade de Materiais da Engenharia.

- | | |
|-----------------------|---|
| 1. Variáveis Térmicas | 2. Solidificação Unidirecional Ascendente |
| 3. Microestrutura | 4. Espaçamento Dendrítico |
| 5. Ligas Al-Cu-Nb | |

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

SOUSA, T. P. (2019). EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA BRUTA DE FUSÃO DE LIGAS Al-Cu-Nb SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE. Dissertação de Mestrado em Integridade de Materiais da Integridade da Engenharia, Publicação 076A/2019, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, DF, 82.p.

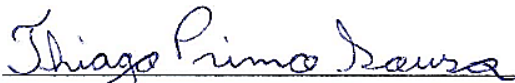
CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: THIAGO PRIMO SOUSA

TÍTULO: EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA BRUTA DE FUSÃO DE LIGAS Al-Cu-Nb SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE.

GRAU: Mestre ANO: 2019

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor.


THIAGO PRIMO SOUSA

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus irmãos, Rafael Primo Sousa e Lorena Primo Sousa, por constituírem grande parte de minha motivação; por ser referência deles, busco ser o melhor exemplo para seguir.

AGRADECIMENTOS

À Deus, sem o qual nada seria possível, criador universal, onisciente e onipresente, simplesmente o mais sábio e inspirador, pois sem Ele não haveria vida nem tampouco a oportunidade de realizar tal pesquisa.

Aos meus familiares, que mesmo longe me apoiam e me incentivam, em especial aos meus pais (Lucia e Valdeni), aos meus irmãos (Rafael e Lorena), é bom fazer parte dessa família.

Ao meu orientador Prof. Dr. Daniel Monteiro Rosa, pela amizade criada no decorrer desse trabalho, por confiar e dividir todo o conhecimento necessário para a conclusão do mesmo.

Ao meu grande amigo Eng. Maycol Coutinho, que me apoiou, incentivou e auxiliou, não só na pesquisa mais em considerável parte de minha vida acadêmica e pessoal, espelho e referência, com o qual é de extrema importância sua amizade.

Ao Prof. Dr. Leonardo, que me acompanha e incentiva desde o período de graduação, sempre me fazendo acreditar e seguir em frente.

Aos meus grandes amigos, Yanne Marcela, Linconl Araújo, Maykson Rocha, Maria Borges, Luísa Fogaça, Marcos Vinícius, Wayner Alfre e Isabella Damascena, por estarem sempre presente, apoiando e incentivando essa jornada.

Aos alunos de mestrado, doutorado, amigos e engenheiros, Ildon Saraiva, Layse Diniz, Gustavo Reinke, Natália Gonçalves, Diego Carvalho, Rayssa Victor, Emerson Jesus, Michaela Fialho, Vinicius Rocha e Vilson Dalla pelo companheirismo e alegria em todos os momentos.

À CAPES, DPG, Alcoa – Alumínio e a CBMM pelo apoio financeiro e de materiais durante a realização deste trabalho.

E a todos que de forma direta ou indireta, contribuíram para o desenvolvimento desse estudo, ajudando-me a aperfeiçoar os conhecimentos que são fontes inesgotáveis de aprendizagem, como os funcionários do SG9, professores e servidores da Universidade de Brasília.

“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas pensar o que ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo mundo vê”.

(Arthur Schopenhauer)

RESUMO

A importância nas aplicações industriais das ligas de Al, em especial as do sistema Al-Cu, atraem diversos pesquisadores, onde estudos recentes buscam incrementar as propriedades de forma geral, a fim de destinar o uso em diversos setores. Desta forma, sistemas ternários como Al-Cu-Ni recebem grande atenção, o que fez surgir a possibilidade da substituição do Ni por outros elementos como por exemplo o Nb, o qual o Brasil possui a maior reserva do mundo, e tal substituição pode ser considerada atraente e vantajosa para a indústria nacional, se comprovado a eficiência da modificação, assim o desenvolvimento dessa pesquisa pode apresentar uma etapa considerável para a economia e desenvolvimento industrial. O presente trabalho estudou e caracterizou ligas do sistema Al-Cu solidificadas unidirecionalmente e modificadas com adição de 0,4% de Nb, correlacionando as variáveis térmicas, parâmetros macro e microestruturais e ensaios mecânicos. As ligas foram produzidas em regime transiente de transferência de calor, de onde foi possível obter suas respectivas taxas de resfriamento (\dot{T}) e velocidade de solidificação (V_L). A macroestrutura apresentou faixa predominantemente colunar para as posições dos termopares, seguida de uma transição colunar/equiaxial (TCE) localizada a 40,0 mm da chapa/molde para liga Al-5%Cu-0,4%Nb e 30,5 mm para liga Al-8%Cu-0,4%Nb. A análise microestrutural apresentou formação dendrítica em ambas as ligas, e foram correlacionados com as variáveis térmicas envolvidas no processo de solidificação: V_L , \dot{T} e GL . As equações experimentais que regem o crescimento dendrítico primário foram geradas e definidas como: Al-5%Cu-0,4%Nb: $\lambda_1=21,75(P_L)^{0,6}$; e Al-8%Cu-0,4%Nb: $\lambda_1=20,87(P_L)^{0,6}$. Foi constatado a existência do mecanismo de segregação inversa, característico de ligas do sistema Al-Cu, através de análise de fluorescência de raios-X (FRX), em estudo mais abrangente foi realizado ensaio de calorimetria diferencial exploratória (DSC), onde detectou-se a existência de pico de fase intermetálica para todas as posições, em aproximadamente 540° C, que sugere a formação de fase eutética, onde por meio de análise de EDS/MEV foi localizado nas regiões de contorno dendrítico. Quanto à microdureza, as ligas foram analisadas aplicando a equação do tipo Hall – Petch, onde constatou-se que as microestruturas mais refinadas apresentaram resultados 20% superiores em relação às estruturas mais grosseiras, onde a liga com 8% Cu atingiu valores mais elevados devido a maior quantidade de soluto presente. Para a frequência de amortecimento e módulo de elasticidade obtidos através de ensaio não destrutivo Sonelastic, foi observado o mesmo comportamento obtido pela microdureza, onde o principal agente pelas variações é associado às variáveis térmicas, e ao mecanismo de segregação inversa.

Palavra-chave: Variáveis Térmicas, Solidificação Unidirecional Ascendente, Microestrutura, Espaçamento Dendrítico, Ligas Al-Cu-Nb.

ABSTRACT

The importance in industrial applications of Al alloys, especially those of the Al-Cu system, attracts several researchers, where recent studies seek to increase properties in general, in order to destine the use in several sectors. In this way, ternary systems like Al-Cu-Ni receive great attention, which made possible the substitution of Ni with other elements such as Nb, which Brazil has the largest reserve in the world, and such substitution may be considered attractive and advantageous to the national industry, if the efficiency of the modification is proved, so the development of this research can present a considerable stage for the economy and industrial development. The present work studied and characterized alloys of the unidirectionally solidified and modified Al-Cu alloys with addition of 0.4% Nb, correlating the thermal variables, macro and microstructural parameters and mechanical tests. The alloys were produced in a transient heat transfer regime, from which it was possible to obtain their respective cooling rates (\dot{T}) and solidification velocity (V_L). The macrostructure showed a predominantly columnar range for the positions of the thermocouples, followed by a columnar / equiaxial transition (TCE) located at 40.0 mm of the Al-5% Cu-0.4% Nb and 30.5 mm for alloy Al-8% Cu-0.4% Nb. The microstructural analysis showed dendritic formation in both alloys and were correlated with the thermal variables involved in the solidification process: V_L , \dot{T} and GL . The experimental equations that govern the primary dendritic growth were generated and defined as: Al-5%Cu-0.4%Nb: $\lambda_1=21.75(P_L)^{0.6}$; e Al-8%Cu-0.4%Nb: $\lambda_1=20.87(P_L)^{0.6}$. It was verified the existence of the inverse segregation mechanism, characteristic of alloys of the Al-Cu system, through X-ray fluorescence analysis (FRX). In a more comprehensive study, differential exploratory calorimetry (DSC) the existence of an intermetallic phase peak at all positions, at approximately 540 °C, suggesting eutectic phase formation, where EDS / MEV analysis was located in the dendritic contour regions. As for the microhardness, the alloys were analyzed by applying the Hall - Petch type equation, where it was found that the most refined microstructures presented 20% higher results in relation to the coarser structures, where the alloy with 8% Cu reached higher values the largest amount of solute present. For the damping frequency and modulus of elasticity obtained by the non-destructive Sonelastic test, the same behavior obtained by the microhardness was observed, where the main agent by the variations is associated to the thermal variables, and to the reverse segregation mechanism.

Keyword: Thermal Variables, Unidirectional Upward Solidification, Microstructure, Dendritic Spacing, Al-Cu-Nb Alloys.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Processos de fabricação de produtos metálicos, adaptado (COUTINHO, 2018; GARCIA, 2011).....	20
Figura 2: Representação esquemática do dispositivo de solidificação ascendente: 1. Aquisição via computador; 2. Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida; 5. Termosensores; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Câmara de refrigeração; 8. Rotâmetro; 9. Controle de potência do forno, 10. Metal líquido (ROSA, 2007).	22
Figura 3: Representação esquemática do dispositivo de solidificação vertical descendente: 1. Aquisição via computador; 2. Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida; 5. Termosensores; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Câmara de refrigeração; 8. Rotâmetro; 9. Controle de potência do forno, 10. Metal líquido (ROSA, 2007).	23
Figura 4 - Modos de transferência de calor atuantes em um sistema de solidificação vertical	25
Figura 5 - Modos de transferência de calor atuantes na região metal/molde (KAKITANI, 2017).....	26
Figura 6 - Modos de transferência de calor newtoniana na interface metal/molde (BESKOW, 2008).....	27
Figura 7 : Representação esquemática da macroestrutura de solidificação unidirecional (DANTAS, 2014).....	29
Figura 8 : Esquema de crescimento dos grãos na região coquilhada e do surgimento de grãos colunares a partir da região coquilhada com orientação favorável (GARCIA, 2011).....	30
Figura 9 : Representações esquemáticas da formação das estruturas de solidificação: SRC – grau de super-resfriamento; G_L – gradiente térmico à frente da interface; V_L – velocidade da isoterma liquidus; e C_0 – concentração (GOULART, 2010).	31
Figura 10 : Esquema representativo das ramificações dendríticas primárias (λ_1) e secundárias (λ_2) (CHOUDHARY et al., 2017).....	32
Figura 11: Arranjo estrutural responsável pelas propriedades mecânicas dos materiais fundidos (ROSA, 2007).....	32
Figura 12: Representação esquemática do crescimento dendrítico com indicações dos transportes longitudinal e lateral de soluto (DANTAS, 2014).	34
Figura 13: Variação final da composição de um lingote colunar após segregação normal (DANTAS, 2014).....	35
Figura 14: Segregação por gravidade devido a diferença de massa específica das dendritas e do líquido (DANTAS, 2014).	36
Figura 15: Variação final da composição de um lingote colunar após segregação inversa (DANTAS, 2014).....	37
Figura 16: Fluxograma do procedimento experimental.	39
Figura 17: Diagrama de fases pseudo-binário da liga Al-Cu-Nb com 0,4% Nb fixo, (Thermo-Calc).	41
Figura 18: Diagrama de fase da liga Al-Nb, adaptado (COUTINHO, 2018; ELLIOTT;	

SHUNK, 1981).	41
Figura 19: Desenho esquemático do dispositivo de solidificação unidirecional 1- Entrada de água; 2- Saída de água; 3- Câmara de refrigeração; 4- Chapa/molde; 5- Lingote (COUTINHO, 2018).	42
Figura 20: Curva de Resfriamento (FILHO, 2013).	44
Figura 21: Posição da Isoterma Liquidus (FILHO, 2013).	45
Figura 22: Velocidade da Isoterma Liquidus (FILHO, 2013).	45
Figura 23: Esquema representativo para determinação das variáveis térmicas de solidificação V_L e T (ROSA, 2004).	46
Figura 24: Esquema ilustrativo dos cortes para as análises macro e microestrutural, adaptado (DANTAS, 2014).	47
Figura 25: Representação da técnica utilizada para quantificar os espaçamentos interdendríticos: (a) Espaçamentos dendríticos primários (λ_1); (b) Espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) (DANTAS, 2014).	48
Figura 26: Microscópio eletrônico de varredura utilizado para as análises das amostras.	49
Figura 27: Aparelho para ensaio de microdureza.	50
Figura 28: Curva de resfriamento do processo de solidificação unidirecional ascendente para liga Al-5%Cu-0,4%Nb.	52
Figura 29: Curva de resfriamento do processo de solidificação unidirecional ascendente para liga Al-8%Cu-0,4%Nb.	53
Figura 30: Posição da isoterma <i>liquidus</i> em função do tempo, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb solidificadas de forma unidirecional ascendente e suas respectivas leis experimentais.	54
Figura 31: Comparação da evolução da velocidade da isoterma <i>liquidus</i> , para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.	55
Figura 32: Comparação da taxa de resfriamento experimental em função da posição da isoterma <i>liquidus</i> , para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.	56
Figura 33: Gradientes térmicos locais versus Posições.	56
Figura 34: Macroestruturas da seção longitudinal das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.	57
Figura 35: Perfil experimental de macrossegregação ao longo do lingote de Al-5%Cu-0,4%Nb.	58
Figura 36: Perfil experimental de macrossegregação ao longo do lingote de Al-8%Cu-0,4%Nb.	59
Figura 37: DSC obtido para as extremidades da liga Al-5%Cu-0,4%Nb apresentando a diferença dos picos de transformação eutética e picos de fusão.	60
Figura 38: DSC obtido para as extremidades da liga Al-8%Cu-0,4%Nb apresentando a diferença dos picos de transformação eutética e picos de fusão.	60
Figura 39: Variação da temperatura dos picos de fusão das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb em função da posição.	61

Figura 40: Microestruturas obtidas para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb por posição.....	63
Figura 41: Microestruturas obtidas para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb por posição.....	65
Figura 42: Espaçamentos dendríticos primários (λ_1) em função da posição relativa à chapa- molde, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.....	66
Figura 43: Espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) em função da posição relativa à chapa- molde, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.....	66
Figura 44: Espaçamentos dendríticos primário (λ_1) em função da Taxa de Resfriamento (\dot{T}), para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.....	67
Figura 45: Espaçamentos dendríticos secundário (λ_2) em função da Velocidade da Isoterma <i>Líquida</i> (V_L), para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.....	67
Figura 46: Imagens obtidas via MEV da liga Al-5%Cu-0,4%Nb para as posições: (a) 4,38 mm, (b) 36,92 mm.	68
Figura 47: Imagens obtidas via MEV da liga Al-8%Cu-0,4%Nb para as posições: (a) 4,30 mm, (b) 29,09 mm.	68
Figura 48: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-5%Cu- 0,4%Nb na posição 4,38 mm, aumento 2500X, percentual em massa.....	69
Figura 49: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-8%Cu- 0,4%Nb na posição 4,30 mm, aumento 2000X, percentual em massa.....	70
Figura 50: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-5%Cu- 0,4%Nb na posição 36,92 mm, aumento 1000X, percentual em massa.....	70
Figura 51: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-8%Cu- 0,4%Nb na posição 29,09 mm, aumento de 450X, percentual em massa.	71
Figura 52: Análise pontual de EDS para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb na posição 4,30 mm, aumento 2000X.	71
Figura 53: Análise pontual de EDS para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb na posição 4,38 mm, aumento 2500X.	72
Figura 54: Análise pontual de EDS para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb na posição 29,09 mm, aumento 450X.	72
Figura 55: Análise pontual de EDS para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb na posição 36,92 mm, aumento 1000X.	73
Figura 56: Evolução dos valores da microdureza em função do espaçamento dendrítico λ_1 . .	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição química do alumínio e níquel utilizados para a fabricação dos lingotes.	40
Tabela 2: Frequência de amortecimento e módulo de elasticidade dinâmico em relação a faixa de posição dos CPs.	74

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- V_L = Velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*
 \dot{T} = Taxa de resfriamento
 G_L = Gradiente térmico local ou à frente da interface sólido-líquido
 λ_1 = Espaçamentos dendríticos primários
 λ_2 = Espaçamentos dendríticos secundários
 k = Coeficiente de distribuição de soluto
 k_0 = Coeficiente de distribuição de soluto no equilíbrio
 C_s = Concentração de soluto no sólido
 C_L = Concentração de soluto no líquido
 C_0 = Concentração inicial da liga
 \bar{C}_S = Composição média em determinado ponto
 $C_{Máx}$ = Composição máxima
 C_{Min} = Composição mínima
 T_r = Temperatura de vazamento
 h_i = Coeficiente de transferência de calor
 V_s = Velocidade de solidificação
 L = Seção longitudinal de um estrutura dendrítica
 n = Número de braços dendríticos
 t = Tempo
 T = Temperatura
SRC = Super-resfriamento constitucional
TCE = Transição Colunar-Equiaxial
TEI = Técnica de excitação por impulso
MO = Microscopia ótica
MEV = Microscopia eletrônica de varredura
EDS = Energy dispersive spectroscopy
IACS = International Annealed Copper Standard

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	17
1.1. Objetivos gerais e específicos.....	18
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
2.1. Solidificação em contexto.....	19
2.1.1. Solidificação Unidirecional	21
2.1.1.1. Solidificação Unidirecional Ascendente	21
2.1.1.2 Solidificação Unidirecional Descendente	22
2.2. Variáveis térmicas.....	23
2.2.1. Posição da isoterma <i>liquidus</i> (P_L)	23
2.2.2. Velocidade Da Isotherma <i>Liquidus</i> (V_L)	24
2.2.3. Taxa De Resfriamento (T).....	24
2.2.4. Gradiente Térmico	24
2.3. Transferência de calor no processo de solidificação	25
2.3.1. Transferência de calor newtoniana	26
2.2. Estruturas de solidificação	27
2.2.1. Macroestrutura	28
2.2.2. Microestruturas.....	30
2.3 SEGREGAÇÃO	33
3. MATERIAIS E MÉTODOS	38
3.1 Procedimentos iniciais.....	38
3.2 Cálculos estequiométricos.....	39
3.3 Elaboração e fabricação da liga	40
3.4 Preparo da lingoteira	42
3.5 Vazamento da liga e realização do experimento	43

3.7	Caracterização macro e microestrutural	46
3.7.1	Procedimento metalográfico para macro e microestrutura	47
3.7.2	Procedimento metalográfico para caracterização microestrutural no MEV	49
3.8	Procedimento para caracterização da macrossegregação	49
3.9	Ensaio de microdureza vickers	50
3.10	Determinação do módulo de elasticidade e frequência de amortecimento	50
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	52
4.1	Determinação das variáveis térmicas	52
4.2	Caracterização macroestrutural	57
4.3	Caracterização da macrossegregação	58
4.4	Caracterização microestrutural e correlações	61
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	76
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	78
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	79

1. INTRODUÇÃO

Sabendo que com exceção da metalurgia do pó, todos os produtos passam por um processo de solidificação, o estudo da dinâmica de solidificação em metais e ligas é de suma importância para a indústria em geral, pois permite analisar os mecanismos envolvidos nesse processo, a fim de otimizar os resultados finais do produto, possibilitando verificar a existência de defeitos, e prever detalhes importantes para a destinação final a partir das variáveis térmicas existentes, tais como: composição química, formação microestrutural, resistência mecânica, entre outros (COUTINHO, 2018; GARCIA, 2011; ROSA, 2004; SPINELLI et al., 2004).

Atualmente muitos pesquisadores concentram esforços, seja para desenvolver novas tecnologias que melhorem as características advindas da solidificação ou para criação de novas ligas e modificação de sistemas já existentes, tudo isso pode ser atribuído á grande demanda da sociedade. Desta forma, sistemas complexos como o mecanismo de solidificação unidirecional, e ligas a base de Al apresentam grande interesse de estudo. No caso das ligas de alumínio, esse fator pode ser devido à suas características, como boa condutividade térmica e elétrica, resistência à corrosão, ductilidade e baixa densidade, o que torna cada vez maior o volume de estudos relacionados a solidificação unidirecional em regime transiente de ligas de alumínio tanto binárias como ternárias (BERTELLI et al., 2015; BRITO et al., 2016; COSTA et al., 2016; COUTINHO, 2018; CRUZ et al., 2010; DANTAS, 2014; GOULART et al., 2010; REYES et al., 2017; RODRIGUES et al., 2018; SILVA, 2018).

Quando se trata de ligas de Al-Cu, a literatura apresenta estudos sobre solidificação unidirecional que analisaram e correlacionaram a microestrutura, parâmetros térmicos (V_L , \dot{T} e G_L) e propriedades mecânicas, desta forma sabe-se que as propriedades mecânicas são influenciadas diretamente pela concentração de Cu, entretanto acarreta problemas relacionados a ductilidade, resistência a corrosão, entre outros. Por esse motivo, muitos esforços são direcionados no incremento de outros elementos que favoreçam o equilíbrio entre essas propriedades. Nesse aspecto o Ni se mostrou um bom material para atuar como agente modificador nas ligas Al-Cu (ÇADIRLI, 2013; GÜNDÜZ; ÇADIRLI, 2002; KARAKÖSE; KESKIN, 2009; KIM et al., 2016; OSÓRIO et al., 2007; QUARESMA; SANTOS; GARCIA, 2000; RODRIGUES et al., 2018; ROSA, 2004).

Devido ao atual contexto brasileiro, que possui a maior jazida de nióbio do mundo, cerca de 98,53% do total mundial em 2015, o cenário político e econômico impulsionou estudos a

cerca deste elemento, desta forma vem se discutindo a possibilidade do uso de Nb na substituição do Ni, e a fabricação de ligas Al-Nb. Desta forma, o presente trabalho buscou corroborar com os interesses industriais e confeccionar ligas modificadas com 0,4% Nb, para futuras possíveis substituições das ligas ternárias Al-Cu-Ni. Salienta-se que são poucos os relatos encontrados na literatura, pois em geral estudos baseiam-se em ligas Nb-Cu-Al, com interesse nas fases intermetálicas formadas, entretanto as diversas aplicações de ligas de Al-Cu podem favorecer a implementação em termos industriais (ALVES et al., 2015; COUTINHO, 2018; NANDI et al., 2003; SILVA, 2018; TRIVEÑO RIOS, 2000; ZHU et al., 2008).

1.1. Objetivos gerais e específicos

Levando em consideração a importância das ligas de alumínio-cobre para as aplicações industriais e a recente busca de agentes modificadores que circundam essa liga, buscou-se com este trabalho produzir ligas solidificadas unidirecionalmente do sistema Al-Cu modificadas com adição de 0,4% Nb para caracterizar a microestrutura bruta de fusão e correlacionar com as variáveis térmicas do processo.

- Para tanto, objetivou-se de forma específica os seguintes Fabricar duas ligas do sistema Al-Cu com composições nominais de 5% Cu e 8% Cu, ambas modificadas com 0,4% Nb, via solidificação unidirecional;
- Obter experimentalmente as variáveis térmicas: V_L , \dot{T} e G_L , envolvidas no processo de solidificação adotado;
- Caracterizar de forma experimental os parâmetros macro e microestruturais através de técnicas metalográficas, determinando as leis de crescimento da microestrutura, bem como sua correlação com as variáveis térmicas;
- Correlacionar as microestruturas resultantes com a microdureza e módulo de elasticidade.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Solidificação em contexto

Presente em grande parte das rotas de manufatura de componentes metálicos, o processo de solidificação, definido como o fenômeno de transformação de fase, do líquido para o sólido, onde ocorre liberação de calor latente, havendo transferência de energia térmica do líquido para o ambiente, sendo o molde responsável pela extração de calor e formato da peça. Pode ser descrita de duas formas, macroscópica e microscópica, onde a primeira se enquadra em termos das propriedades dos materiais como: temperatura, calor latente, composição, etc; e a segunda é um processo sucessivo de nucleação e crescimento (COUTINHO, 2018; RODRIGUES, 2017; DANTAS, 2014; GARCIA, 2011; OHNO, 1976).

A solidificação encontra seu ápice de aplicação na fundição dos metais, onde seu objetivo inicial é adequar a forma do produto, vertendo-o em estado líquido em um molde com o formato desejada. Embora pareça simples, tal processo ocorre simultaneamente com diversos eventos que devem ser controlados a fim de não comprometer o desempenho final do produto, uma vez que durante a solidificação heterogeneidades e defeitos físicos como: rechupe, trincas devido a contração, porosidades, etc; químicos e estruturais: segregação de impurezas ou de elementos, distribuição na matriz, orientações cristalográficas, entre outros, podem ocorrer (DANTAS, 2014; GARCIA, 2011).

Sabe-se que o simples ato de produção de gelo ou manuseio de componentes, quase sempre passam por um estágio de solidificação Figura 1. Desta forma, com exceção da técnica de metalurgia do pó (sinterização), todos os produtos passam ao menos uma vez pelo processo de solidificação, onde a redução da viscosidade permite a acomodação do material em quase qualquer forma geométrica. Tal versatilidade é observada desde os primeiros registros de fundidos datados de 5000 a 3000 a.C., período que antecede a idade do Bronze, seguido pelo surgimento do ferro fundido na China em 600 a.C., e o aparecimento na Europa no século XV (COUTINHO, 2018; GARCIA, 2011).

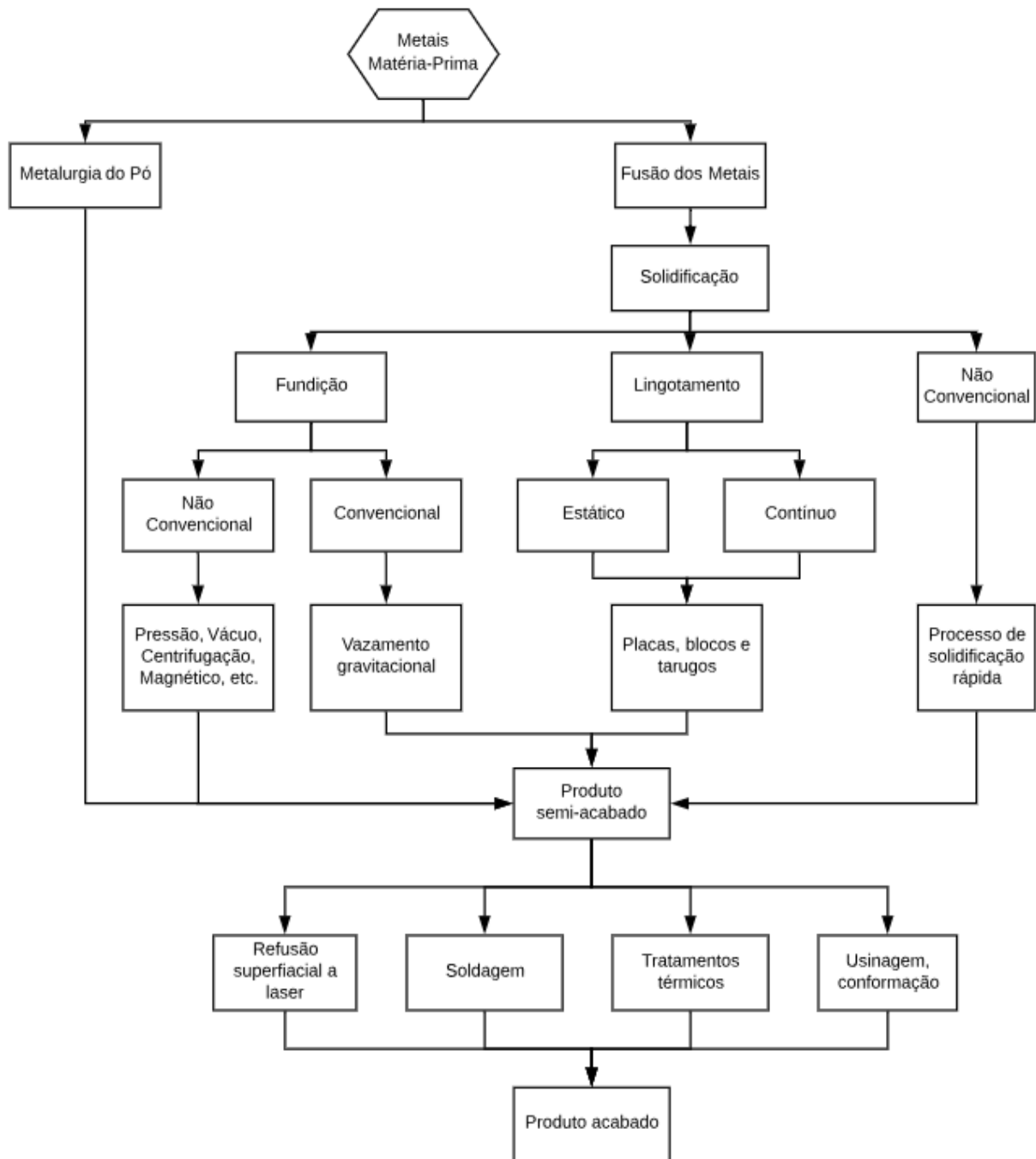


Figura 1: Processos de fabricação de produtos metálicos, adaptado (COUTINHO, 2018; GARCIA, 2011)

A escolha do processo de fabricação influencia a estrutura bruta de solidificação, que determina as propriedades finais dos produtos, onde defeitos macroscópicos geralmente são conduzidos aos produtos finais, interferindo inclusive em suas propriedades mecânicas, elétricas e químicas, muito embora possam ser minimizados por processo de conformação (DANTAS, 2014; GARCIA, 2011).

2.1.1. Solidificação Unidirecional

Entre as vertentes do processo de solidificação, o processo de solidificação unidirecional se torna cada vez mais utilizado em estudos de caracterização macro e microestrutural, e análise de segregação de soluto, essa técnica é acompanhada de uma subdivisão em duas vertentes específicas, onde a primeira trata da solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor, e a outra que aborda um regime transitório de fluxo de calor. Na condição estacionária, tanto o gradiente térmico (G_L), como a velocidade da isoterma *liquidus* (V_L) são controlados de forma independente e mantidos constantes ao longo da solidificação, embora a análise estacionária seja útil para determinar e correlacionar aspectos da microestrutura, como os espaçamentos dendríticos e as variáveis térmicas de solidificação, permitindo verificar a influência das mesmas de forma independente e mapear experimentalmente os parâmetros microestruturais de forma controlada, tal técnica não representa o fluxo de calor da maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação, uma vez que tal controle em escala industrial é de difícil monitoramento (ROCHA, 2003; ROSA, 2004).

O processo de solidificação transitórias de fluxo de calor, o gradiente (G_L) e a velocidade da isoterma *liquidus* (V_L) variam de forma livre em relação ao tempo e a posição dentro do metal líquido, tal situação ocorre em grande parte dos processos industriais e dificulta a modelagem teórica, tomando este aspecto, é extremamente importante a avaliação teórico-experimental da influência destas variáveis (velocidade (V_L), gradiente (G_L) e taxas de resfriamento (\dot{T}) em condições de solidificação unidirecional transitória, sobre parâmetros da macroestrutura e da microestrutura para os sistemas metálicos (GARCIA, 2005).

Entre os modelos mais simples e utilizados para solidificação unidirecional encontrados na literatura são: solidificação unidirecional vertical ascendente, solidificação unidirecional vertical descendente e solidificação unidirecional horizontal (COUTINHO, 2018).

2.1.1.1. Solidificação Unidirecional Ascendente

No sistema de solidificação unidirecional vertical ascendente Figura 2, a retirada de calor é no sentido vertical, ocorrendo de baixo para cima, tal mecanismo permite que a solidificação ocorra em sentido contrário à gravidade, favorecendo o contato metal/molde, nessa configuração os valores resultantes de h_i são maiores e tidos como constante durante todo o processo de solidificação (BESKOW, 2008; ROSA, 2007).

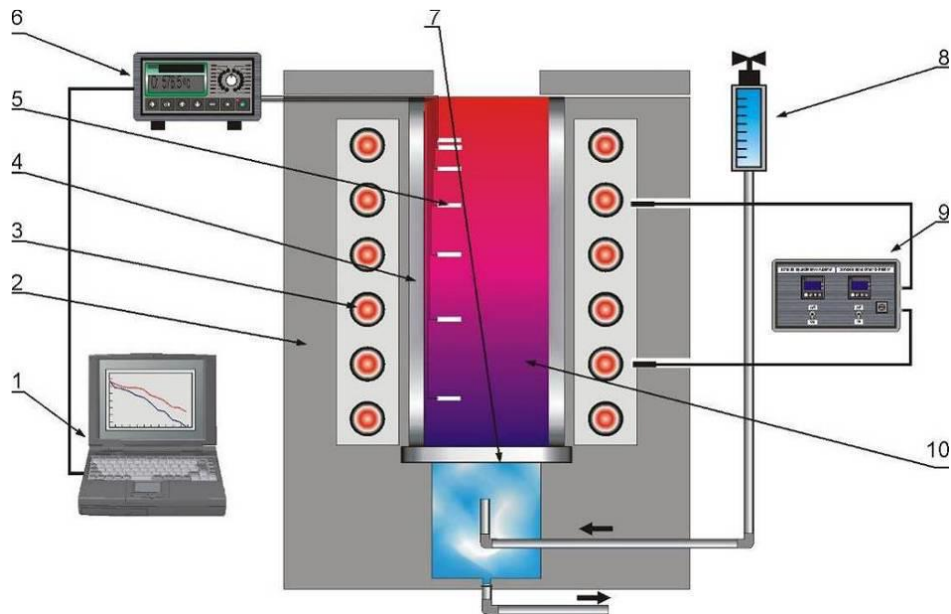


Figura 2: Representação esquemática do dispositivo de solidificação ascendente: 1. Aquisição via computador; 2. Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida; 5. Termosensores; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Câmara de refrigeração; 8. Rotâmetro; 9. Controle de potência do forno, 10. Metal líquido (ROSA, 2007).

Como nesse caso a solidificação atua contra a gravidade, há um maior contato entre o lingote e a chapa molde. Desta forma as temperaturas no líquido são crescentes em direção ao topo do lingote, com isso, o líquido mais denso aproxima-se à fronteira de transformação sólido/líquido, favorecendo para que não ocorra correntes convectivas, tanto por diferenças de temperatura como por diferenças de massa específica. Assim para critérios experimentais e cálculos teóricos estas variáveis são desconsideradas, uma vez que a transferência de calor dentro do mecanismo é realizada principalmente por condução térmica unidimensional (BESKOW, 2008; COUTINHO, 2018; ROSA, 2007).

2.1.1.2 Solidificação Unidirecional Descendente

Esse processo se assemelha à solidificação ascendente, no entanto a superfície de retirada de calor agora é localizada no topo da lingoteira, onde a retirada de calor agora é no sentido a favor da gravidade. Desta forma o sistema de solidificação unidirecional descendente Figura 3, configura uma situação de maior resistência térmica à passagem de calor do lingote em direção ao fluido de refrigeração, quando comparada com a solidificação ascendente, é válido reforçar que nesse caso sempre há presença de algum movimento convectivo, já que o perfil de temperatura do líquido é crescente em direção à base do lingote, que se encontra isolada termicamente, o que significa que ocorrerá convecção ocasionada pela diferença de temperatura no líquido, existe ainda a possibilidade da formação de uma estrutura mais densa,

nesse caso pode ocorrer convecção por diferença de densidade (DANTAS, 2014; ROSA, 2007).

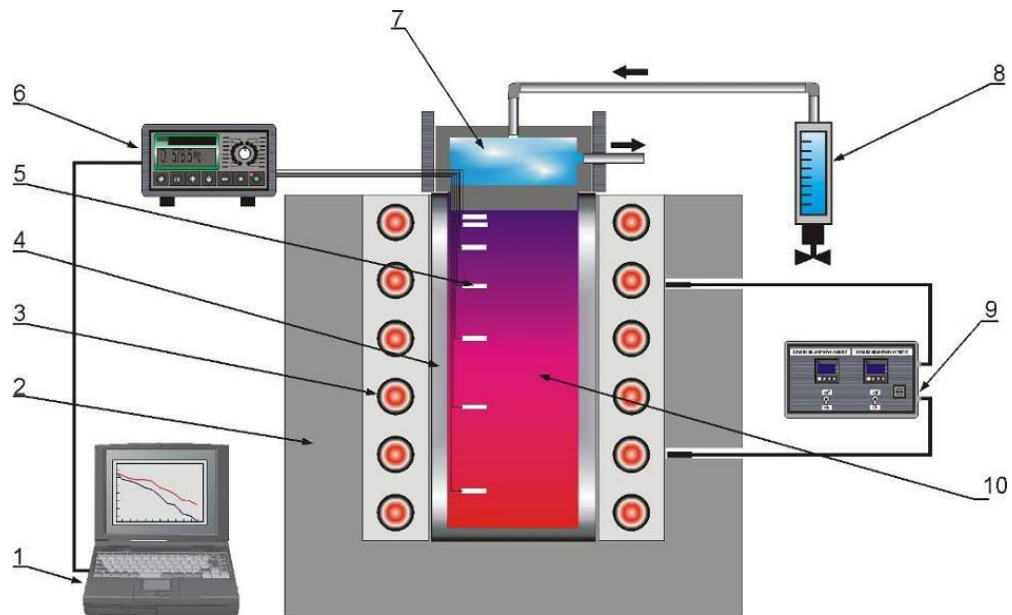


Figura 3: Representação esquemática do dispositivo de solidificação vertical descendente: 1. Aquisição via computador; 2. Material refratário isolante; 3. Resistências elétricas (sistema de aquecimento); 4. Lingoteira bipartida; 5. Termosensores; 6. Registrador de dados térmicos; 7. Câmara de refrigeração; 8. Rotâmetro; 9. Controle de potência do forno, 10. Metal líquido (ROSA, 2007).

2.2. Variáveis térmicas

Considerando a curto modo que a solidificação de materiais é um processo de transferência de calor em regime transitório, onde a transformação líquido/sólido é acompanhada de liberação de energia térmica, formando uma fronteira móvel que separa as duas fases distintas. A análise da transferência de calor na solidificação apresenta uma cinética do sistema de solidificação complexa que influencia e determina o arranjo e refinamento do produto solidificado, desta forma as variáveis térmicas como: Posição da isoterma *liquidus* (P_L), velocidade da isoterma *liquidus* (V_L), taxa de resfriamento (\dot{T}) e gradiente térmico (G_L), definem a formação da macro e microestrutura bruta, bem como suas propriedades mecânicas finais (COUTINHO, 2018; DANTAS, 2014).

2.2.1. Posição da isoterma *liquidus* (P_L)

Obtida através de procedimentos experimentais, a posição da isoterma *liquidus* representa o tempo de passagem dos pares ordenados (posição do termopar em relação à chapa/molde e o tempo). Desta forma é possível obter o tempo de passagem da isoterma traçando uma reta paralela ao eixo do tempo, onde a interseção dessa reta com a curva de resfriamento permite definir os tempos correspondentes para cada posição (COUTINHO, 2018;

FILHO, 2013).

2.2.2. Velocidade Da Isotherma *Liquidus* (V_L)

A velocidade da isoterma *liquidus* representa a rapidez com que a frente de solidificação avança ao longo do material, desta forma é definida como a derivada da função P_L , Equação 1. Onde representa a velocidade que a frente de solidificação avança ao longo do lingote, desta forma a derivada da função é aplicada para cada posição em relação a chapa/molde. Nesse sentido com o avanço da solidificação é como a redução da velocidade, uma vez que o aumento da camada solidificada proporciona também um aumento da resistência térmica a ser superada (COUTINHO, 2018; DANTAS, 2014; FILHO, 2013; ROSA, 2007).

Equação 1 - Velocidade da isoterma *liquidus*.

$$V_L = \frac{dP}{dt}$$

2.2.3. Taxa De Resfriamento (\dot{T})

A taxa de resfriamento, tida como a perda de temperatura em função do tempo, ou seja, quanto calor está sendo extraído da peça em um determinado instante do processo de solidificação, conforme Equação 2 (DANTAS, 2014; FILHO, 2013).

Equação 2 – Taxa de resfriamento.

$$\dot{T} = \frac{dT}{dt}$$

2.2.4. Gradiente Térmico

Sendo a única variável do processo de solidificação onde não há controle devido a dependência da taxa de resfriamento, do material e de outros fatores, o gradiente térmico (G_L), indica como a temperatura está distribuída por unidade de comprimento, desta forma é definida pela Equação 3 (COUTINHO, 2018; DANTAS, 2014).

Equação 3 – Gradiente térmico.

$$G_L = \frac{dT}{dx}$$

Assim, o gradiente é nada mais que a diferença da temperatura da parte sólida em relação à parte ainda no estado líquido. Desta forma, no processo de solidificação unidirecional o aumento do gradiente térmico favorece o surgimento de grãos, e vai decaindo com o tempo assim como a velocidade (DANTAS, 2014; GARCIA, 2011).

2.3. Transferência de calor no processo de solidificação

A extração de calor é em regime transitório com mudança de fase no processo de solidificação de ligas metálicas, com a temperatura variando em função do tempo e do espaço, com isso a mudança não ocorre apenas com a variação da posição no interior do corpo, mas também com o tempo para uma mesma posição. Com isso, a taxa de transferência através do corpo, como a energia interna do corpo mudam com o tempo, ocorrendo como um mecanismo de ajuste da mesma (BESKOW, 2008; COUTINHO, 2018; ROCHA, 2003).

Desta forma, sempre que ocorre uma diferença de temperatura em um meio, ou em meios diferentes, ocorre, necessariamente, transferência de calor, onde existem três modos de transferência, sendo eles: condução, convecção e radiação. A Figura 4 ilustra os modos de transferência de calor que podem ocorrer ao longo de uma solidificação unidirecional ascendente com o molde metálico refrigerado a água (BESKOW, 2008; ROSA, 2007).

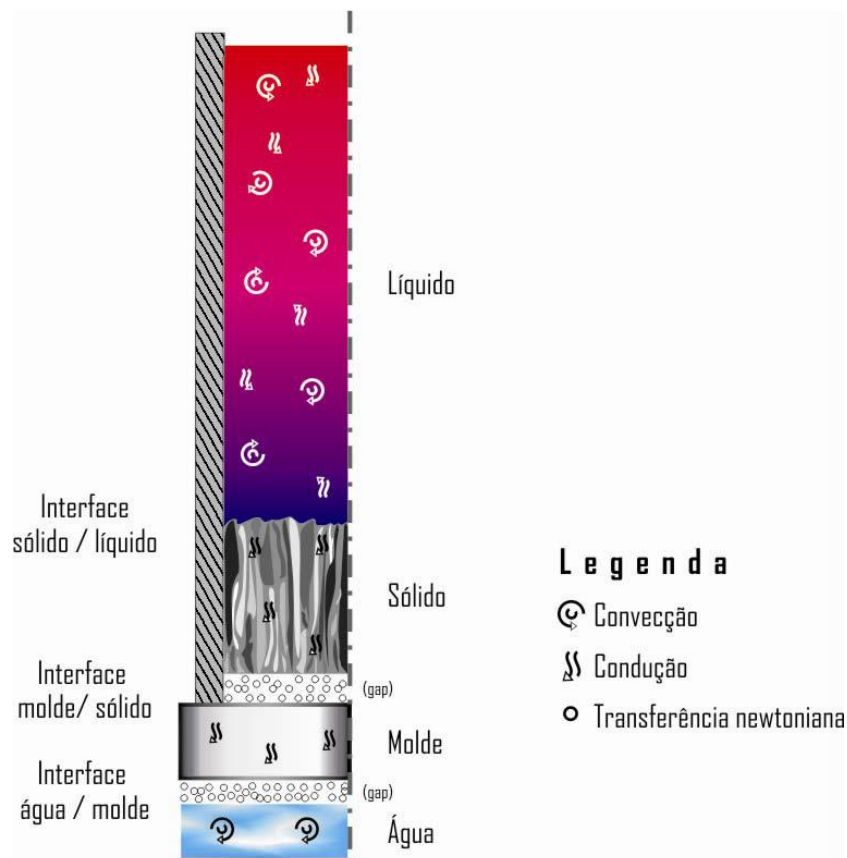


Figura 4 - Modos de transferência de calor atuantes em um sistema de solidificação vertical ascendente refrigerado a água (ROSA, 2007).

Em termos de solidificação de metais, a condução é o mecanismo onde o calor é transferido internamente a um meio estacionário, molde ou metal submetido à solidificação, que pode estar sólido ou líquido. A convecção nesse contexto é relacionada a transferência de

calor que irá ocorrer entre uma superfície e um fluido em movimento quando eles se encontram em temperaturas diferentes, e está relacionada à perda de calor da superfície externa do molde ao meio ambiente, com a superfície do metal exposta ao ambiente e com as correntes convectivas surgidas no metal líquido devido à tendência de equalização da temperatura do metal líquido. A radiação existe em toda superfície onde uma temperatura finita emite energia na forma de ondas eletromagnéticas, assim, sem a necessidade de um meio material para dissipação da mesma. No processo de solidificação, a radiação está relacionada com a perda de calor do molde para o ambiente ou então do metal ao ambiente quando o mesmo encontra-se exposto (BESKOW, 2008).

2.3.1. Transferência de calor newtoniana

Em termos de solidificação, o molde utilizado para conferir o formato ao metal líquido, também atua como superfície de retirada de calor. Nesse contexto, o ponto de contato metal/molde apresenta um sistema de retirada de calor múltiplo, a esse sistema dá-se o nome de transferência newtoniana, que é nada mais que a existência dos três mecanismos atuantes de forma simultânea. Ocorre desde o vazamento do metal, onde conforma-se de acordo com a geometria do molde e com as paredes laterais do mesmo, contudo o não preenchimento perfeito gera tanto regiões de contato direto e indireto responsáveis pela condução e convecção, a Figura 5 ilustra a atuação da transferência newtoniana na interface metal/molde.

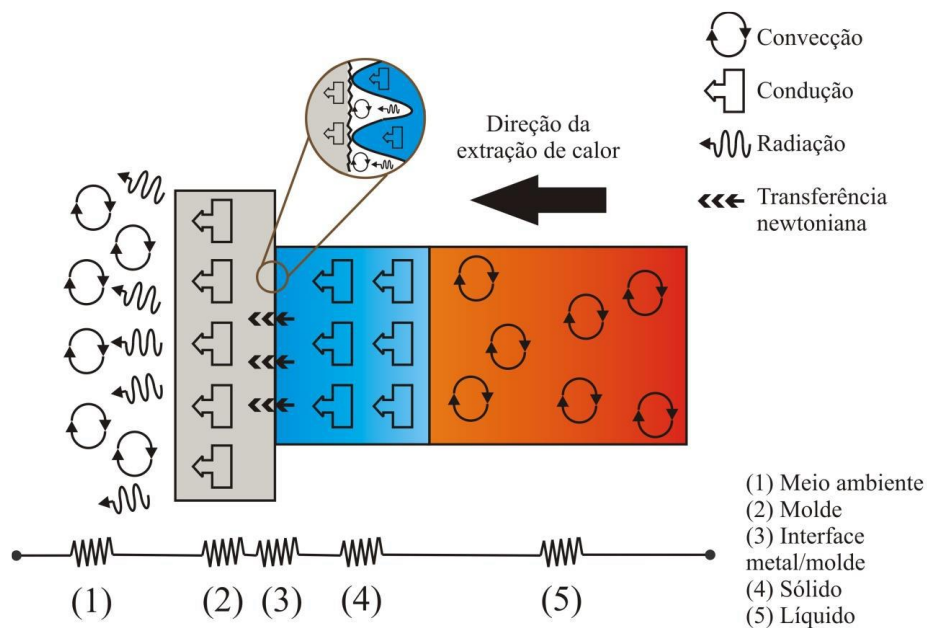


Figura 5 - Modos de transferência de calor atuantes na região metal/molde (KAKITANI, 2017).

Nessa superfície de contato, a transferência de calor na interface metal/molde se dá por condução pelos pontos de contato e pelos gases aprisionados que geram espaços criados, e

também por convecção e radiação entre as duas superfícies separadas. Newton admitiu que as superfícies são perfeitamente planas e com uma pequena faixa separada por um gás com o modelo equivalente de Newton, Figura 6 . Com isso, o fluxo de calor do material para o molde, a interface é demonstrada pela Equação 4 (BESKOW, 2008; COUTINHO, 2018; GARCIA, 2011; KAKITANI, 2017).

Equação 4 – Condições de fluxo de calor.

$$q_N = h_i(T_{is} - T_{im})$$

Onde:

q_N = Fluxo de Calor Newtoniano (W/m²);

h_i = Coeficiente de transferência de calor metal/molde (W/m².K);

T_{is} e T_{im} = Temperatura interna da superfície do metal e do molde respectivamente (K).

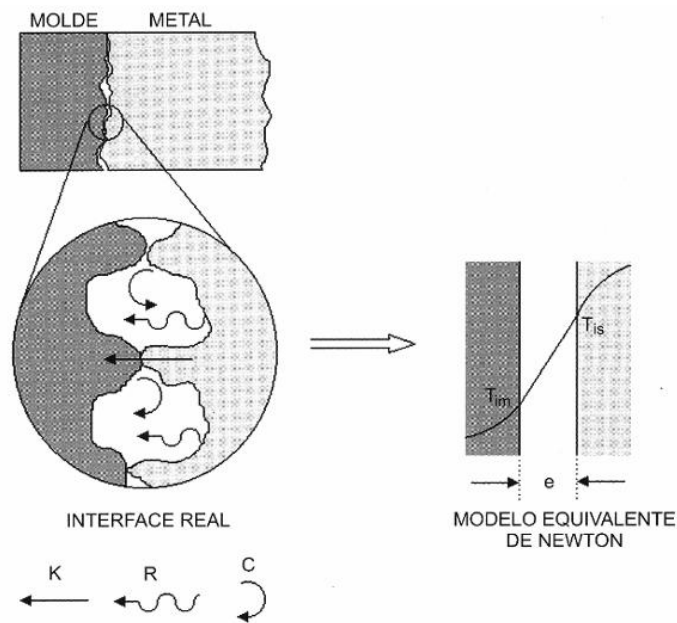


Figura 6 - Modos de transferência de calor newtoniana na interface metal/molde (BESKOW, 2008).

2.2. Estruturas de solidificação

No decorrer do processo de fabricação do material, o mesmo tende a transportar tanto suas propriedades físicas quanto químicas ao produto final, nesse sentido a formação estrutural advinda das técnicas de solidificação imprimem e definem as características comportamentais do produto solidificado, por esse motivo é de grande importância o conhecimento das estruturas formadas, onde diversos estudos são feitos a fim de prever as propriedades e destinar os materiais à aplicação mais adequada. Neste contexto as estruturas de solidificação podem ser

subdivididas em: macroestruturas e microestruturas. Onde a primeira são as formações morfológicas estruturais da amostra e podem ser observadas a olho nu quando atacadas adequadamente, a microestrutura é a observação da morfologia em aspecto mais específico e pode ser analisada com o auxílio de microscópio de aumento (DANTAS, 2014; GARCIA, 2011).

2.2.1. Macroestrutura

A partir da formação de núcleos sólidos no líquido, crescendo em função das condições locais de resfriamento, se processa a solidificação. Onde a macroestrutura de um metal solidificado é adotada como a caracterização dos seus grãos cristalinos, ou seja, suas dimensões, orientações cristalográficas, forma e distribuição, possuindo elevado grau de anisotropia para redução do desempenho e das propriedades mecânicas. Nesse sentido, grande parte das propriedades mecânicas das ligas metálicas é dependente do tamanho do grão na estrutura, que por sua vez é quase previsto durante o processo de solidificação, assim a análise do desenvolvimento da macro e microestrutura de solidificação, destaca-se que o mecanismo físico envolvido permanece pouco claro e despertam interesse. O aspecto mais importante na formação da macroestrutura de um metal fundido está ligado à sua correlação com as propriedades mecânicas do produto solidificado (COUTINHO, 2018; DANTAS, 2014; KAKITANI, 2017).

De forma geral, nos materiais policristalinos é possível identificar três zonas macroestruturais distintas, denominadas: coquilhada, colunar e equiaxial, conforme apresentado na Figura 7. No entanto uma forma estrutural mais complexa é composta por duas estruturas, ou seja, por TCE (Transição Colunar/Equiaxial). A previsão desta transição é de grande interesse na programação das propriedades mecânicas dos produtos moldados(COUTINHO, 2018).

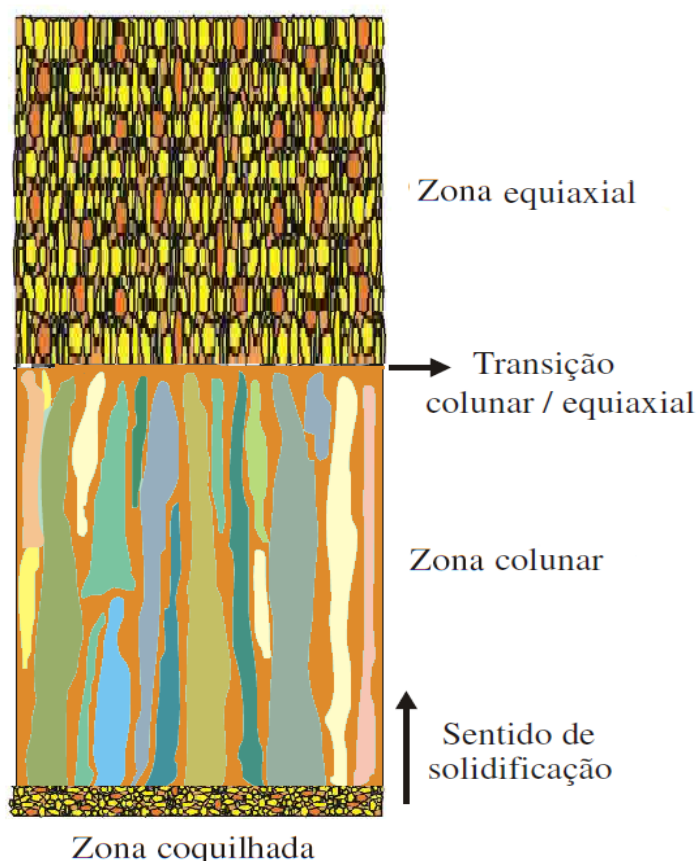


Figura 7 : Representação esquemática da macroestrutura de solidificação unidirecional (DANTAS, 2014).

A zona coquilhada é formada por uma camada de grãos cristalinos com orientações aleatórias, onde os mesmos nucleiam e crescem sobre a parede do molde, e são mais notáveis quanto maior for o contato térmico da interface metal/molde, e menor for a temperatura do molde e do vazamento do metal líquido. Assim o tamanho dessa zona depende de uma série de fatores dentre os quais pode-se citar as propriedades termofísicas do material do molde, o coeficiente de transferência de calor metal/molde e a temperatura de vazamento do metal líquido (BESKOW, 2008; DANTAS, 2014; GARCIA, 2011; PERES, 2005).

A zona colunar é formada por grãos longos e alinhados paralelamente à direção do fluxo de calor, onde se inicia a formação a partir do crescimento dos grãos coquilhados, por meio de crescimento seletivo e preferencial, assim os núcleos tendem a crescer de forma mais rápida que os outros, bloqueando o crescimento dos demais grãos coquilhados, Figura 8 (BESKOW, 2008; GARCIA, 2011; PERES, 2005).

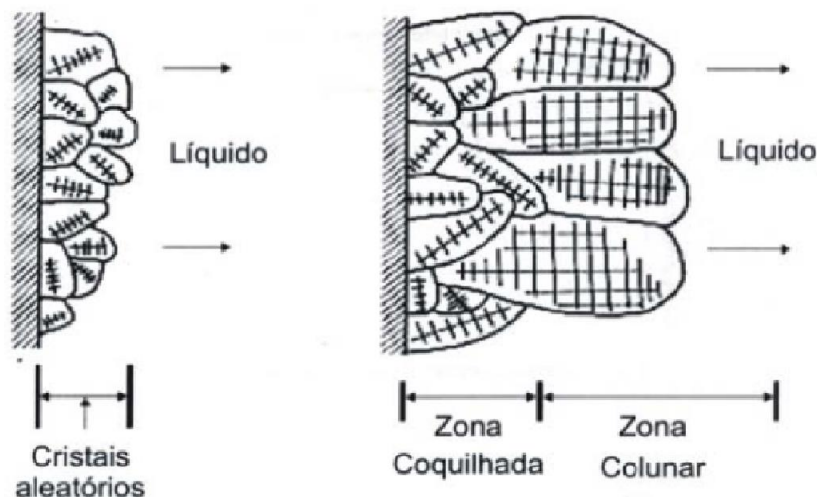


Figura 8 : Esquema de crescimento dos grãos na região coquilhada e do surgimento de grãos colunares a partir da região coquilhada com orientação favorável (GARCIA, 2011).

A formação da zona equiaxial é formada quando o líquido no interior da peça torna-se super-resfriado térmico e constitucional, quando isso ocorre, qualquer embrião sólido formado cresce de forma aleatória, o que provoca o bloqueio do crescimento colunar. Os grãos equiaxiais podem surgir como decorrência de eventos isolados de nucleação, a partir da zona colunar ou da nucleação de cristais na superfície livre do líquido. Os núcleos geradores têm várias origens, mas só podem crescer após o líquido ter atingido temperaturas abaixo da *liquidus* (BESKOW, 2008; DANTAS, 2014; GARCIA, 2011; PERES, 2005).

A zona de transição colunar-equiaxial (TCE), é uma forma estrutural mista que ocorre quando é possível nuclear e crescer grãos equiaxiais à frente da interface colunar de crescimento, provocando uma transição entre os modos de crescimento. Desta forma, essa zona apresenta um mecanismo complexo, dependente de algumas variáveis que tornam o processo de compreensão difícil. A determinação do ponto em que ocorre a transição colunar/equiaxial é importante para o planejamento do processo e para que se possam projetar as propriedades mecânicas do produto (COUTINHO, 2018; DANTAS, 2014; GARCIA, 2011).

2.2.2. Microestruturas

As formações microestruturais decorridas do processo de solidificação são relacionadas à evolução da interface entre o sólido e o líquido (S/L) durante o processo de solidificação. Onde essas estruturas podem passar da forma planar (própria dos metais puros), para estruturas celulares e dendríticas devido as alterações nos parâmetros térmicos do sistema metal/molde durante a solidificação (GOULART, 2010; PEIXOTO, 2009).

Desta forma, o soluto ou o solvente da liga é segregado na interface S/L, provocando

uma distribuição não uniforme no líquido à frente da interface, ocasionando instabilidade à frente de solidificação. O aumento do teor de soluto a frente da interface S/L promove o surgimento de um fenômeno favorável à nucleação e responsável por sua gradativa instabilidade, conhecido como super-resfriamento constitucional (SRC). Assim, dependendo do valor do SRC, essa instabilidade causada na interface S/L origina diferentes morfologias, denominadas: planar, celular e dendrítica, apresentado na Figura 9 (DANTAS, 2014; GOULART, 2010).

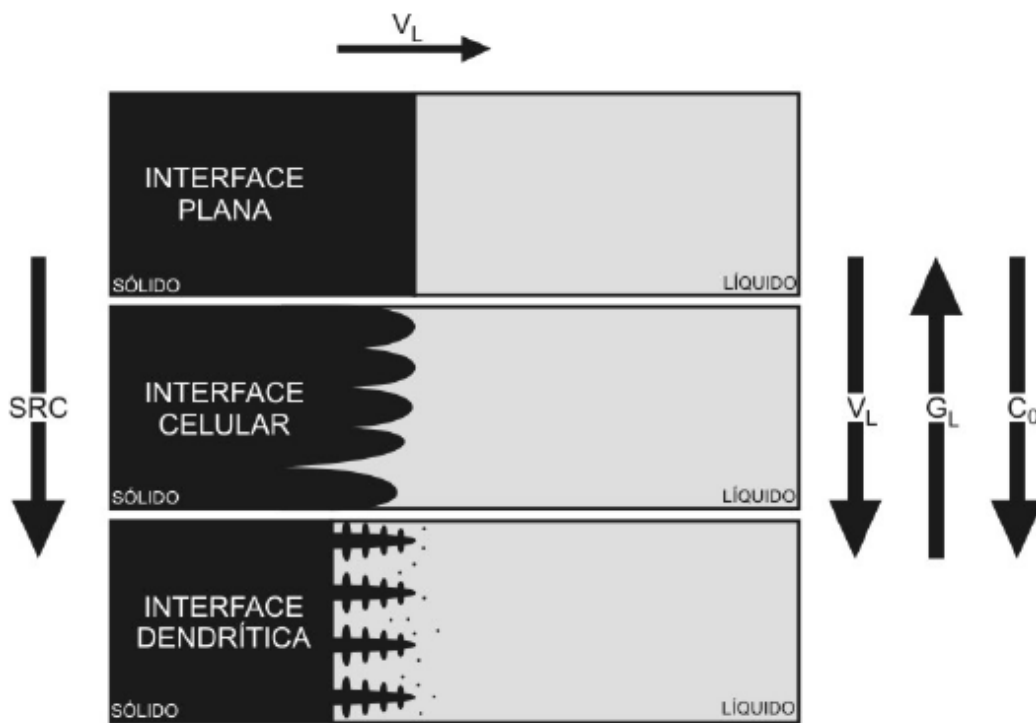


Figura 9 : Representações esquemáticas da formação das estruturas de solidificação: SRC – grau de super-resfriamento; G_L – gradiente térmico à frente da interface; V_L – velocidade da isoterma liquidus; e C_0 – concentração (GOULART, 2010).

Estruturas completamente dendríticas apresentam parâmetros estruturais denominados espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e secundários (λ_2), conforme Figura 10, tais espaçamentos são acompanhados pelos produtos segregados, porosidades e contornos de grão, que constituem o arranjo estrutural responsável pelas características mecânicas da liga, conforme Figura 11 (GOULART, 2010).

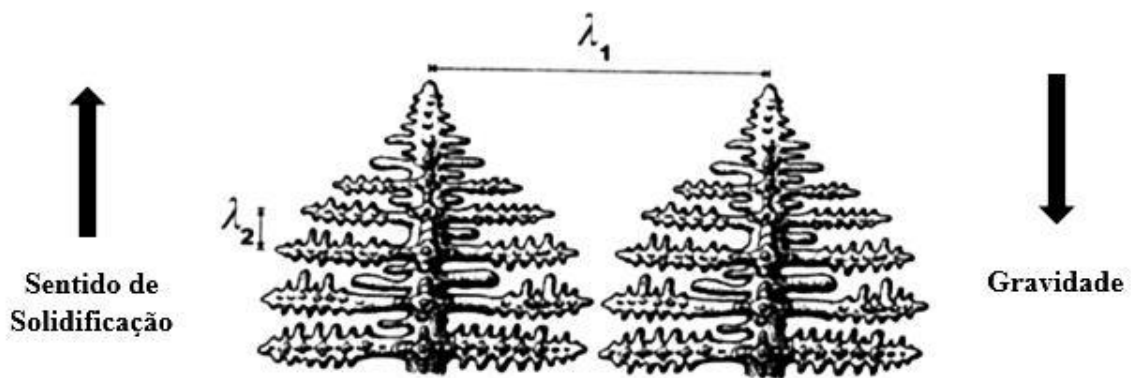


Figura 10 : Esquema representativo das ramificações dendríticas primárias (λ_1) e secundárias (λ_2) (CHOUDHARY et al., 2017).

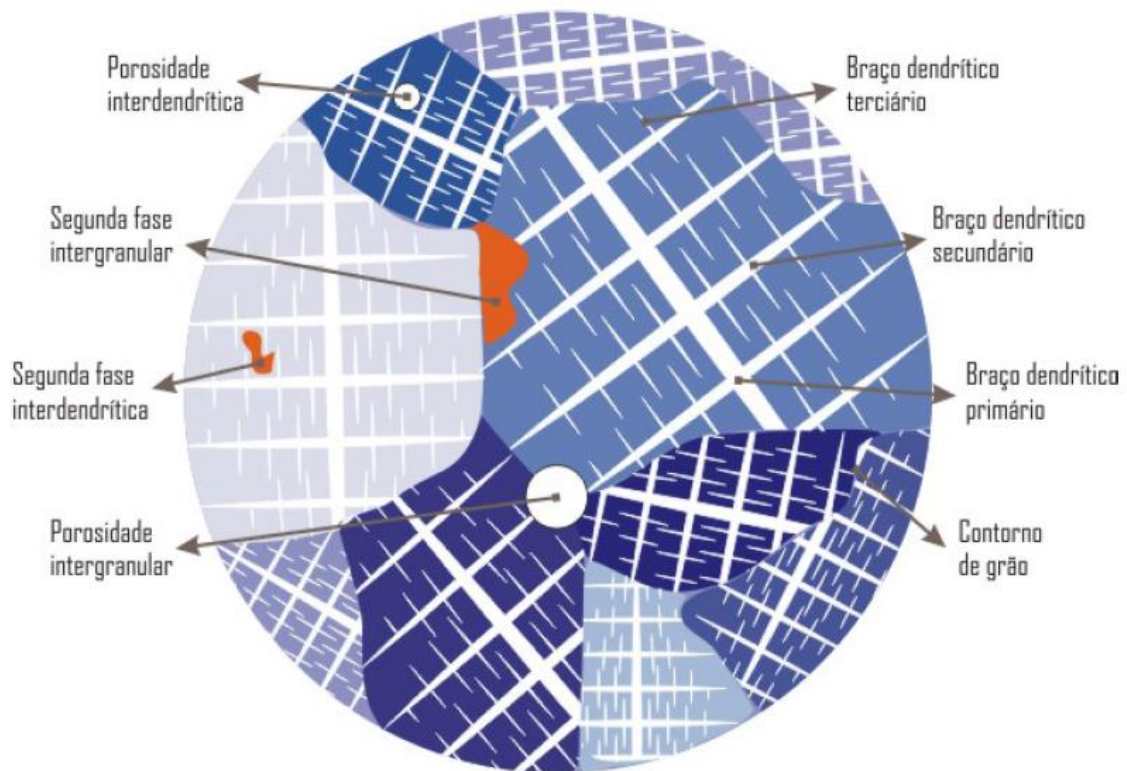


Figura 11: Arranjo estrutural responsável pelas propriedades mecânicas dos materiais fundidos (ROSA, 2007).

A formação dendrítica é a forma mais comum encontrada em ligas metálicas fundidas, onde como já mencionado, os graus de refinamento das mesmas influenciam diretamente as propriedades mecânicas, na resistência à corrosão e nos tratamentos térmicos posteriores dos produtos. Desta forma, espaçamentos intercelulares e interdendríticos menores favorecem uma distribuição uniforme da segregação microscópica pertinente entre as ramificações celulares ou dendríticas para a microestrutura. Assim aumento do SRC promove maior instabilidade com surgimento de braços secundários que caracterizam a rede dendrítica, onde os espaçamentos

dendríticos são utilizados para a determinação dos efeitos e condições de solidificação sobre a microestrutura formada (COUTINHO, 2018; GOULART, 2010; MORAIS, 2015; REIS, 2017).

Os espaçamentos dendrítico dependem das condições térmicas durante o processo de solidificação, por isso a importância de se poder contar uma forma quantitativa que permite expressar essa interdependência. A taxa de resfriamento (\dot{T}) pode ser correlacionada com as variáveis térmicas da solidificação, como velocidades de deslocamento de isoterma características (V_L) e gradientes térmicos (G_L), que, por sua vez, estão relacionados com parâmetros operacionais como temperatura de vazamento (T_v) e coeficientes de transferência de calor nas interfaces metal/molde (h_i) e molde/ambiente (h_{amb}) (GOULART, 2010).

2.3 SEGREGAÇÃO

O mecanismo de segregação é um fenômeno comum que ocorre durante o processo de solidificação e influencia de forma direta as propriedades mecânicas do material, desta forma esse fator não só possui a capacidade de modificar os comportamentos mecânicos, como também as propriedades físicas e químicas do produto, onde pode ocorrer heterogeneidades tanto de forma macroscópica como microscópica e pontual. Desta forma, a segregação compreende a diferença de concentração da liga produzida com a distribuição dos elementos na mesma, manifestando-se em qualquer liga ou componente impuro como resultado da rejeição do soluto ou impureza na interface sólido/líquido, e ajustada na solidificação pelo mecanismo de transporte de massa resultante (DANTAS, 2014; FERREIRA, 2004; GARCIA, 2011; GOMES, 2012).

Entre os diferentes efeitos que permitem a ocorrência da movimentação de soluto destaca-se: movimento do líquido durante o preenchimento do molde; convecção causada por diferenças de densidade provocadas pela presença de diferenças de temperatura; convecção causada por diferenças de densidade decorrente de diferenças de composição no líquido; flutuação ou decantação de cristais em crescimento no líquido e movimento de líquido provocado por contrações térmicas ou volumétricas que acompanham a transformação sólido/líquido (DANTAS, 2014; GARCIA, 2011).

Em um nível mais aprofundado, a variação na distribuição da composição química a nível microestrutural, tal como dendritas e grãos, é referenciada como microsegregação. Em geral, pode ser eliminada ou minimizada recorrendo a tratamentos térmicos de homogeneização, uma vez que as distâncias envolvidas na microsegregação são de curto alcance, geralmente na ordem de 10 a 100 μm . Entretanto, a macrosegregação dificilmente pode ser removida, pois

suas distâncias normalmente variam da superfície ao centro da peça fundida, que dependendo do tamanho da peça, inviabiliza qualquer tipo de tratamento térmico de homogeneização (DANTAS, 2014; FERREIRA, 2004; GOMES, 2012).

Assim, o mecanismo de transporte de soluto longitudinal ocorre de forma paralela às ramificações dendríticas primárias provocando a macrossegregação, enquanto a rejeição lateral do soluto, é perpendicular a essas ramificações e responsável pela microssegregação (DANTAS, 2014; GARCIA, 2011).

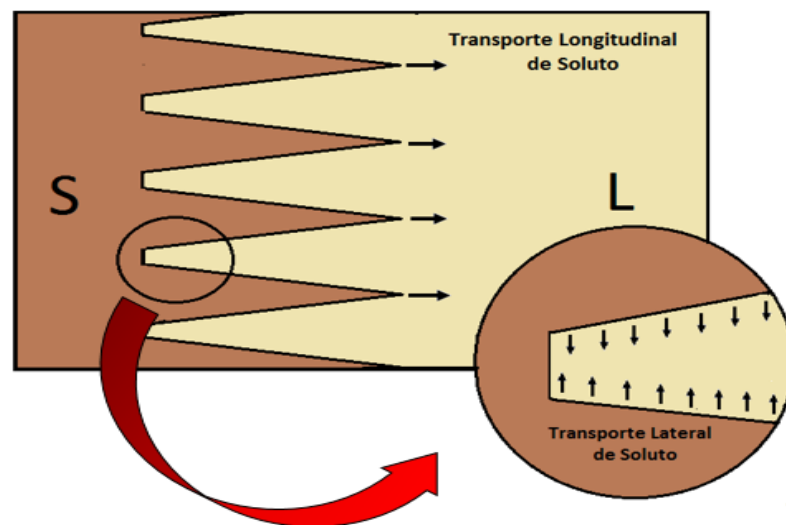


Figura 12: Representação esquemática do crescimento dendrítico com indicações dos transportes longitudinal e lateral de soluto (DANTAS, 2014).

Na macrossegregação, as forças atuantes deste tipo de mecanismo de segregação são: contração do volume específico do metal durante a solidificação; diferenças de massa específica ocasionadas pela formação de uma fase sólida ou por diferenças de composição; forças de origem externa ao sistema metal/molde, tais como a ação de forças centrífugas ou aplicação de campos eletromagnéticos, deformação da fase solidificada por ação de tensões térmicas ou de pressão e a formação de bolhas de gás (DANTAS, 2014; FERREIRA, 2004).

A macrossegregação em geral, é avaliada pela relação apresentada na Equação 5:

Equação 5: Relação de cálculo da macrossegregação

$$\Delta C = \bar{C}_s - C_o$$

Sendo:

C_o a composição inicial da liga e \bar{C}_s a composição média em determinado ponto após a solidificação.

Pode também ser avaliada por um índice de segregação ou razão de segregação, dado pela Equação 6.

Equação 6: Razão de segregação

$$\frac{C_{\text{Máx}}}{C_{\text{Min}}} \text{ ou } \frac{(C_{\text{Máx}} - C_{\text{Min}})}{(C_o)}$$

Onde, os termos representam as composições máxima e mínima, respectivamente. Uma terceira e última forma de se quantificar a macrossegregação é pelo grau de segregação, calculada através da Equação 7:

Equação 7: Análise do grau de segregação

$$\frac{\bar{C}_s}{C_o} \cdot 100$$

Considerada positiva quando $\bar{C}_s > C_o$, e negativa quando $\bar{C}_s < C_o$. A macrossegregação pode dividir-se em três categorias: segregação normal, segregação por gravidade e segregação inversa (DANTAS, 2014; GOMES, 2012)

A macrossegregação normal ocorre na solidificação onde a interface sólido/líquido se desenvolve e forma planar. Quando $k < 1$, as concentrações iniciais desenvolvem-se abaixo da composição nominal da liga e pelo acúmulo de soluto no líquido as posições centrais e finais do lingote se encontram em composição acima da liga. Nesse contexto a Figura 13 apresenta o esquema de distribuição de soluto esperado para esse tipo de segregação normal (DANTAS, 2014).

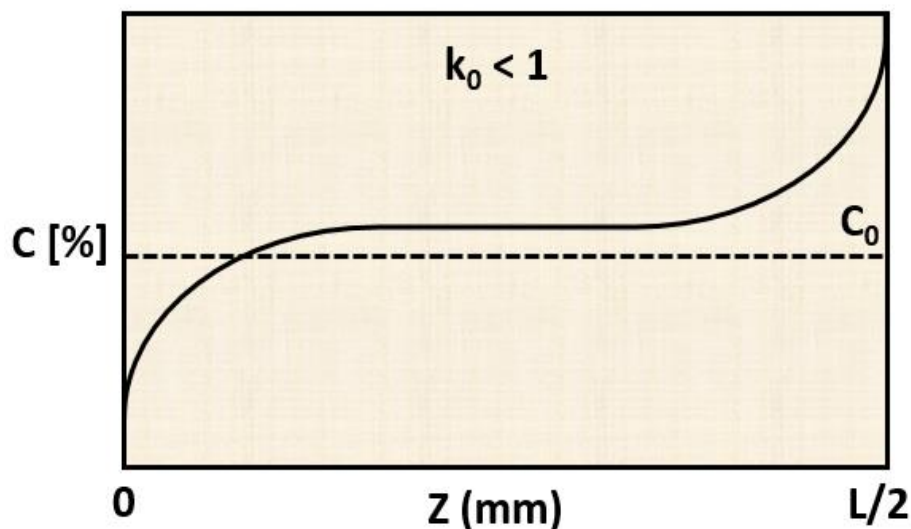


Figura 13: Variação final da composição de um lingote colunar após segregação normal (DANTAS, 2014).

Na segregação por gravidade os componentes sejam eles sólidos ou líquidos se separam em função de diferenças de massa específica. Desta forma através da flutuação ou decantação de fases líquidas ou sólidas ocorre a diferença de composição, que podem favorecer a formação de dendritas livres, onde sua massa específica em relação ao líquido em que estão contidas é que determina sua direção durante o movimento. Se esses grãos dendríticos apresentarem massa específica superior à do líquido, eles irão decantar, provocando a formação de uma zona de segregação negativa na base da peça ou lingote (para ligas com $k < 1$), uma vez que os cristais formados inicialmente têm menor concentração de soluto e darão origem a uma região de concentração menor que a média, Figura 14. De forma inversa cristais primários ao nuclearem podem flutuar em função do menor peso específico em relação ao do líquido a partir do qual são formados, como ocorre para ligas de antimônio-chumbo (DANTAS, 2014; GARCIA, 2011).

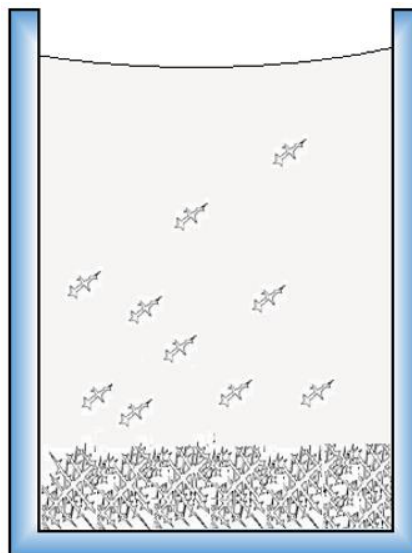


Figura 14: Segregação por gravidade devido a diferença de massa específica das dendritas e do líquido (DANTAS, 2014).

A segregação inversa caracteriza-se por concentrações de soluto maiores que a composição nominal da liga nas regiões próximas da superfície, conforme Figura 15, onde é causada pelo movimento do fluxo de líquido interdendrítico em sentido contrário ao da evolução da frente sólido/líquido. Assim, pode ser observado uma variação da composição média com a distância a partir da superfície da peça ou lingote. Para ligas com $k < 1$, espera-se que a última fração de líquido remanescente seja rica em solvente. No mecanismo de segregação, a forma inversa é a forma mais comum e que representa ligas do sistema Al-Cu mesmo contendo agente modificador como Ni e Si (DANTAS, 2014; FERREIRA, 2004;

GOMES, 2012; MOUTINHO et al., 2013; OSÓRIO et al., 2007; RODRIGUES, 2017; ROSA, 2004).

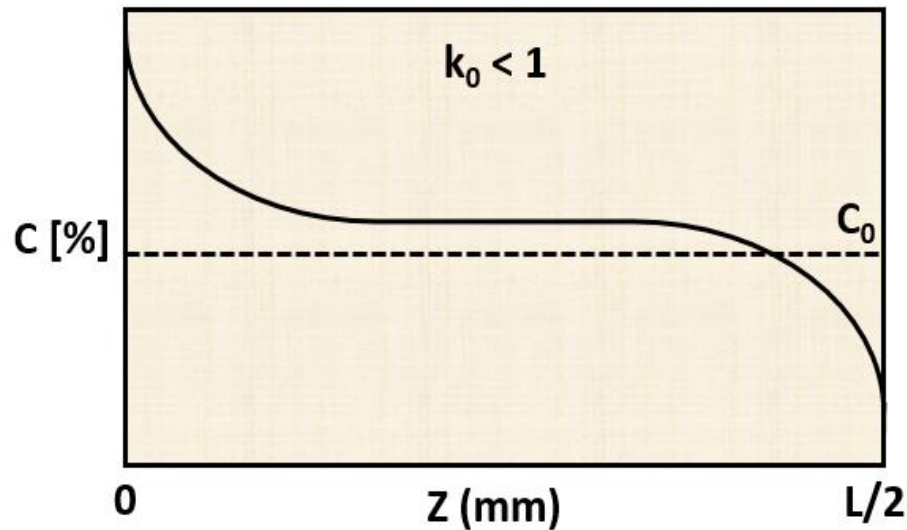


Figura 15: Variação final da composição de um lingote colunar após segregação inversa (DANTAS, 2014).

Desta forma, a formação dendrítica, favorecem que os canais interdendriticos com elevada concentração de soluto devido a difusão lateral deste elemento constituinte da liga. Devido a contração durante a solidificação (para a maioria dos metais), e o líquido interdendrítico com elevado teor de soluto tende a escoar em buca de mais frias do sistema, ou seja, em direção a raiz das dendritas, produzindo concentração de soluto anormal nas regiões mais externas do lingote. Esta condição é denominada de segregação inversa, porque a distribuição de soluto é oposta aquela esperada para a segregacao normal onde o centro do lingote apresenta teores de soluto maiores que a superfície (DANTAS, 2014; GARCIA, 2011; GOMES, 2012).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Procedimentos iniciais

Neste capítulo será tratado da metodologia utilizada para a obtenção e caracterização das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb, solidificadas de forma unidirecional ascendente, compreendendo os seguintes passos e representada no fluxograma Figura 16.

1. Obtenção do diagrama de fases pseudo-binário, com percentual de Nb fixado em 0,4%, obtido através do software Thermo-Calc;
2. Cálculo estequiométrico em massa, para a confecção das ligas;
3. Preparação e montagem do dispositivo para a obtenção dos lingotes por solidificação unidirecional ascendente;
4. Obtenção das curvas de resfriamento pelos termopares durante a solidificação;
5. Determinação dos parâmetros térmicos (posição, velocidade, taxa e gradiente) para cada um dos termopares posicionados ao longo do lingote;
6. Análise da macroestrutura de solidificação;
7. Cortes longitudinais e transversais do lingote solidificado, possibilitando a retirada das amostras necessárias para análise metalográfica, microscopia óptica e eletrônica de varredura, e de segregação (fluorescência de raio-X, DSC), e microdureza;
8. Medição dos espaçamentos dendríticos primários e secundários;
9. Obtenção dos corpos de prova para determinação dos módulos elásticos via Sonelastic;
10. Análise dos resultados obtidos.

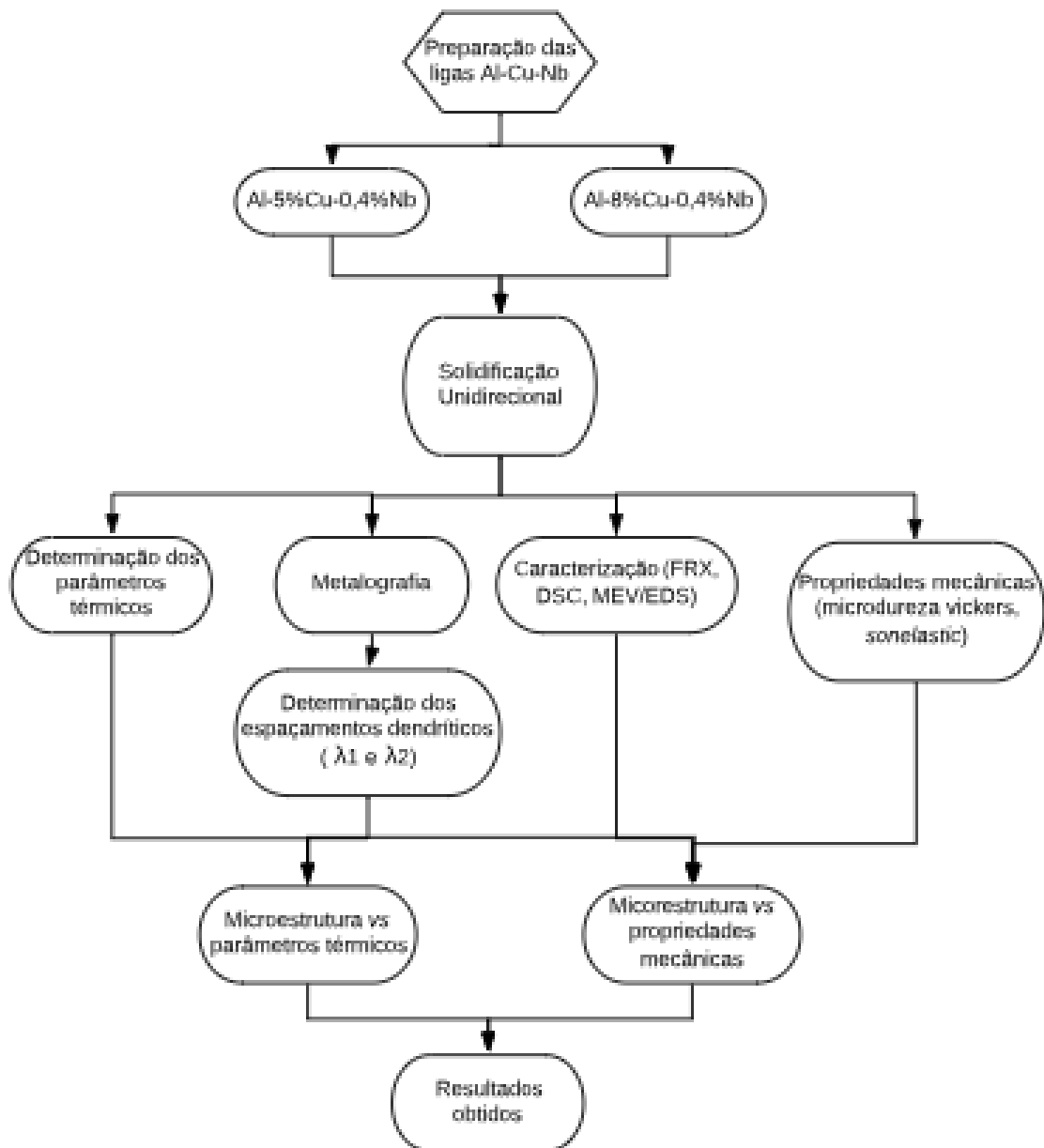


Figura 16: Fluxograma do procedimento experimental.

3.2 Cálculos estequiométricos

A fim de realizar os cálculos estequiométricos as amostras dos metais, foram submetidas a análises semi-quantitativas através de espectrofotometria de fluorescência de raios-x por energia dispersiva, utilizando o equipamento EDX-XDF 720 da Shimadzu, que analisa elementos em baixas concentrações desde o Na11 a U92. Desta forma as concentrações foram levadas em consideração no balanço de massa, diante disto, os principais elementos encontrados no alumínio, cobre e no nióbio estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Composição química do alumínio e níquel utilizados para a fabricação dos lingotes.

Metal	Composição (% em peso)						
	Al	Cu	Nb	Fe	S	Si	Outros
Alumínio	99,40	-	-	0,23	0,03	0,30	0,04
Cobre	-	99,18	-	-	0,38	-	0,44
Nióbio	-	-	99,56	-	-	-	0,54

Foi utilizado para o corte dos materiais serra fita fabricada pela Starrett, modelo St-3720, com refrigeração para realizar os cortes dos metais, posteriormente pesados em balança eletrônica Balmak, linha Brasil, com capacidade máxima de 5 Kg e mínima de 20 g com precisão de 1 g.

3.3 Elaboração e fabricação da liga

Através da obtenção do diagrama de fases pseudo-binário pelo software Thermo-Calc (Figura 17), foi possível prosseguir com a exploração das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb, entretanto detectou-se uma breve discrepância, uma vez que o diagrama apresenta a temperatura de fusão inicial acima de 1000° C, o que está em desacordo com os estudos relacionados as ligas Al-Nb, e pode ser constatado pela análise do diagrama binário, conforme Figura 18, tais informações só reafirmam a necessidade de se estudar o referido sistema ternário. O alumínio previamente pesado, foi colocado em cadinho de grafite ligado a carbono AGF-8, da Salamander GF, com capacidade de 0,9 L que estava revestido com alumina, levado ao forno tipo mufla, da Elektro Therm, modelo Linn, com temperatura máxima de trabalho de 1200° C.

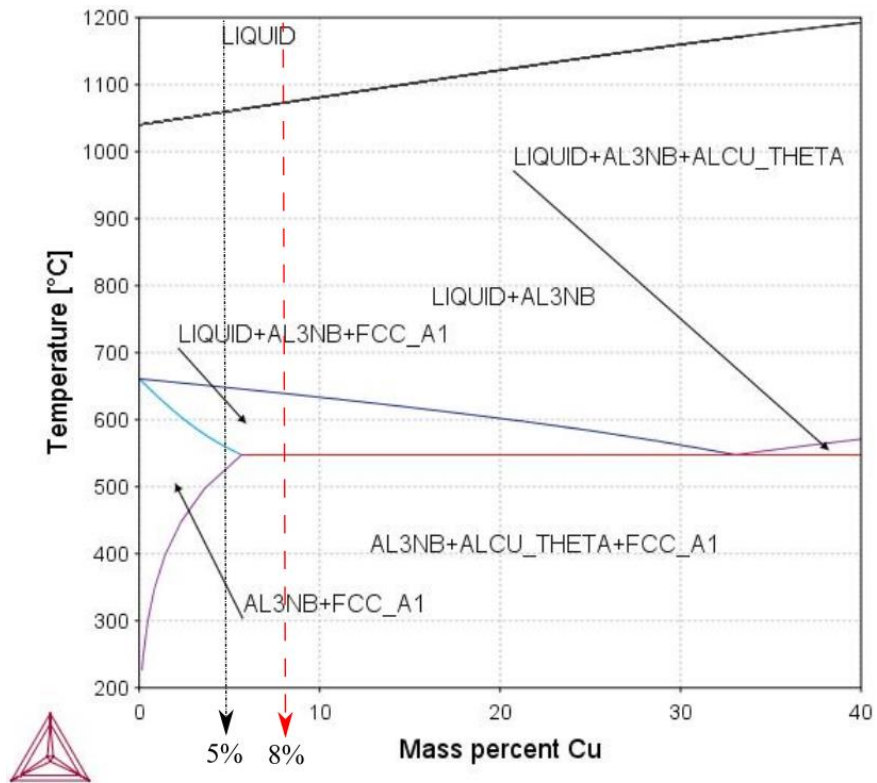


Figura 17: Diagrama de fases pseudo-binário da liga Al-Cu-Nb com 0,4% Nb fixo, (Thermo- Calc).

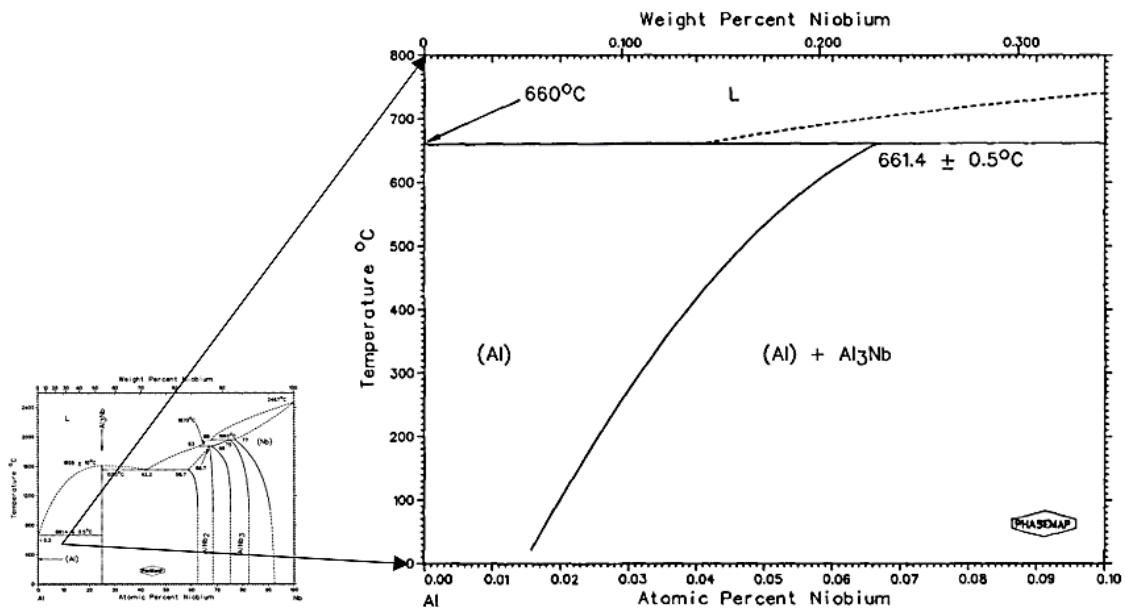


Figura 18: Diagrama de fase da liga Al-Nb, adaptado (COUTINHO, 2018; ELLIOTT; SHUNK, 1981).

Após a fusão do alumínio, adicionou-se nióbio, onde os metais foram agitados com haste de aço inoxidável revestida com alumina para facilitar a difusão e obter uma mistura

homogênea. Após a difusão do Nb no Al, o Cu foi adicionado repetindo o procedimento. Dessa forma, o cadinho foi retirado do forno e posicionado em caixa de areia para realização da aferição da temperatura *liquidus* (T_L). Utilizou-se termopar tipo K (chromel-alumel) com isolamento mineral e diâmetro de 1,5 mm da Ecil Temperatura Industrial inserido no interior do metal líquido onde os dados foram coletados pelo aquisitor da National Instruments modelo Hi-Speed USB Carrier. Após medição, os materiais foram refundidos, as ligas receberam injeção de argônio por 1 minuto, o que auxilia na retirada de impurezas e de hidrogênio dissolvido no metal líquido, minimizando a presença de poros, e posteriormente vazada na lingoteira.

3.4 Preparo da lingoteira

Dois compartimentos compõem a lingoteira, um atua como câmara refrigeradora, onde a água circula com o objetivo de forçar a retirada de calor, o outro é desenvolvido para receber a liga no estado líquido, definindo as dimensões do lingote. A representação esquemática do dispositivo de solidificação unidirecional experimental é mostrada na Figura 19, constituída por um sistema de arrefecimento (1, 2 e 3), uma chapa/molde (4) e um lingote (5) onde a mesma é projetada para a retirada de calor unidirecional e ascendente.

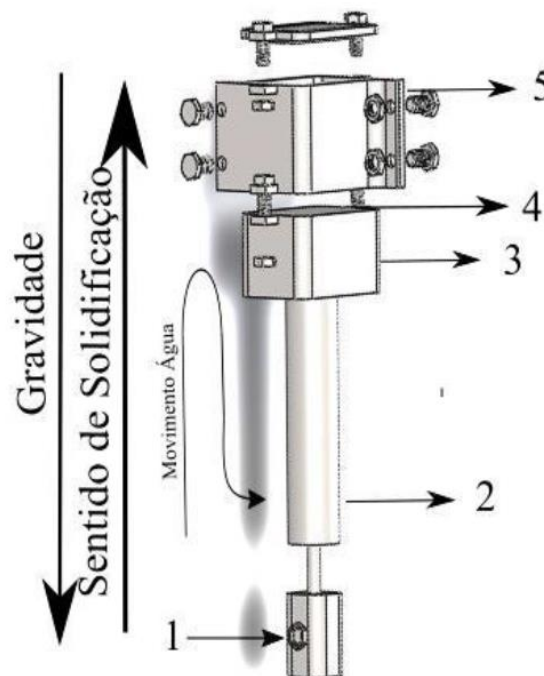


Figura 19: Desenho esquemático do dispositivo de solidificação unidirecional 1- Entrada de água; 2- Saída de água; 3- Câmara de refrigeração; 4- Chapa/molde; 5- Lingote (COUTINHO, 2018).

A obtenção dos parâmetros de resfriamentos, foi através de seis termopares tipo K, previamente soldados e calibrados, já que a cada experimento perdem a ponta, foram posicionados na lingoteira à distâncias a partir da chapa/molde: 3 mm; 7 mm; 11 mm; 14,5 mm; 18,5 mm e 24,5 mm, acoplados ao aquisitor de dados, com configuração que permite leitura e aquisição direta de dados e o software Labview Signal Express, do mesmo fabricante que realiza as medições em tempo real dos termopares e as transforma em dados digitais.

Após o preparo da lingoteira, a mesma foi posicionada no interior do forno e realizada as conexões das mangueiras de entrada e saída de água necessárias para a refrigeração do lingote. Para que a vazão de água durante o experimento fosse mantida constante, 7,1 m³/h, utilizou bomba de água submersa modelo BC – 91SSC fabricada pela Sheneider Motobombas. O Forno e a lingoteira utilizados neste trabalho são os mesmos descritos em (COUTINHO, 2018; SILVA, 2018).

3.5 Vazamento da liga e realização do experimento

A liga fundida, isenta de óxido e gases, foi vertida na lingoteira preenchendo todo o volume necessário e solidificada naturalmente para evitar a convecção no líquido devido à turbulência do vazamento do metal durante o experimento, o forno não se encontrava previamente aquecido. Uma amostra do material restante no cadinho foi retirada para a realização de uma aferição adicional da composição final das ligas via análise química de fluorescência de raio-x.

O metal foi novamente fundido utilizando as resistências elétricas do próprio forno experimental de solidificação até atingir uma temperatura superior à estipulada para o início do experimento, temperatura 10% acima da temperatura *liquidus*, onde permaneceu durante 1 hora para a estabilização da temperatura, em seguida a retirada dos cabos de força, para queda gradual de temperatura.

No instante em que o termopar alcançou a temperatura estipulada para o início do experimento, 5% superior à temperatura *liquidus*, foi acionada a refrigeração forçada para a retirada de calor da chapa/molde, promovendo o resfriamento até a solidificação do volume total do metal líquido e mantendo a refrigeração até que não houvesse possibilidade de refusão por conta de inércia térmica.

3.6 Determinação experimental das variáveis térmicas

As variáveis térmicas podem ser obtidas experimentalmente a partir das curvas de

resfriamento durante a solidificação, onde os termopares coletam os dados do processo. Os procedimentos para tal, estão descritos abaixo:

O tempo de passagem da isoterma líquidus é composto pelos pares ordenados, posição do termopar em relação à chapa/molde e o tempo, obtidos a partir do experimento, onde os tempos são coletados pela intersecção horizontal indicativa de cada temperatura líquidus (T_L) com as curvas de resfriamento para cada termopar posicionado, ou seja, a partir da T_L uma reta paralela ao eixo dos tempos é traçada conforme Figura 20.

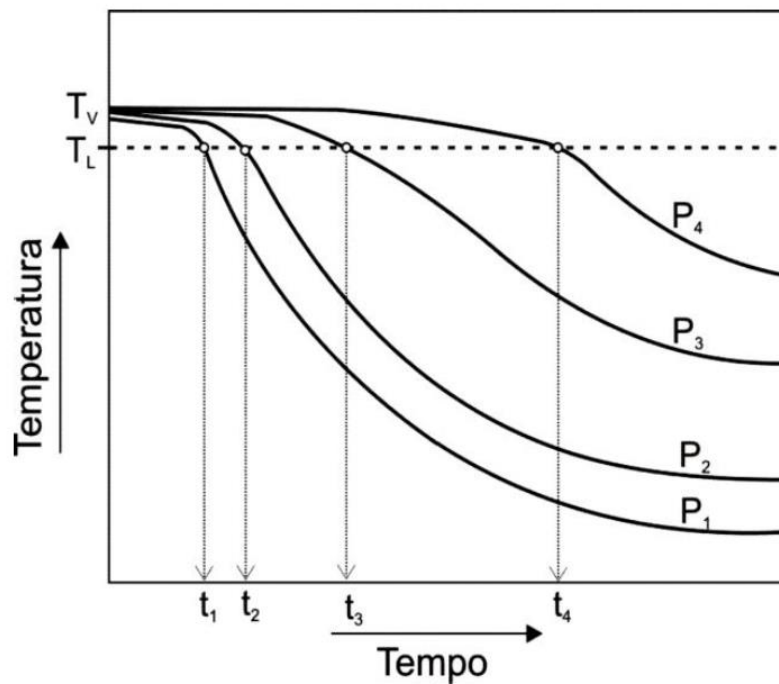


Figura 20: Curva de Resfriamento (FILHO, 2013).

A função que representa o deslocamento da isoterma em todo o lingote solidificado é gerada usando um programa computacional que ajusta matematicamente a equação pelo método dos mínimos quadrados, onde a função $P(t)=a.t^b$ é obtida. Conforme a Figura 21.

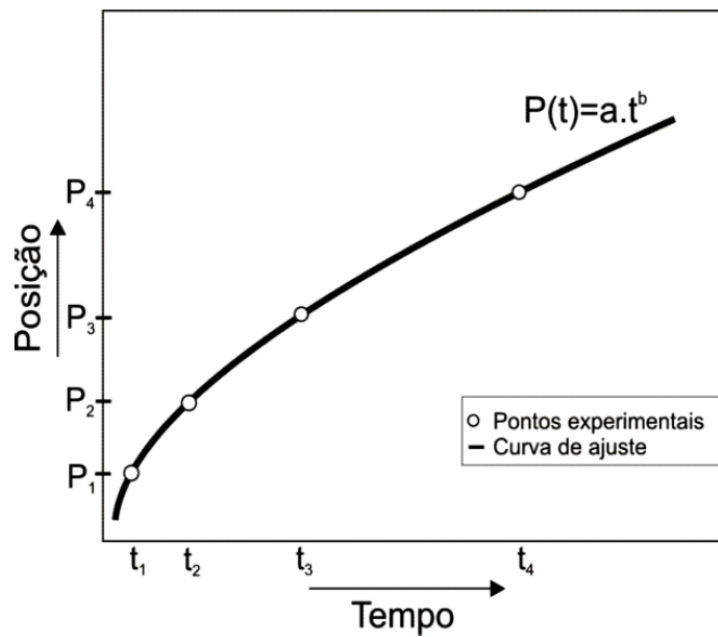


Figura 21: Posição da Isoterma Liquidus (FILHO, 2013).

A velocidade da isoterma *liquidus* (VL), é determinada através da derivada da função $P(t)$ obtida através do programa computacional, isto é, $VL=dP/dt$. Aplica-se a derivada para cada tempo de passagem da isoterma *liquidus*, para cada termopar, obtém-se a velocidade. Conforme Figura 22.

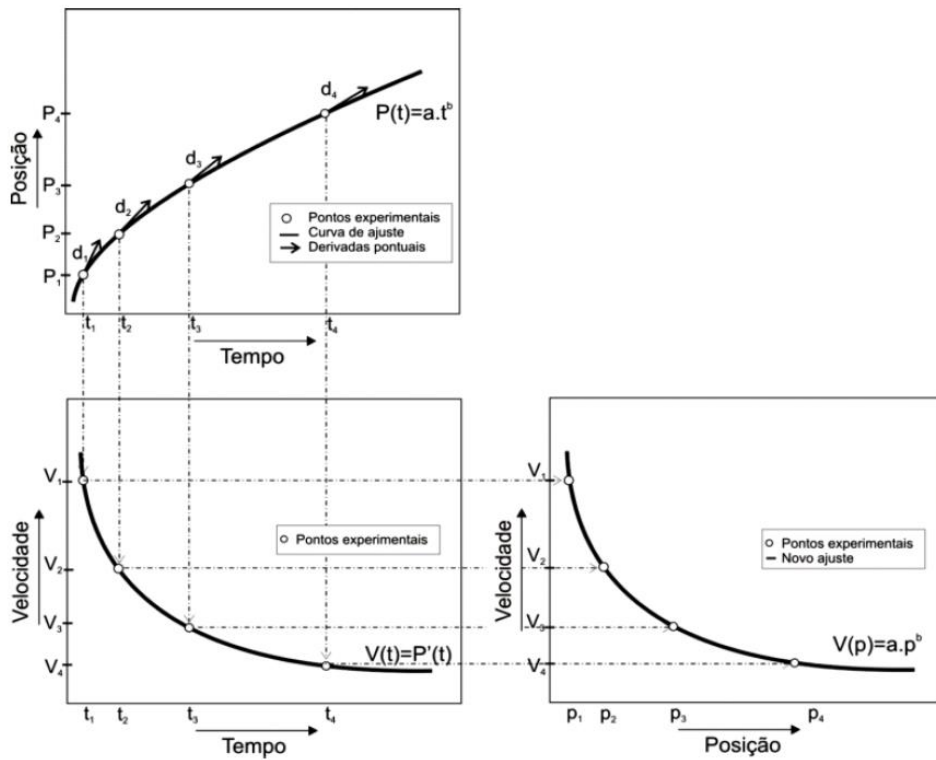


Figura 22: Velocidade da Isoterma Liquidus (FILHO, 2013).

A interseção da reta de temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares é definida como taxa de resfriamento (\dot{T}), onde, o resultado da leitura direta das temperaturas imediatamente antes e depois da T_L e dos termopares correspondentes, ou seja, $\dot{T} = \Delta T / \Delta t$. Conforme a Figura 23.

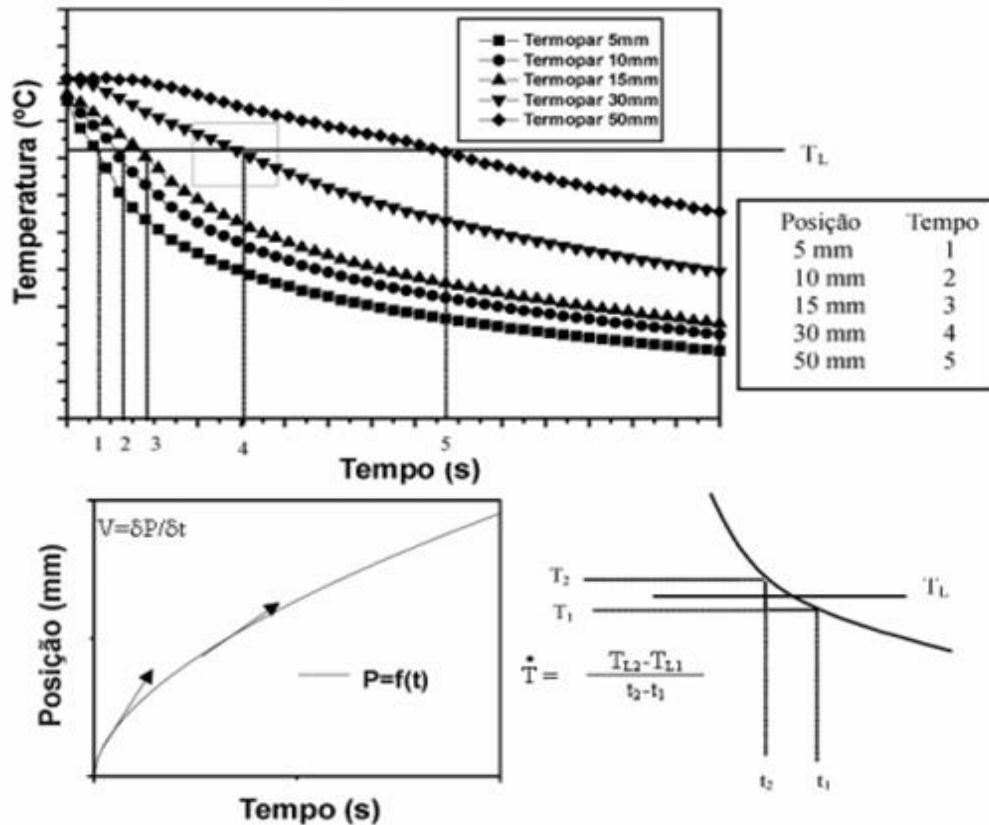


Figura 23: Esquema representativo para determinação das variáveis térmicas de solidificação V_L e \dot{T} (ROSA, 2004).

Os gradientes térmicos são obtidos a partir dos valores experimentais da velocidade e da taxa de resfriamento, pela relação $\dot{T} = G_L \cdot V_L$.

3.7 Caracterização macro e microestrutural

Cortes nos lingotes obtidos experimentalmente foram feitos para a realização da caracterização macro e microestrutural, conforme ilustração apresentada na Figura 24. Observa-se que as amostras utilizadas para essa finalidade são obtidas a partir do centro do lingote, pois é o local com menor perda de direcionalidade da estrutura devido à fuga de calor pelas paredes laterais da lingoteira, nos sentidos longitudinais e transversais ao fluxo de calor.

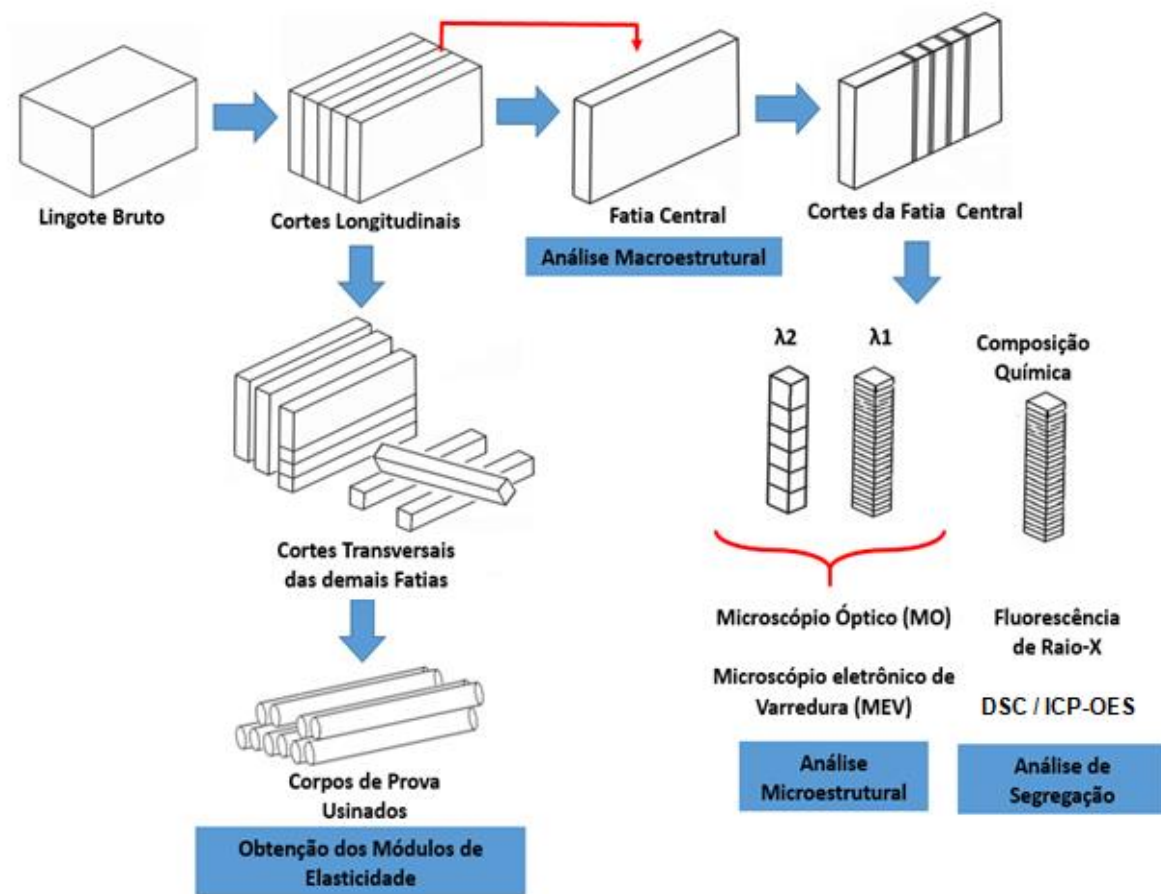


Figura 24: Esquema ilustrativo dos cortes para as análises macro e microestrutural, adaptado (DANTAS, 2014).

Os cortes foram realizados em serra de fita circular, fabricação Starrett, modelo St-3720 e, em cut-off de precisão da marca Struers, modelo Secotom-15, utilizando disco de corte com diâmetro de 200mm e espessura de 0,8 mm. Os cortes executados na serra fita foram realizados com baixa velocidade de avanço da serra, de forma a minimizar a perda de material durante os cortes. Todos os processos tiveram refrigeração contínua a fim de evitar mudanças microestruturais devido à elevação de temperatura.

3.7.1 Procedimento metalográfico para macro e microestrutura

O centro do lingote obtido após os cortes longitudinais realizados na serra fita, foi lixado manualmente com lixa d'água, com a seguinte evolução granulométrica: 220, 400, 600, 800, 1200 e 2500 μ mesh, para revelação da macro, seguindo o mesmo processo acompanhado de polimento com alumina de 0,5 μ m para a microestrutura.

Os reagentes químicos utilizados para revelar a macro e microestrutura, sugerido pela ASM Metals Handbook, foram o Flick (10 cc – HF, 15 cc HCL, 10 cc – H₂O) e a solução

aquosa de 5% de NaOH respectivamente (ASM INTERNATIONAL, 2004; ROCHA, 2003; ROSA, 2004).

A retirada de duas amostras do centro do lingote com o auxílio da cut-off de precisão, foram destinadas a microestrutura para a determinação dos espaçamentos dendríticos (λ_1 e λ_2).

Foram realizados cortes com intervalo aproximado de 2mm para a determinação dos espaçamentos dendríticos primários λ_1 , com referência a partir da chapa-molde. Para os espaçamentos secundários λ_2 , os cortes foram feitos a cada 20 mm, sendo as medidas realizadas nas mesmas alturas de λ_1 . As amostras foram identificadas e embutidas a frio com resina poliéster.

O método de triangulação proposto por (GÜNDÜZ; ÇADIRLI, 2002), foi utilizado para obtenção das medidas diretas dos espaçamentos dendríticos primários (λ_1), o qual aplica o critério de vizinhança que considera o valor do espaçamento λ_1 igual à distância média entre o centro geométrico das dendritas, realizadas as medições sobre a seção transversal (perpendicular ao fluxo de calor), e as medidas dos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) (seção longitudinal paralela ao fluxo de calor ou direção de crescimento), foi realizado pelo método da interceptação, onde 40 medições foram efetuadas para cada posição analisada e no final foram obtidos a média dos valores e o respectivo intervalo de dispersão. Conforme Figura 25.

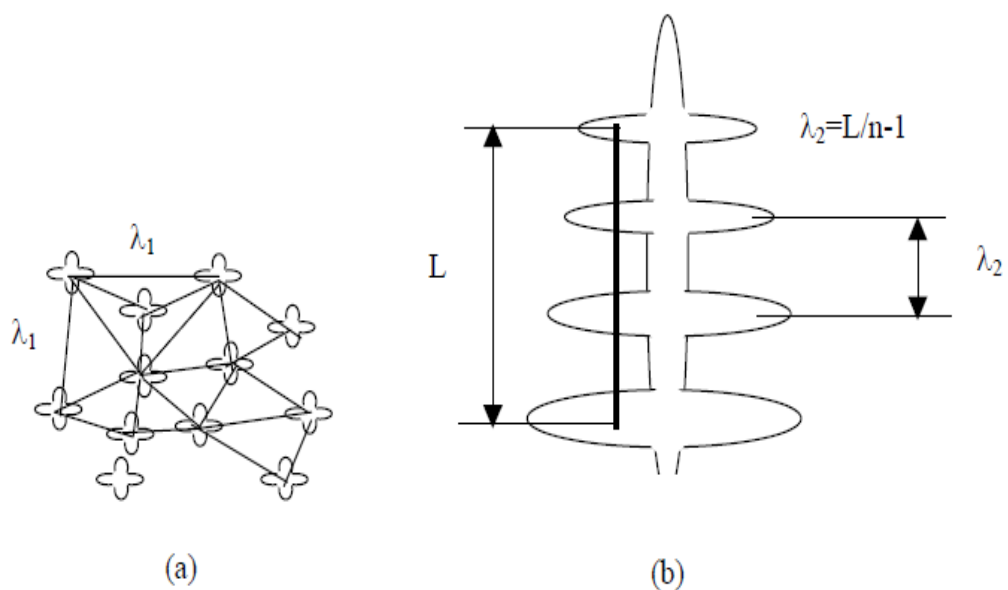


Figura 25: Representação da técnica utilizada para quantificar os espaçamentos interdendríticos: (a) Espaçamentos dendríticos primários (λ_1); (b) Espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) (DANTAS, 2014).

3.7.2 Procedimento metalográfico para caracterização microestrutural no MEV

A realização da microscopia eletrônica de varredura (MEV), as amostras das extremidades utilizadas para a caracterização da microestrutura foram novamente lixadas, polidas e atacadas.

O microscópio utilizado (Figura 26) é da marca JEOL, modelo JFM-7100F equipado com um detector de deriva de silício de resolução JEOL 129eV (SDD) para microanálise via Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), do grupo de fadiga, fratura e materiais do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília. Que determina elementos químicos presentes na amostra, onde funcionalmente, baseia-se em medir a energia associada a cada elétron dos átomos e íons, que são constantemente excitados pelo feixe de elétrons incidente do equipamento (REINKE, 2017).



Figura 26: Microscópio eletrônico de varredura utilizado para as análises das amostras.

3.8 Procedimento para caracterização da macrossegregação

A fim de caracterizar a macrossegregação de soluto ao longo do comprimento do lingote, foi utilizado a amostra obtida do centro do lingote, conforme esquema ilustrativo apresentado previamente. Os cortes com espessura de aproximadamente 2 mm realizados na cut-off de precisão da marca Struers, modelo Secotom-15, sob constante refrigeração.

Após a realização dos cortes, as amostras foram devidamente identificadas e limpas em ultrassom e acetona. Os perfis de segregação de soluto experimentais foram quantificados

através da técnica de espectrometria de fluorescência de raios-X. A fim de qualificar tais resultados, foi utilizado a análise via Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC), no equipamento da TA Instruments modelo SDT Q600, do laboratório de Análise Instrumental da Faculdade do Gama, Universidade de Brasília. Onde amostras com cerca de 15 mg foram colocadas em cadinhos de alumina e ensaiadas de temperatura ambiente à 750°C, com taxa de aquecimento de 15°C/min, em atmosfera inerte com fluxo de nitrogênio (N₂) de 50 mL/min.

3.9 Ensaio de microdureza vickers

Este ensaio consiste na aplicação de uma carga na superfície do material empregando um penetrador de diamante, que produz uma marca superficial ou impressão. A medida da dureza é dada como função das características da marca de impressão e da carga aplicada em cada tipo de ensaio realizado.

O ensaio de microdureza foi realizado com microdurômetro da EmcoTest modelo DuraScan 20, conforme Figura 27, para os ensaios foram realizadas 10 endentações para cada posição ao longo de todas as alturas dos termopares no sentido transversal ao fluxo de calor. Foi utilizado no ensaio uma carga de 50gf com tempo de aplicação total de 15s (COUTINHO, 2018; FARIA et al., 2015; SILVA, 2018).



Figura 27: Aparelho para ensaio de microdureza.

3.10 Determinação do módulo de elasticidade e frequência de amortecimento

O módulo de elasticidade (Módulo de Young) e fator de amortecimento, foi determinado utilizando a técnica de excitação por impulso, por meio de uma linha de soluções em

instrumentação conhecida como *Sonelastic* da empresa ATCP Engenharia Física, baseado na técnica de excitação por impulso (TEI), que é um ensaio não destrutivo, fundamentada nas frequências naturais de vibração e normatizada pela ASTM-E1876 e correlatas.

Este equipamento caracteriza qualquer material rígido com formatos regulares, usinou-se os corpos de prova (CP), obtidos a partir dos lingotes produzidos experimentalmente, e usinados com refrigeração para obter formato cilíndrico, com dimensão de 80 mm de comprimento com 8 mm de diâmetro. Após a usinagem, os mesmos foram lixados com lixas de granulometria: 220, 400, 600, 800 e 1200 μ mesh e polidos com pano de polimento metalográfico.

O Sonelastic é formado por unidades de processamento, um suporte que depende da geometria e das dimensões da amostra e de acessórios como o captador acústico (microfone) e o sistema de pulsação, para excitação de forma automática dos CP's (COUTINHO, 2018; DANTAS, 2014).

O ajuste do aparelho seguiu o modo de aquisição automático e a análise “*Single flexural*” que depende apenas dos parâmetros: frequência flexional e da Razão de Poisson. Como as ligas de estudo são desenvolvidas de forma experimental, sem relatos prévios, foi utilizado a Razão de Poisson de 0,33, referente ao alumínio puro e algumas de suas ligas. Para obter os dados é necessário a entrada com os seguintes parâmetros: dimensões dos CP's, massa e as frequências naturais de vibração, para tanto foi utilizado um paquímetro eletrônico digital com faixa de medição de 0 a 150 mm e resolução de 0,01 mm da Stainles Hardened, micrômetro Tesa da Tesamaster com leitura de medidas até 25 mm, com incerteza de 0,001 mm, e balança analítica Unibloc da Shimadzu, modelo AUY 220, capacidade máxima de 220 g e mínima de 0,1 mg. Cada CP foi excitado 5 vezes em ambiente livre de ruídos excessivos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Determinação das variáveis térmicas

As curvas de resfriamentos foram obtidas para as ligas solidificadas, considerando os seis termopares inseridos na lingoteira, através dos dados coletados foram determinados de forma experimental as velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), as taxas de resfriamento (\dot{T}) e os gradientes térmicos (G_L).

Nas Figura 28 e Figura 29 são apresentados os perfis térmicos ou curvas de resfriamento das ligas, Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb, obtidas de forma experimental, pelos dados registrados durante o processo de resfriamento, o monitoramento pelo aquisitor de dados permitiu obter a variação da temperatura em função do tempo. Os termopares previamente posicionados dentro da lingoteira em relação a chapa molde, possibilitaram registrar e acompanhar o histórico térmico em cada uma das posições.

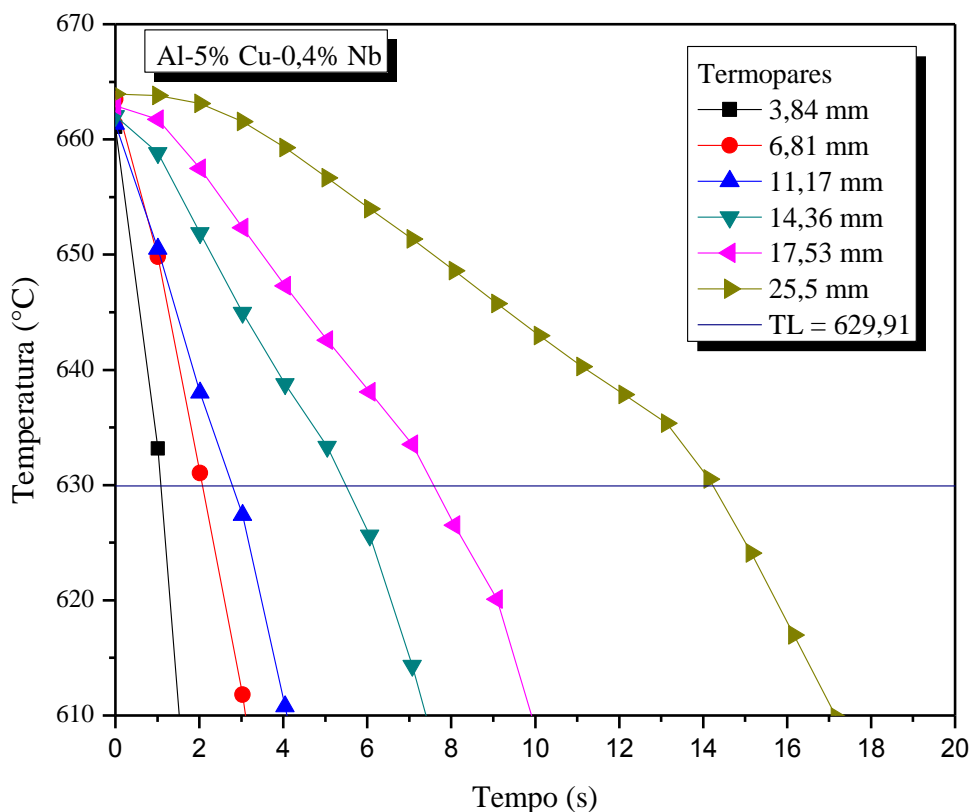


Figura 28: Curva de resfriamento do processo de solidificação unidirecional ascendente para liga Al-5%Cu-0,4%Nb.

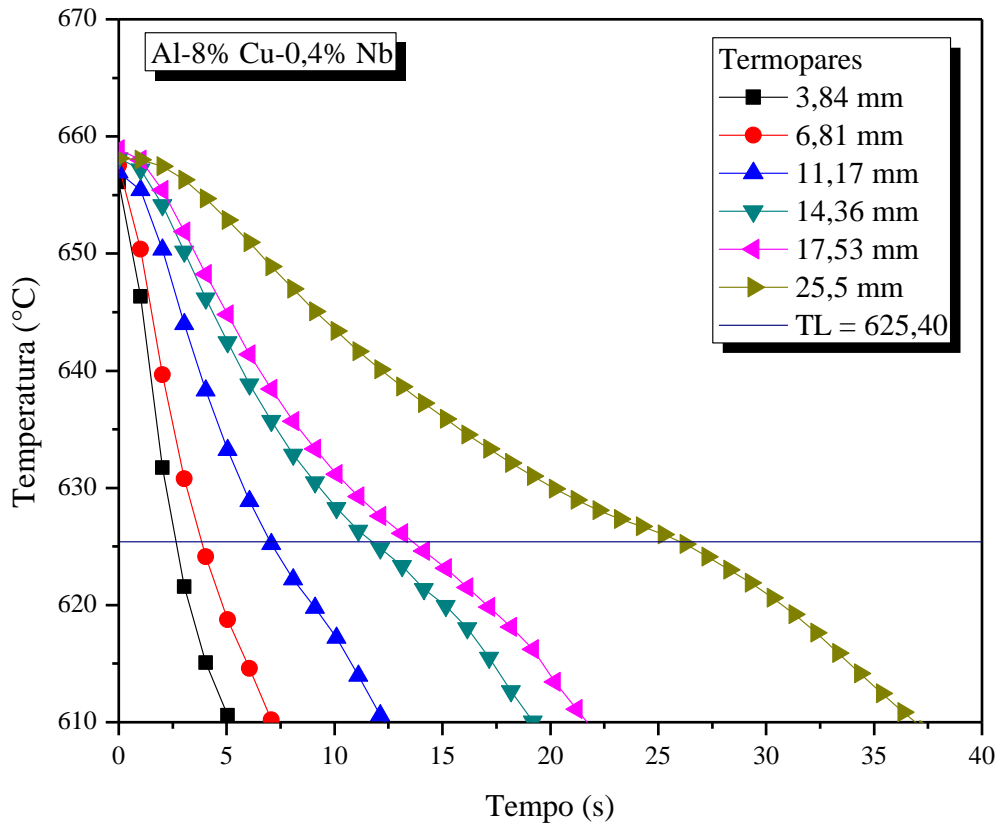


Figura 29: Curva de resfriamento do processo de solidificação unidirecional ascendente para liga Al-8%Cu-0,4%Nb.

Com a aquisição das curvas de resfriamento foi possível obter o tempo de passagem da isoterma *liquidus* (P_L) para cada posição das ligas. Observa-se pelas Figura 28 e Figura 29 uma variação da temperatura *liquidus* (T_L) que são respectivamente $629,91^\circ\text{C}$ e $625,40^\circ\text{C}$, essa diferença é devido à variação de cobre presente em ambas as ligas, além disso quanto mais distante da interface Metal/Molde, estiver posicionado o termopar, maior será o tempo para que ocorra a passagem.

Ao identificar pontos de intersecção entre a temperatura *liquidus* e os perfis térmicos, foi possível determinar, para cada posição de termopar, um par Posição x Tempo. Desta forma, seis pontos foram gerados para cada liga como pode ser visto na Figura 30.

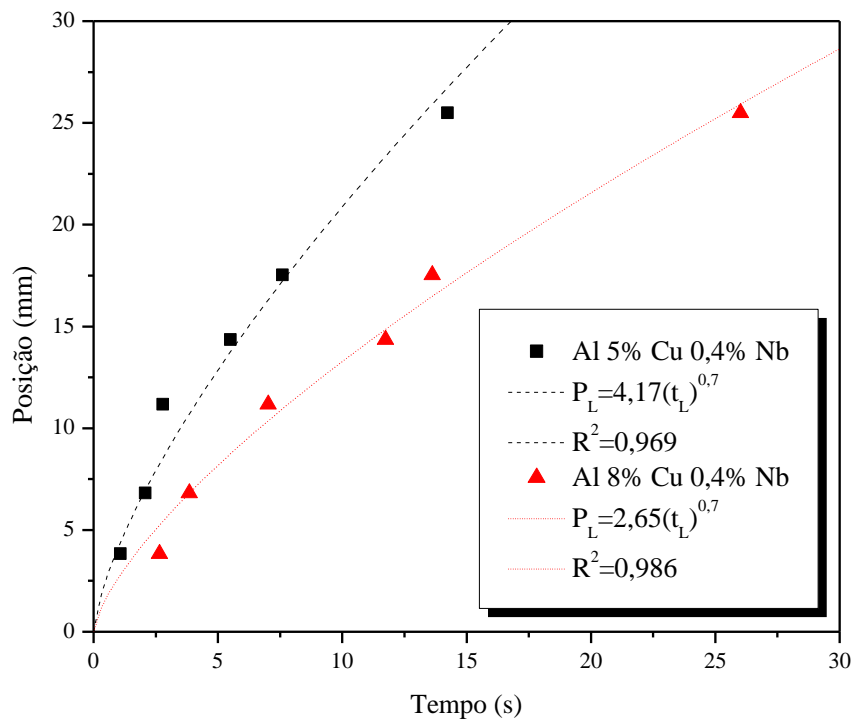


Figura 30: Posição da isoterma *liquidus* em função do tempo, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb solidificadas de forma unidirecional ascendente e suas respectivas leis experimentais.

Na Figura 30 como já mencionado, é possível verificar que quanto mais próximo a chapa-molde os termopares estão posicionados, menores são os tempos para o registro da solidificação. Isto é associado à eficiência da extração de calor, uma vez que o volume de metal aumenta com a distância, dificultando assim a retirada térmica. As equações são ajustadas em forma de potência ($P = a \cdot t_L^b$), onde o R^2 obtido é superior a 0,95, o que representa uma correlação entre t e P apropriada. O tempo de passagem é diferente para todas posições, onde analisando a equação das ligas, a com 5%Cu é 36,45% mais rápida, o que ocasiona microestruturas mais refinadas.

Através da derivada da função que descreve a passagem da isoterma *liquidus* é possível obter as velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus*, que após breve análise pode-se chegar a equação da velocidade, conforme apresentado na Figura 31.

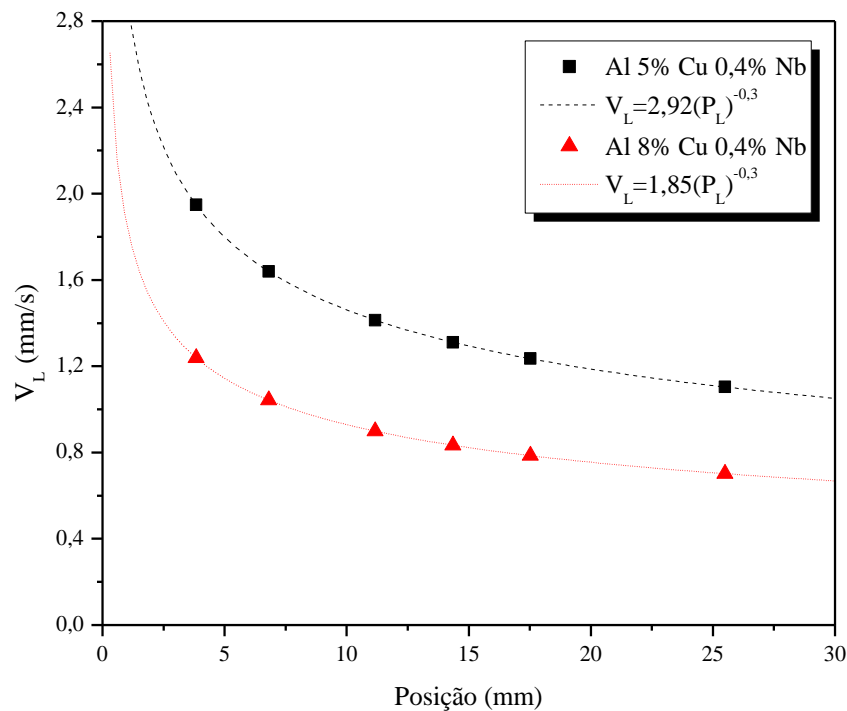


Figura 31: Comparação da evolução da velocidade da isoterma *liquidus*, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.

A Figura 31 apresenta as velocidades mais altas de extração de calor nos instantes iniciais da solidificação, onde as posições são mais próximas à chapa-molde, apresentando assim a alta eficiência na extração de calor nesses instantes iniciais da solidificação. O teor de soluto das ligas influencia a evolução da solidificação, no qual, quanto maior o teor de soluto, menor a velocidade de solidificação, tal fato ocorre em função das alterações de suas propriedades térmicas. Tal fenômeno é o oposto aos descritos para ligas de Al-Cu, onde observaram que o aumento da quantidade de cobre em ligas binárias foi acompanhado pelo aumento do perfil de V_L e \dot{T} (ROCHA; SIQUEIRA; GARCIA, 2003; ROSA, 2004). Por outro lado, foi observado que a elevação dos teores de níquel em ligas de alumínio, resultou no decréscimo do perfil das mesmas variáveis térmicas, o mesmo ocorreu para ligas binárias de Al-Nb. (DANTAS, 2014; SILVA, 2018) Para ligas ternárias, constatou que a adição de Ni em Ligas Al-Cu alteram a V_L e \dot{T} , onde obteve uma mesma equação que descreve as ligas com teores de Cu distintos. (RODRIGUES, 2017)

O comportamento observado para as taxas de resfriamento em função da posição da isoterma *liquidus*, $\dot{T} = f(P)$ é apresentado na Figura 32. Os valores de \dot{T} são menores para posições mais afastadas da interface metal/molde, o mesmo fenômeno foi encontrado para ligas ternárias de alumínio (BRITO, 2016; RODRIGUES et al., 2018).

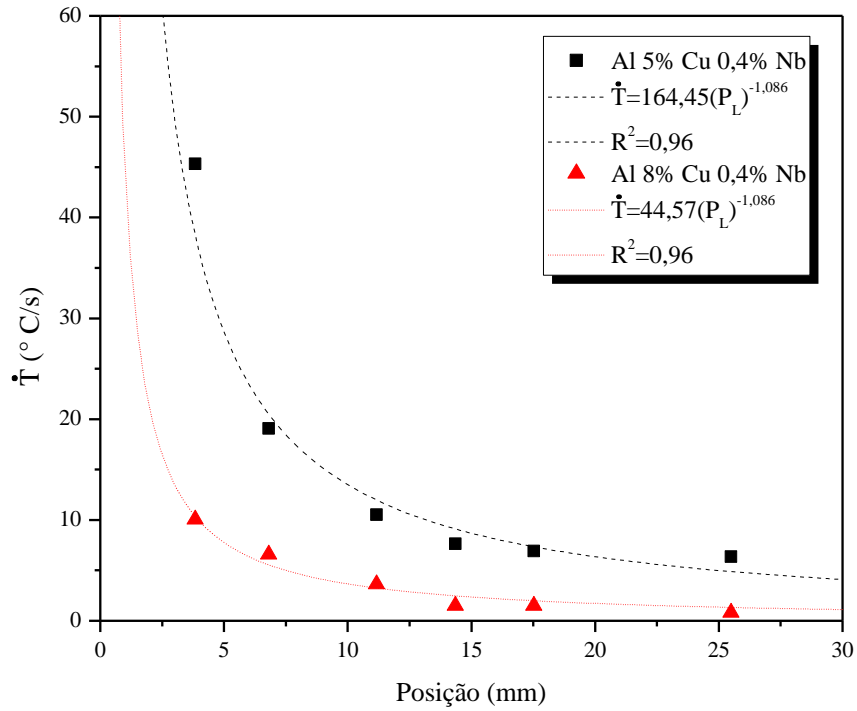


Figura 32: Comparação da taxa de resfriamento experimental em função da posição da isoterma *liquidus*, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.

A Figura 33 apresenta os gradientes térmicos locais em função da posição da isoterma *liquidus* para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb. O mesmo foi obtido através da relação $\dot{T}=G_{Lx}V_L$.

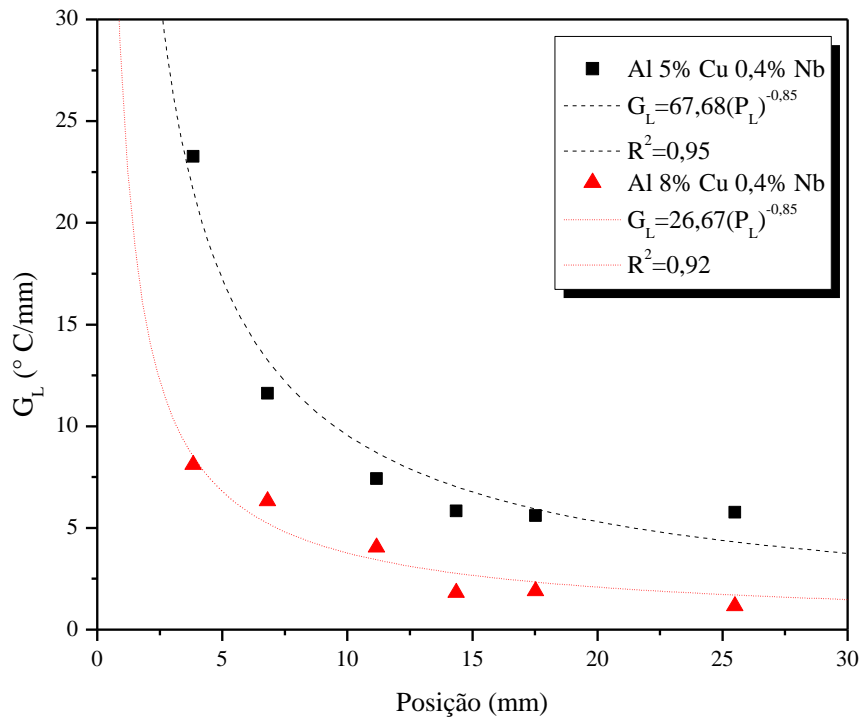


Figura 33: Gradientes térmicos locais versus Posições.

O gradiente térmico reduz com o decorrer da solidificação, ou seja, a medida que a frente de solidificação se desloca ao longo da peça há uma queda da variação de temperatura entre a fase sólida recém-formada e o material ainda no estado líquido. Além disso, gradientes elevados tendem a assegurar a formação contínua da solidificação, evitando assim a formação de grãos equiaxiais em zonas sub-resfriadas constitucionalmente dentro do líquido fundido, reduzindo também o perfil de segregação ao longo da peça (BRUNDIDGE; MILLER; POLLOCK, 2011; COUTINHO, 2018; WANG et al., 2014)

4.2 Caracterização macroestrutural

É apresentado na Figura 34 as macroestruturas das ligas de Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb solidificadas unidirecionalmente. Os cristais que formam grãos colunares no sentido vertical podem ser observados ao longo do lingote das ligas, o que atesta uma extração direcional do fluxo de calor. Apenas um pequeno desvio de inclinação da formação colunar é visível, tal fenômeno pode ser ocasionado devido a não homogeneidade da extração de calor ao longo da superfície metal/molde ou chapa molde.

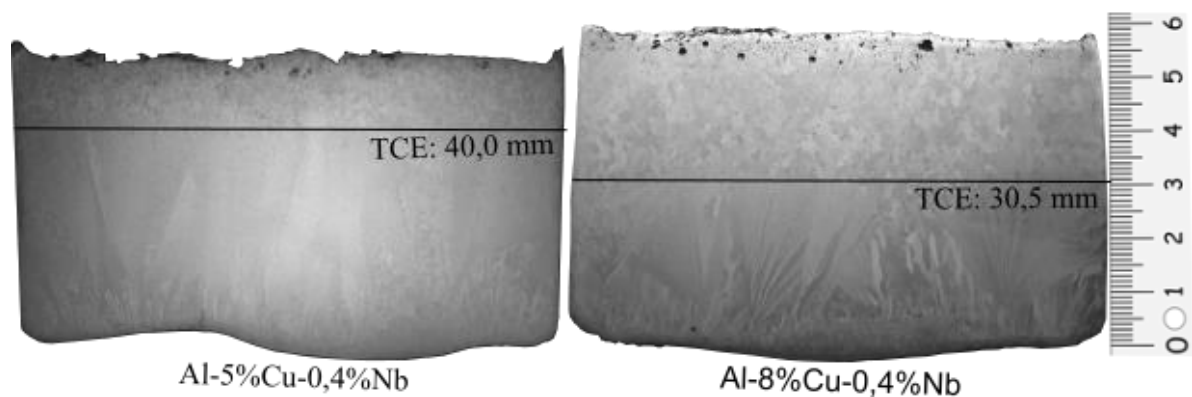


Figura 34: Macroestruturas da seção longitudinal das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.

As macroestruturas apresentaram formação colunar, acompanhada de uma região complexa de transição colunar/equiaxial e posterior região equiaxial, onde ocorre a formação da zona equiaxial te forma tardia para liga com Al-5%Cu-0,4%Nb quando comparada com a Al-8%Cu-0,4%Nb, a formação da TCE e da zona equiaxial é associada à composição química da liga e parâmetros de solidificação, e também foi observada por autores para ligas de Al-Nb, já nas ligas de Al-Cu verificou que a adição de cobre favorece a formação da zona equiaxial, onde para liga de 4,5% Cu ocorreram TCE, e para liga com 15%Cu a formação foi apenas equiaxial, inferindo-se que a adição de Cu em ligas te Al possuem ação nucleante (COUTINHO,

2018; QUARESMA; SANTOS; GARCIA, 2000; SILVA, 2018).

4.3 Caracterização da macrossegregação

A macrossegregação é formada essencialmente pelo movimento relativo entre a fase sólida e líquida e a rejeição de soluto pela fase sólida. De um modo geral, esse fenômeno depende de diversos fatores podendo ser específicos da liga, do processo de fabricação e das variáveis térmicas envolvidas na fabricação (DANTAS, 2014; NADELLA et al., 2008).

Nas Figura 35 e Figura 36, a distribuição experimental de soluto ao longo do comprimento dos lingotes dentro dos limites das regiões colunares, durante o curso da solidificação ascendente. Comumente ligas com coeficientes de distribuição de soluto (k) < 1, apresentam composições superiores à nominal da liga em posições mais próximas a chapa/molde (GARCIA, 2011). Esse tipo de macrossegregação, típico de ligas não ferrosas, é conhecida como segregação inversa. Para as duas ligas, observa-se uma concentração de cobre mais elevada nas regiões próximas a chapa-molde, reduzindo conforme se distância da chapa/molde, enquanto os perfis de Nb se mantiveram constantes. Embora autores afirmem que a adição de elementos de liga provoque o impedimento do processo de segregação inversa, para o presente trabalho tal efeito não foi observado, o que leva a acreditar que concentrações maiores de Nb seriam necessárias, desta forma o perfil segue os encontrados para ligas Al-Cu e Al-Cu-Ni (MOUTINHO et al., 2013; OSÓRIO et al., 2007; RODRIGUES, 2017).

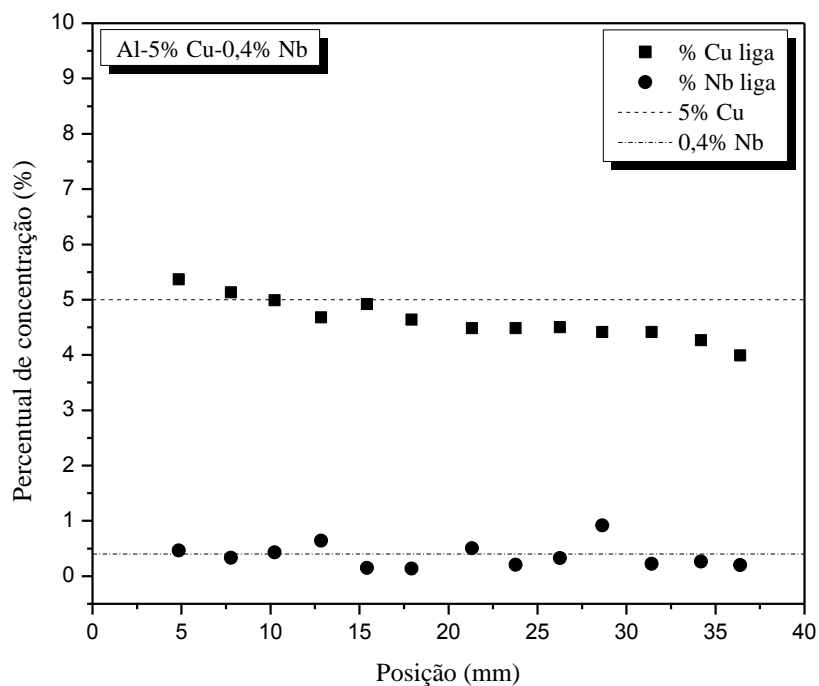


Figura 35: Perfil experimental de macrossegregação ao longo do lingote de Al-5%Cu-0,4%Nb.

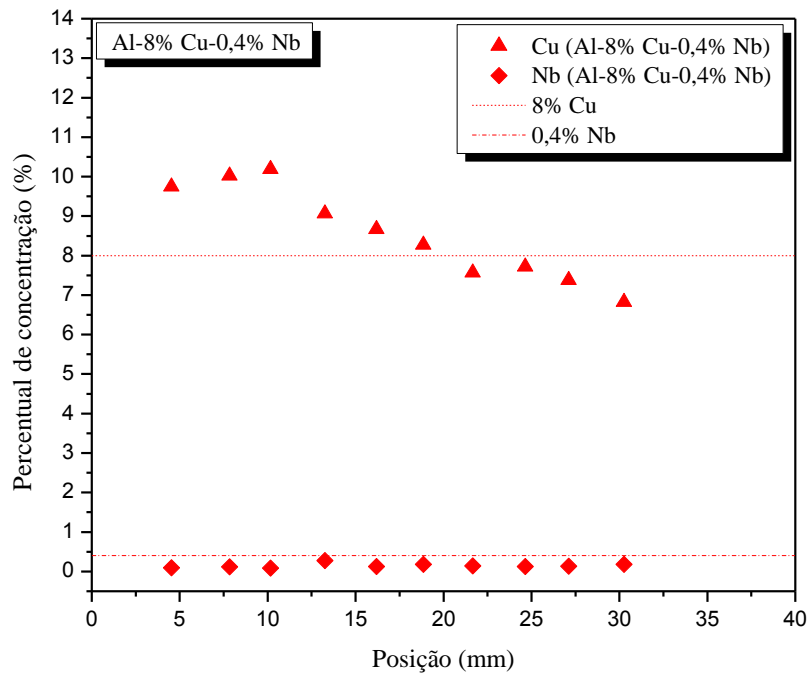


Figura 36: Perfil experimental de macrossegregação ao longo do lingote de Al-8%Cu-0,4%Nb.

A identificação do fenômeno de segregação inversa permitiu a exploração de formas qualitativas da influência do soluto segregado nas propriedades térmicas do material. Desta forma, as curvas de DSC obtidas para as extremidades dos perfis colunares das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb respectivamente são apresentadas nas Figura 37 e Figura 38, onde é possível verificar a ocorrência de um pico em aproximadamente 540 °C que é relacionado ao intermetálico eutético presente no diagrama de fases, o qual ocorreu devido às particularidades do processo de solidificação unidirecional que provoca a formação do sólido fora do sistema de equilíbrio, nas figuras é possível confirmar os dados obtidos pelos perfis de segregação apresentados nas Figura 35 e Figura 36, onde as posições iniciais contendo mais Cu apresentam temperaturas de fusão inferiores às posições mais afastadas da chapa/molde, análises semelhantes foram obtidas para ligas ternárias contendo Cu (SHIN; LIM; PARK, 2017; SON et al., 2005; GAO et al., 2002).

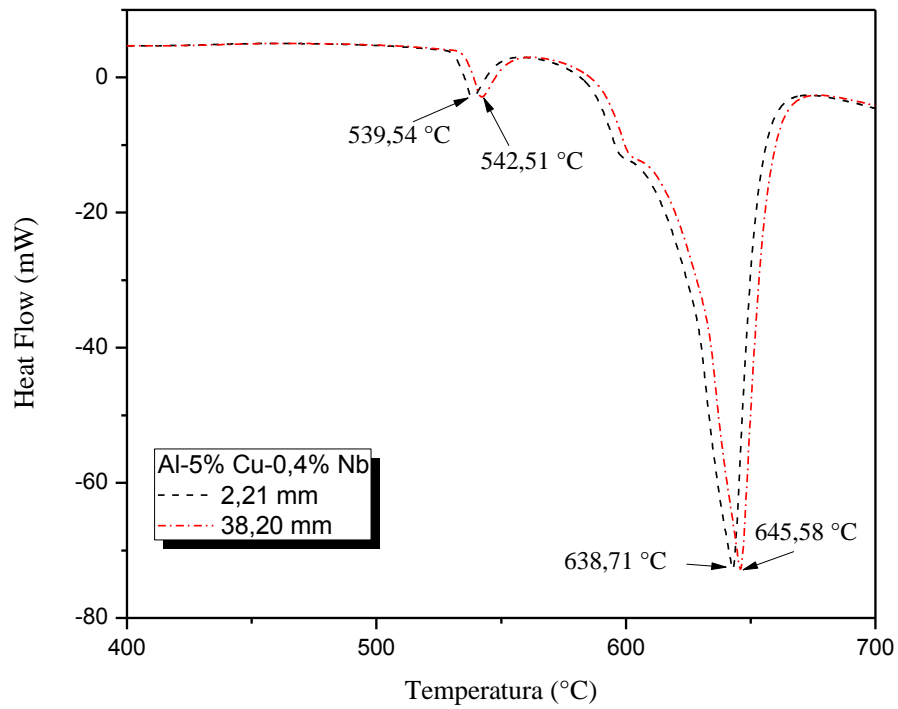


Figura 37: DSC obtido para as extremidades da liga Al-5%Cu-0,4%Nb apresentando a diferença dos picos de transformação eutética e picos de fusão.

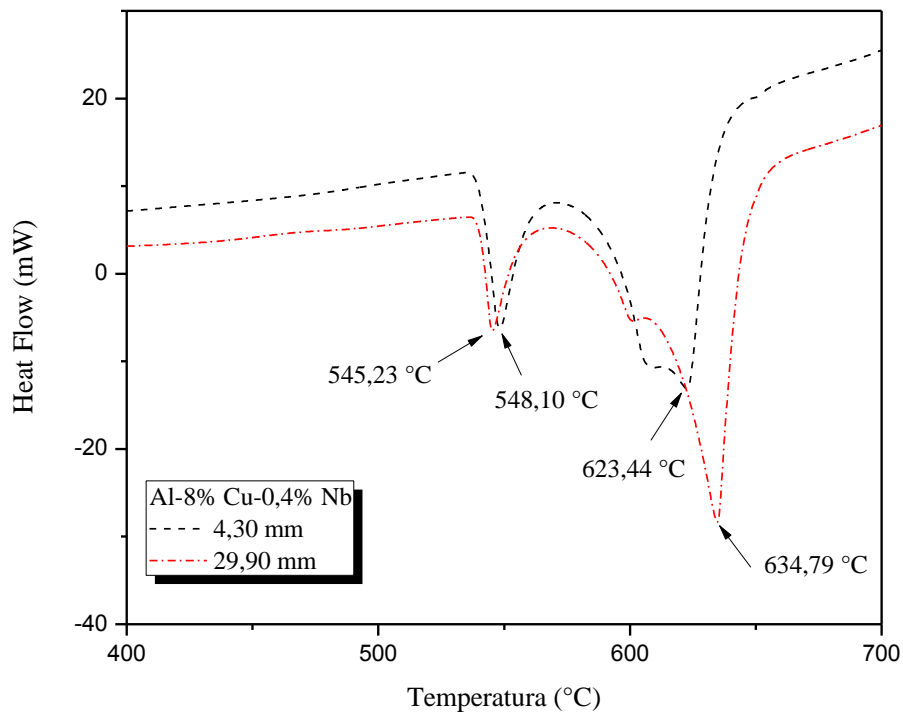


Figura 38: DSC obtido para as extremidades da liga Al-8%Cu-0,4%Nb apresentando a diferença dos picos de transformação eutética e picos de fusão.

O resumo dos picos de fusão das ligas é mostrado na Figura 39, onde é possível identificar a variação da mesma devido ao processo de segregação inversa, evidenciando de forma clara a diferença de composição das ligas através da variação de temperatura de ambas,

é possível notar que para posições mais próximas à chapa/molde as temperaturas de fusão são menores quando comparados a posições mais afastadas, o que corrobora para os dados encontrados nos perfis de segregação.

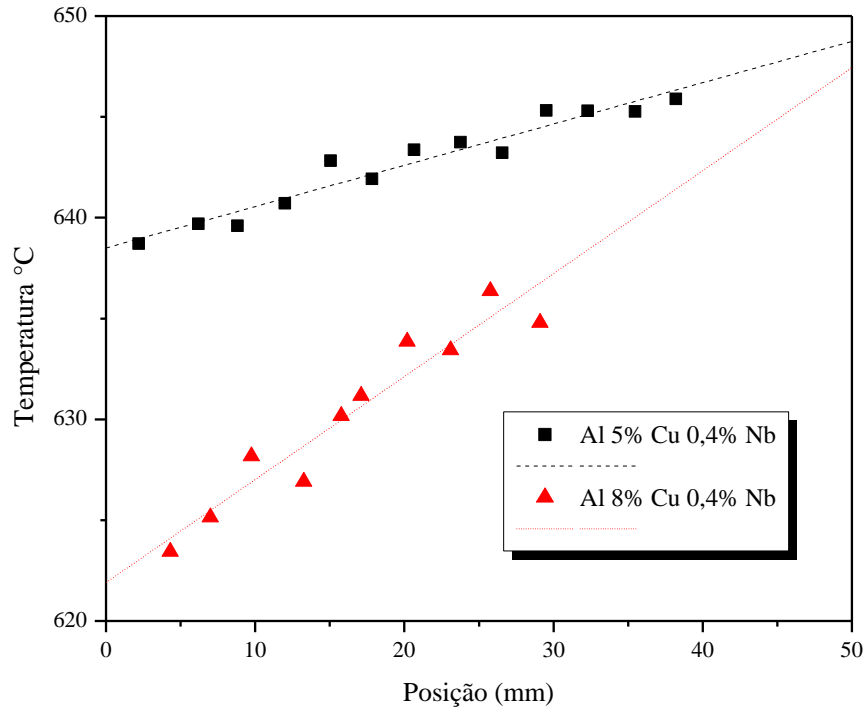
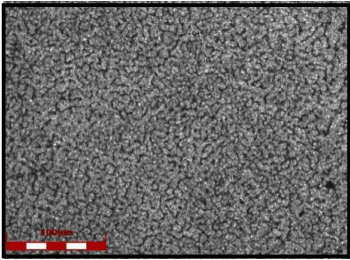
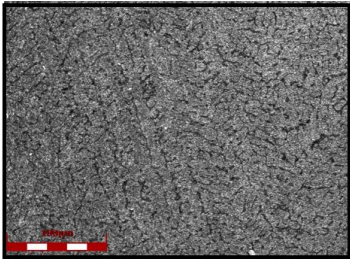
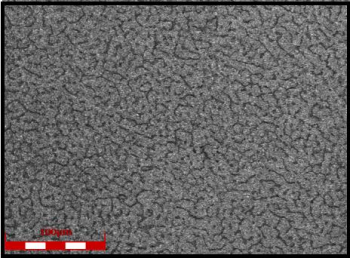
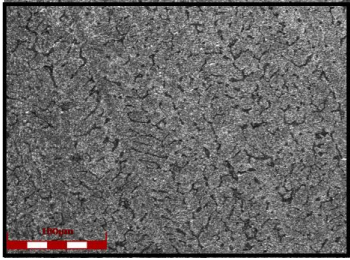
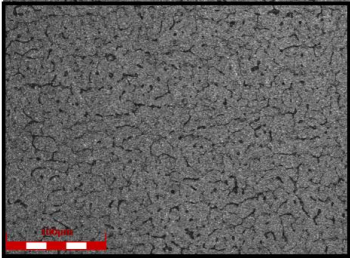
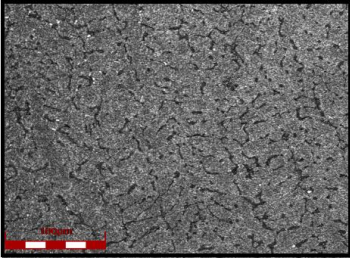
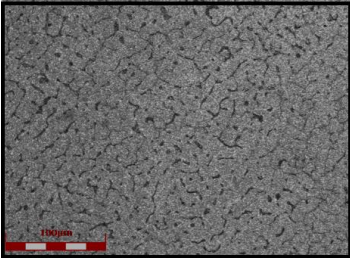
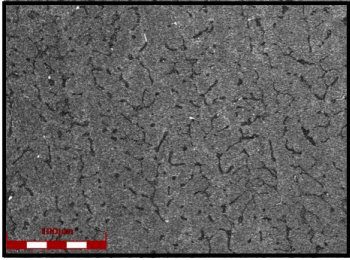
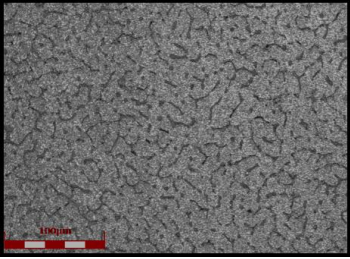
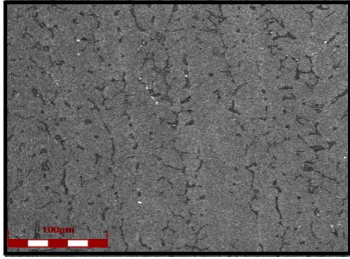
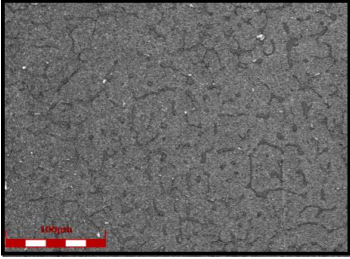
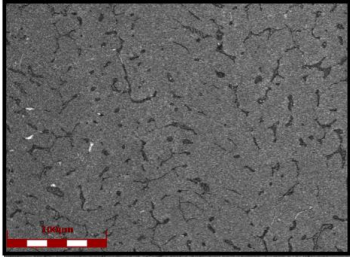


Figura 39: Variação da temperatura dos picos de fusão das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb em função da posição.

4.4 Caracterização microestrutural e correlações

São apresentados nas Figura 40 e Figura 41, as imagens óticas das microestruturas longitudinais e transversais das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb, junto as imagens, os parâmetros térmicos e espaçamentos dendríticos (λ_1 e λ_2) estão associados. As amostras apresentam estruturas mais refinadas próximas à chapa/molde devido as maiores velocidades e taxas de resfriamento. Conforme a camada solidificada avança frente ao liquido, a resistência térmica aumenta, dificultando assim a retirada de calor, e reduzindo as velocidades e taxas de resfriamento para posições mais afastadas do lingote, com isso é possível identificar o perfil crescente da formação dendrítica, aumentando os espaçamentos dendrítico (λ_1 e λ_2) ao longo do lingote. Tal observação também constatada nos estudos para ligas de Al-Nb (COUTINHO, 2018; SILVA, 2018).

Al-5%Cu-0,4%Nb

λ_1	λ_2	
		<p>P = 4,38 mm $\lambda_1 = 41,79 \mu\text{m}$ $\lambda_2 = 20,30 \mu\text{m}$ $\dot{T} = 34,62^\circ \text{C/s}$ $V_L = 1,87 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 8,11 mm $\lambda_1 = 63,60 \mu\text{m}$ $\lambda_2 = 23,20 \mu\text{m}$ $\dot{T} = 16,94^\circ \text{C/s}$ $V_L = 1,56 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 11,08 mm $\lambda_1 = 85,42 \mu\text{m}$ $\lambda_2 = 32,65 \mu\text{m}$ $\dot{T} = 12,07^\circ \text{C/s}$ $V_L = 1,42 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 14,2 mm $\lambda_1 = 95,06 \mu\text{m}$ $\lambda_2 = 38,79 \mu\text{m}$ $\dot{T} = 9,22^\circ \text{C/s}$ $V_L = 1,31 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 16,93 mm $\lambda_1 = 115,56 \mu\text{m}$ $\lambda_2 = 48,59 \mu\text{m}$ $\dot{T} = 7,62^\circ \text{C/s}$ $V_L = 1,25 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 19,94 mm $\lambda_1 = 129,01 \mu\text{m}$ $\lambda_2 = 51,05 \mu\text{m}$ $\dot{T} = 6,38^\circ \text{C/s}$ $V_L = 1,19 \text{ mm/s}$</p>

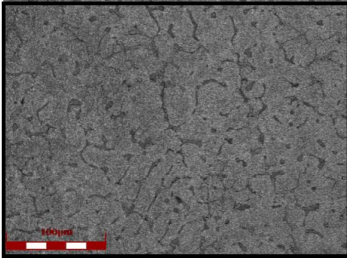
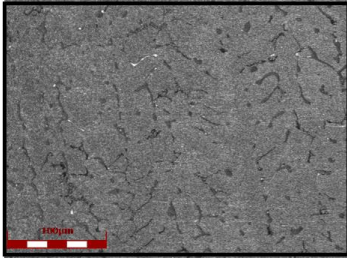
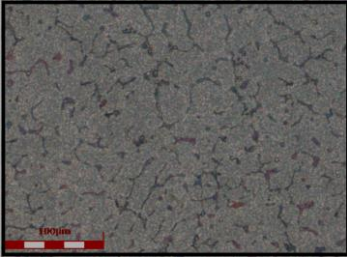
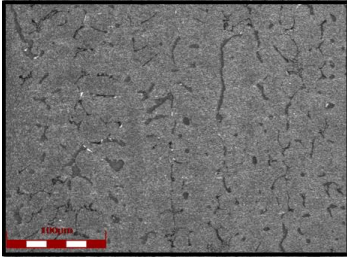
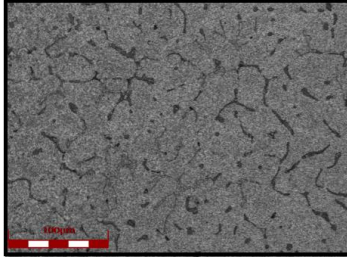
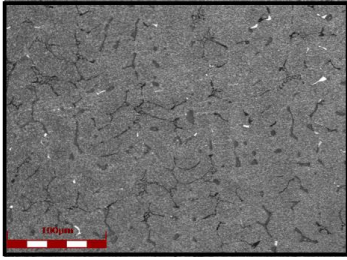
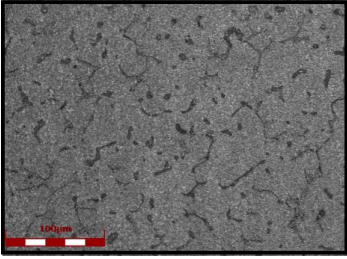
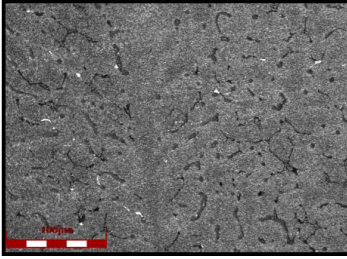
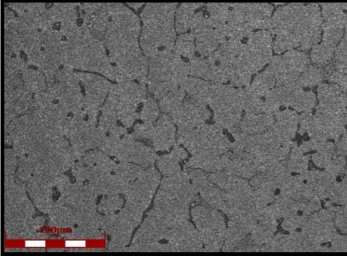
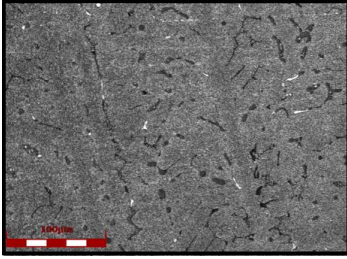
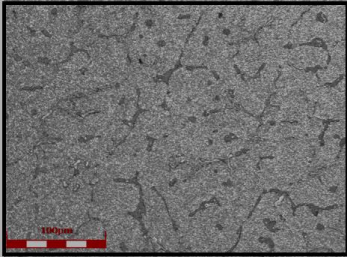
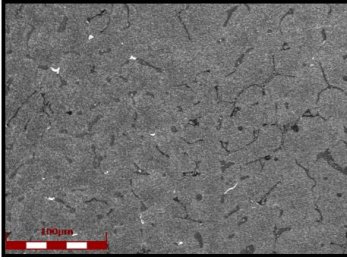
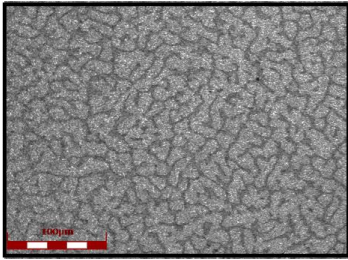
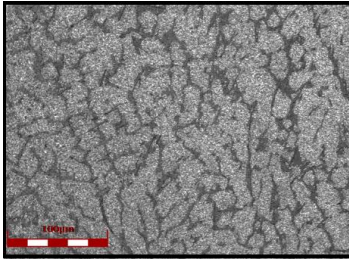
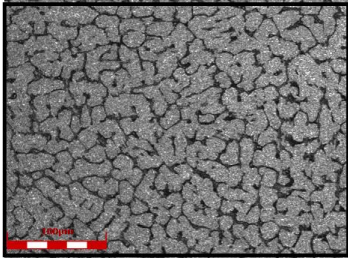
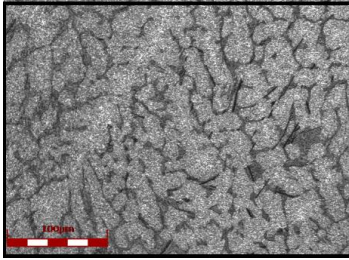
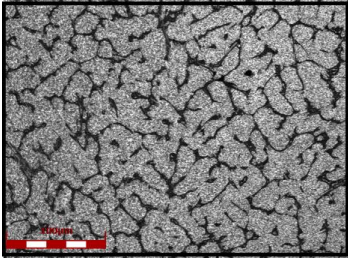
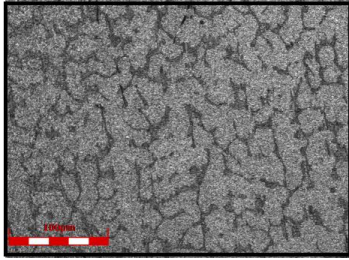
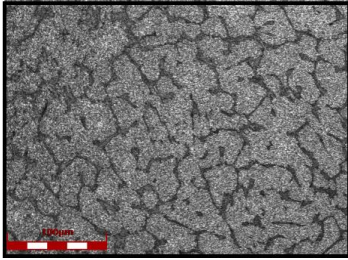
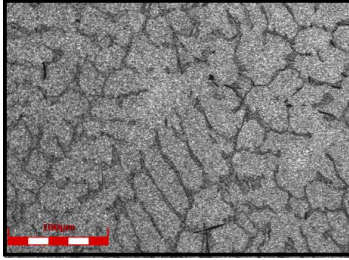
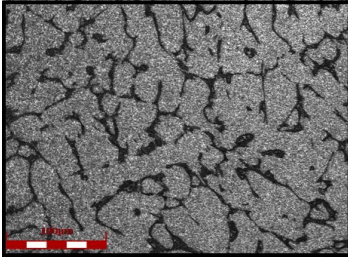
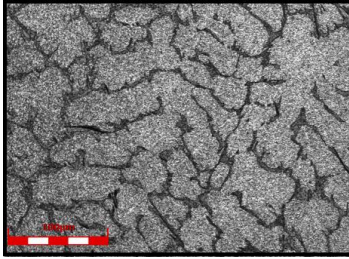
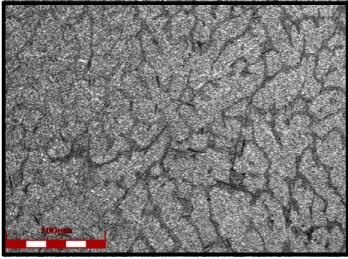
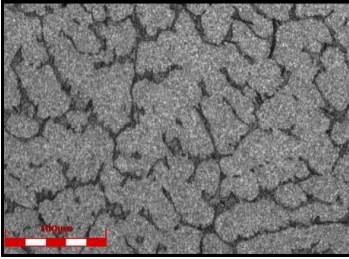
		<p>$P = 22,88 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 156,41 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 56,07 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 5,49^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 1,14 \text{ mm/s}$</p>
		<p>$P = 26,25 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 176,23 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 57,43 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 4,73^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 1,09 \text{ mm/s}$</p>
		<p>$P = 28,71 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 195,12 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 69,62 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 4,29^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 1,06 \text{ mm/s}$</p>
		<p>$P = 31,52 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 210,09 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 71,34 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 3,88^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 1,03 \text{ mm/s}$</p>
		<p>$P = 34,19 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 214,47 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 76,26 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 3,55^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 1,01 \text{ mm/s}$</p>
		<p>$P = 36,92 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 220,83 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 77,19 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 3,27^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 0,99 \text{ mm/s}$</p>

Figura 40: Microestruturas obtidas para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb por posição.

Al-8%Cu-0,4%Nb

λ_1	λ_2	
		<p>P = 4,30 mm</p> <p>$\lambda_1 = 63,24 \mu\text{m}$</p> <p>$\lambda_2 = 27,26 \mu\text{m}$</p> <p>$\dot{T} = 9,38^\circ \text{C/s}$</p> <p>$V_L = 1,20 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 7,00 mm</p> <p>$\lambda_1 = 73,78 \mu\text{m}$</p> <p>$\lambda_2 = 33,60 \mu\text{m}$</p> <p>$\dot{T} = 5,39^\circ \text{C/s}$</p> <p>$V_L = 1,03 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 9,75 mm</p> <p>$\lambda_1 = 90,91 \mu\text{m}$</p> <p>$\lambda_2 = 39,77 \mu\text{m}$</p> <p>$\dot{T} = 3,76^\circ \text{C/s}$</p> <p>$V_L = 0,94 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 13,26 mm</p> <p>$\lambda_1 = 95,16 \mu\text{m}$</p> <p>$\lambda_2 = 43,09 \mu\text{m}$</p> <p>$\dot{T} = 2,69^\circ \text{C/s}$</p> <p>$V_L = 0,85 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 15,76 mm</p> <p>$\lambda_1 = 109,37 \mu\text{m}$</p> <p>$\lambda_2 = 53,26 \mu\text{m}$</p> <p>$\dot{T} = 2,23^\circ \text{C/s}$</p> <p>$V_L = 0,81 \text{ mm/s}$</p>
		<p>P = 17,11 mm</p> <p>$\lambda_1 = 122,96 \mu\text{m}$</p> <p>$\lambda_2 = 58,62 \mu\text{m}$</p> <p>$\dot{T} = 2,04^\circ \text{C/s}$</p> <p>$V_L = 0,79 \text{ mm/s}$</p>

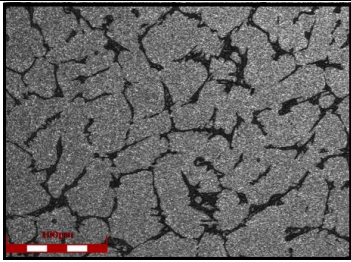
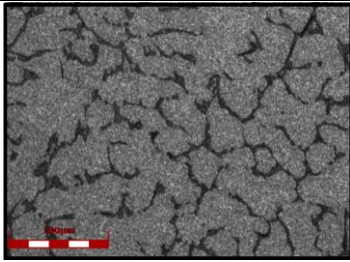
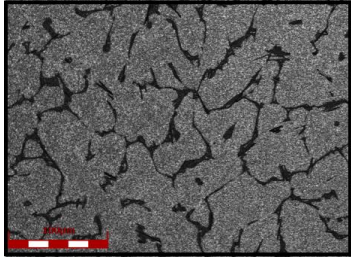
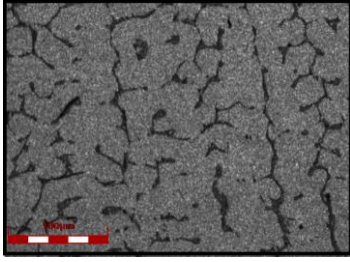
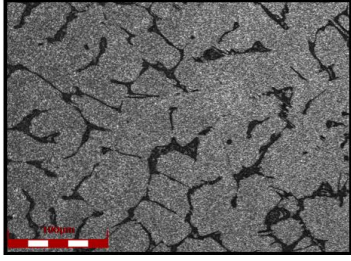
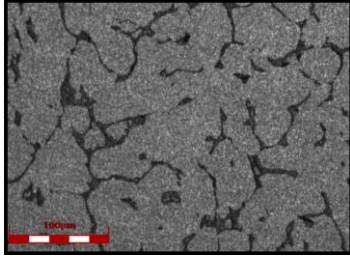
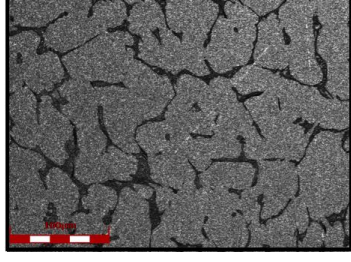
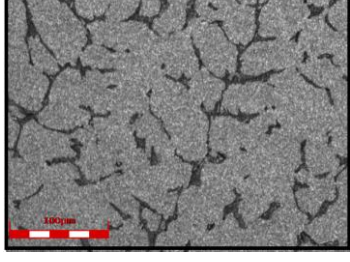
		$P = 20,20 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 125,47 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 61,52 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 1,70^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 0,70 \text{ mm/s}$
		$P = 23,10 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 129,16 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 66,43 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 1,47^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 0,72 \text{ mm/s}$
		$P = 25,77 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 136,30 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 69,70 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 1,31^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 0,70 \text{ mm/s}$
		$P = 29,09 \text{ mm}$ $\lambda_1 = 163,81 \text{ }\mu\text{m}$ $\lambda_2 = 75,45 \text{ }\mu\text{m}$ $\dot{T} = 1,15^\circ \text{ C/s}$ $V_L = 0,67 \text{ mm/s}$

Figura 41: Microestruturas obtidas para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb por posição.

Nas Figura 40 e Figura 41, observar-se a formação da estrutura dendrítica onde é possível identificar apenas a formação de braços primários e secundários. É possível avaliar a influência da variação de cobre nos experimentos, nota-se que nas posições iniciais onde \dot{T} é mais intenso, os espaçamentos são menores, apresentando grãos mais refinados, o que leva a acreditar que tal variável térmica influencia nos espaçamentos dendríticos, como já observado por autores (COUTINHO, 2018; SILVA, 2018). No entanto, com a redução da taxa devido à frente de solidificação, o aumento da concentração de soluto tende a influenciar de forma sensível na redução dos espaçamentos, auxiliando também na maior formação de intermetálicos (RODRIGUES, 2017).

Os valores das leis experimentais dos espaçamentos dendríticos (λ_1 e λ_2) em função da posição, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb são apresentados nas Figura 42 e

Figura 43. A barra de erro é relação ao desvio padrão obtido pelas 40 medidas realizadas para cada posição pelo método (GÜNDÜZ; ÇADIRLI, 2002).

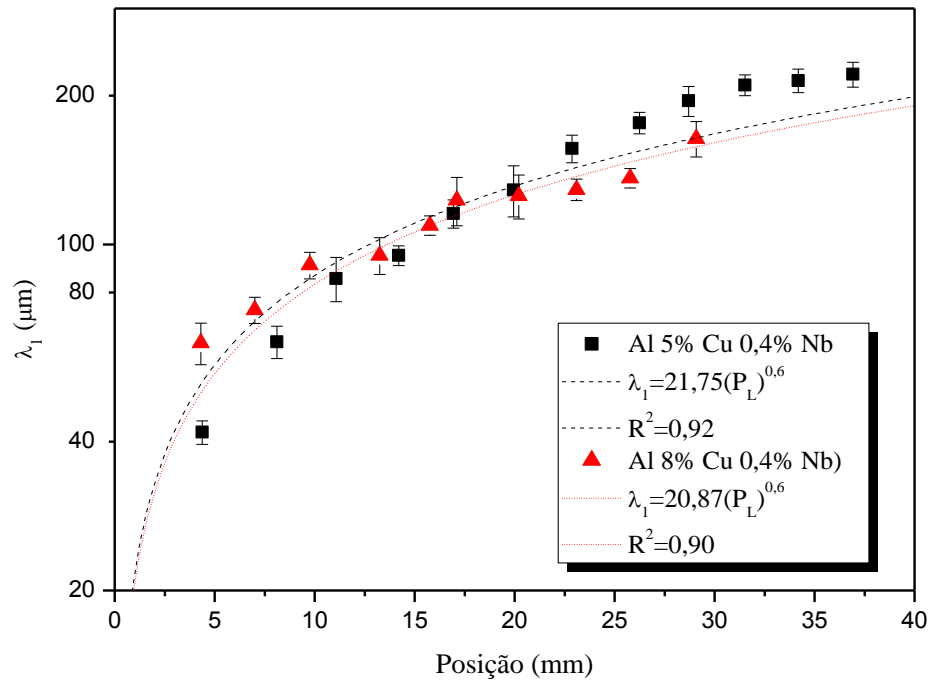


Figura 42: Espaçamentos dendríticos primários (λ_1) em função da posição relativa à chapa-molde, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.

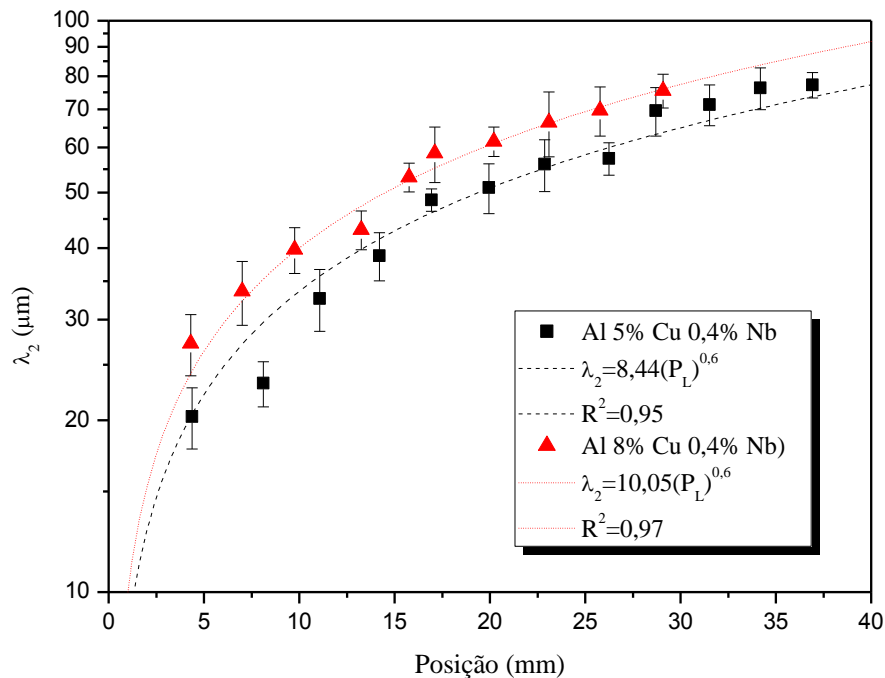


Figura 43: Espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) em função da posição relativa à chapa-molde, para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.

Como já mencionado, nas posições mais próximas a chapa/molde os espaçamentos dendríticos são mais refinados, e com o distanciamento da mesma e aumento do perfil

solidificado, há a redução das Taxas de Resfriamento, favorecendo o crescimento de dendritas maiores e mais grosseiras.

Nas Figura 44 e Figura 45, a relação das variáveis térmicas com os espaçamentos dendríticos é apresentada. É nítido que quanto maior as variáveis térmicas menores são os espaçamentos. Desta forma, a Figura 44 corrobora para a percepção da correlação de λ_1 com a \dot{T} , tornando possível visualizar que quanto maior a Taxa de Resfriamento menor o λ_1 observado.

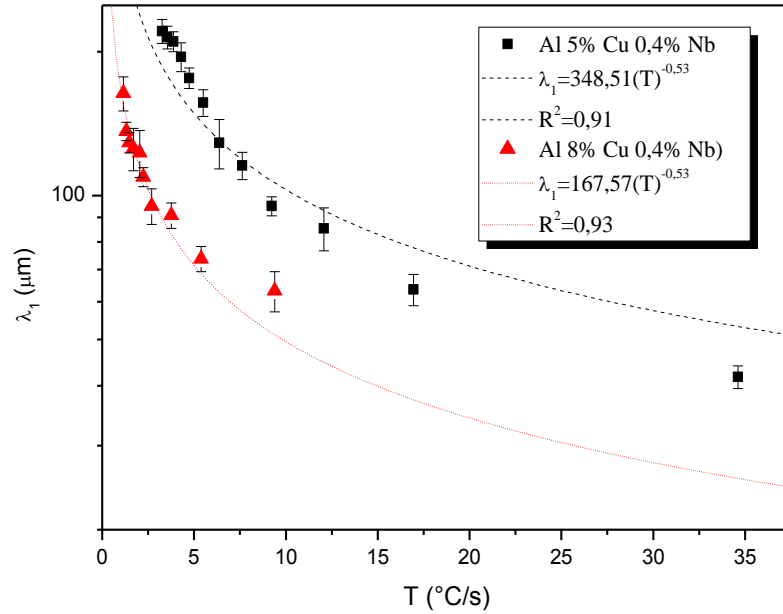


Figura 44: Espaçamentos dendríticos primário (λ_1) em função da Taxa de Resfriamento (\dot{T}), para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.

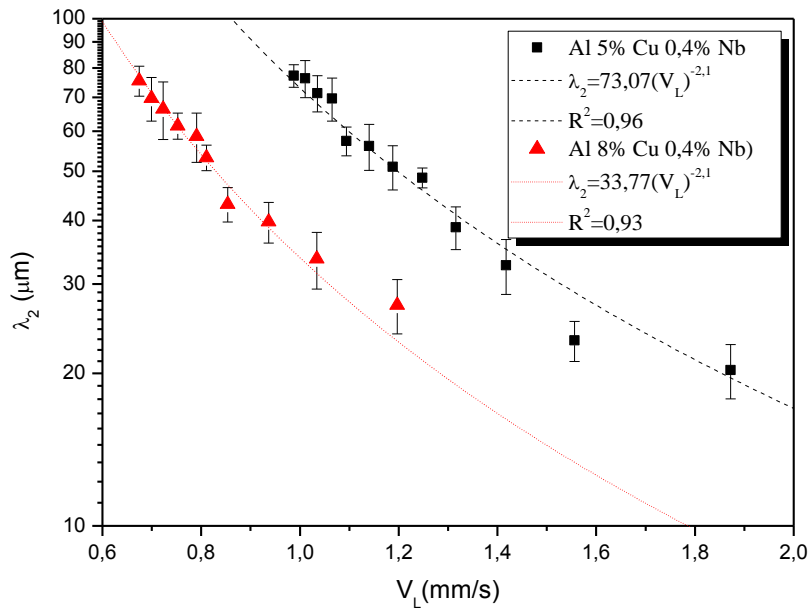


Figura 45: Espaçamentos dendríticos secundário (λ_2) em função da Velocidade da Isoterma Líquida (V_L), para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb.

A Figura 45 apresenta a correlação dos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) com a Velocidade da Isoterma *liquidus* (V_L). As funções obtidas para a lei experimental de crescimento do espaçamento λ_2 caracterizam funções potenciais onde há alto coeficiente de correlação ($R^2 > 0.9$) entre os pontos e a curva traçada.

4.4.1 Análise da microestrutura via MEV/EDS

As Figura 46 e Figura 47 apresentam as imagens obtidas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), de posições das seções transversais das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb, respectivamente. Tal investigação foi realizada com o intuito de analisar as mesmas do ponto de vista morfológico. Foi verificado a tendência gradativa da rejeição de soluto em direção ao centro das regiões interdendríticas, sabendo que a solidificação acontece fora do equilíbrio, a formação de intermetálicos não previstos pode ocorrer, como observado em estudos de ligas ternárias Al-Cu-Ni (RODRIGUES et al., 2018).

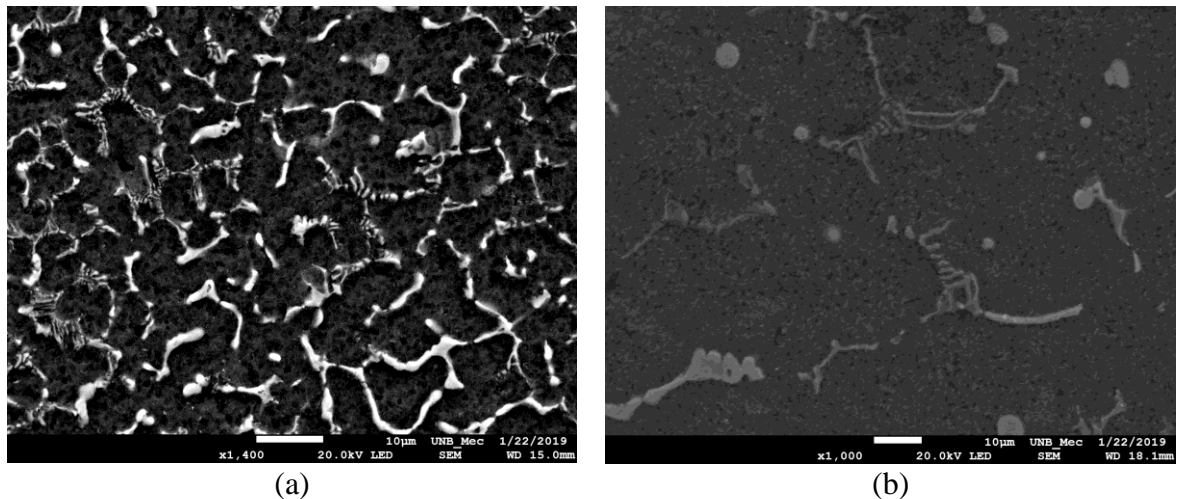


Figura 46: Imagens obtidas via MEV da liga Al-5%Cu-0,4%Nb para as posições: (a) 4,38 mm, (b) 36,92 mm.

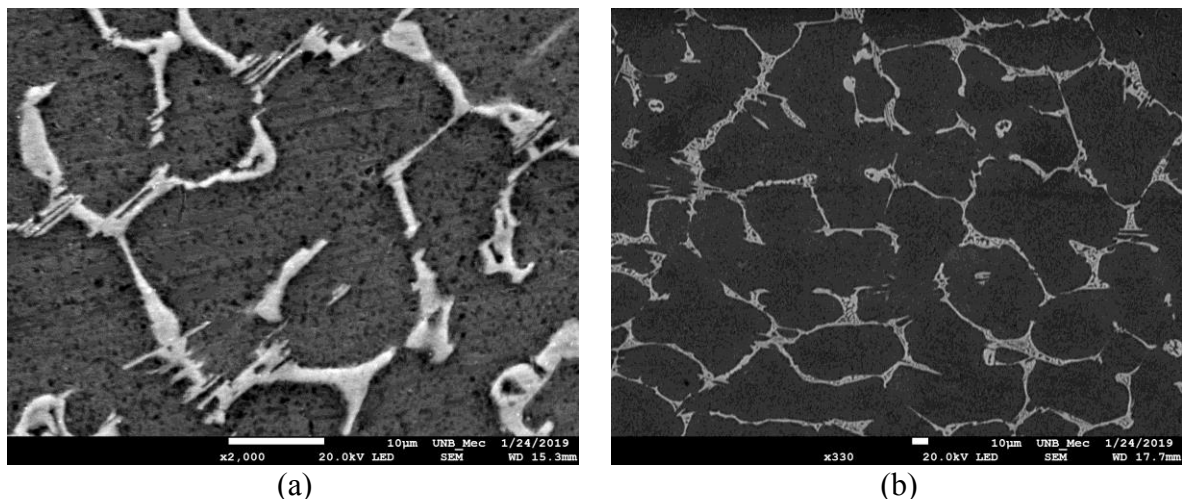


Figura 47: Imagens obtidas via MEV da liga Al-8%Cu-0,4%Nb para as posições: (a) 4,30 mm, (b) 29,09 mm.

Pode-se verificar que os compostos intermetálicos, bem como o eutético, encontram-se nas regiões de canais interdendríticos, sendo estes mais refinados nas proximidades da chapa/molde, o mesmo efeito foi encontrado em ligas Al-Cu modificadas com Ni (RODRIGUES et al., 2018).

As Figura 48 e Figura 49 apresentam as imagens obtidas via MEV/EDS, onde através da análise é possível avaliar a distribuição da composição das ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb na posição 4,38 mm e 4,30 mm respectivamente. Os resultados apresentam o recorrente na literatura quanto à ligas de Al-Cu, onde é possível identificar uma matriz rica em Al com alta solubilidade do cobre, efeito que decorre do processo de solidificação unidirecional, uma vez que tal processo provoca a solidificação fora do estado de equilíbrio, o composto Nb aparece disperso em toda a microestrutura, é notável a presença de mais cobre que o disposto inicialmente para as posições iniciais, como já mencionado, esse fenômeno é comum em ligas Al-Cu sendo conhecido por segregação inversa, onde por efeito de densidade o cobre por ser mais pesado aparece mais evidente em posições mais próximas à chapa/molde, os resultados obtidos assemelham-se aos encontrados em ligas Al-Cu modificadas com Ni (RODRIGUES, 2017).

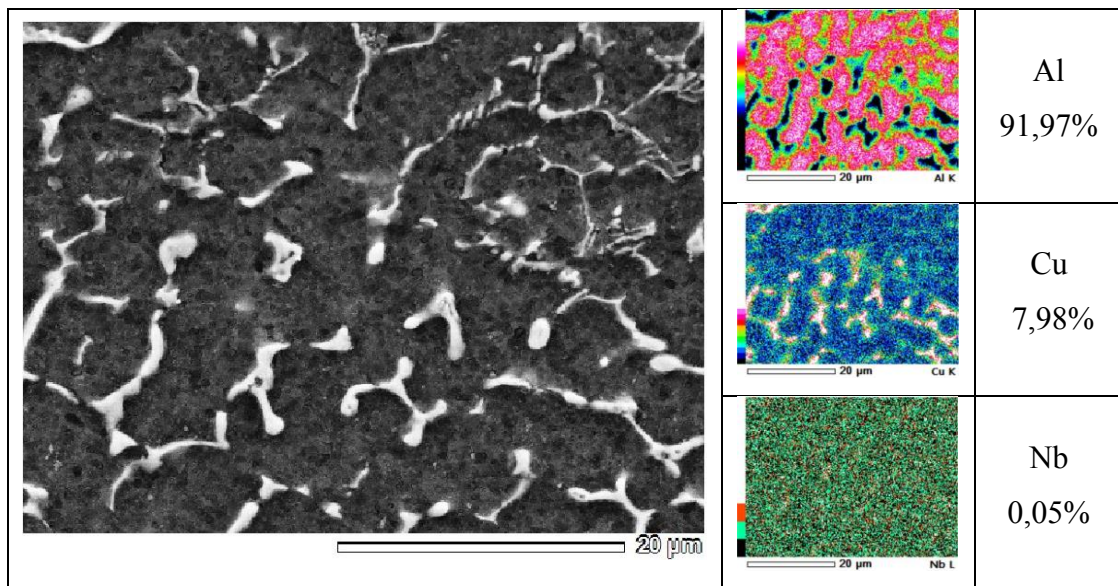


Figura 48: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb na posição 4,38 mm, aumento 2500X, percentual em massa.

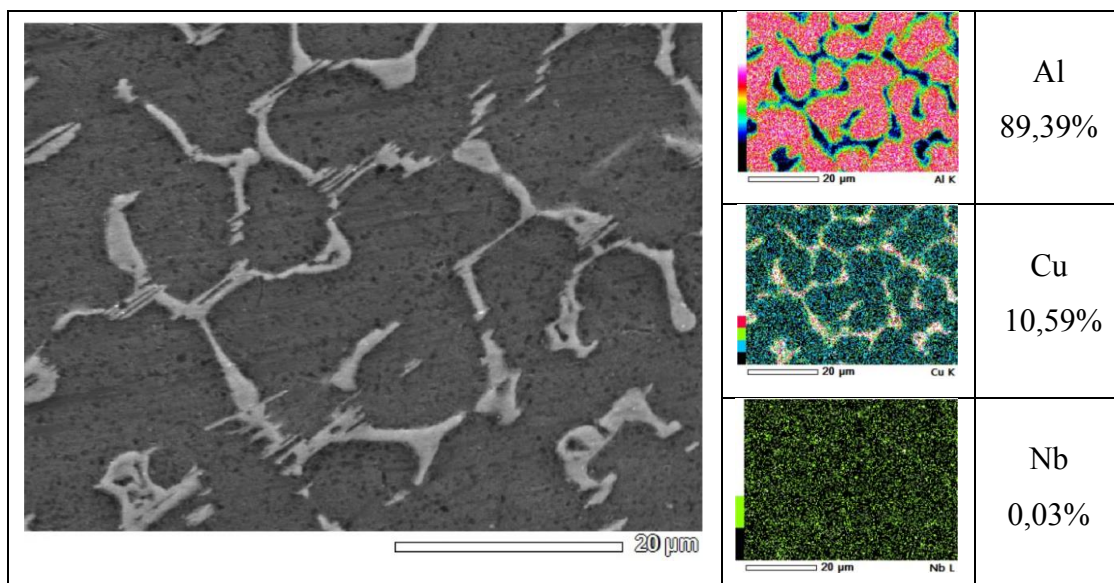


Figura 49: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb na posição 4,30 mm, aumento 2000X, percentual em massa.

Para as posições mais afastadas a Figura 50 e Figura 51, apresentam o previsto pelos ensaios de macrossegregação, uma matriz rica em Al, com alta solubilidade de Cu, entretanto com a concentração desse componente em forma menor que para as posições mais próximas à chapa/molde, a distribuição de Nb seguiu o padrão obtido para as posições iniciais encontrando-se disperso em toda a amostra, o que corrobora com o perfil de segregação encontrado via FRX. As posições são 36,92 mm para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb, e 29,09 mm para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb.

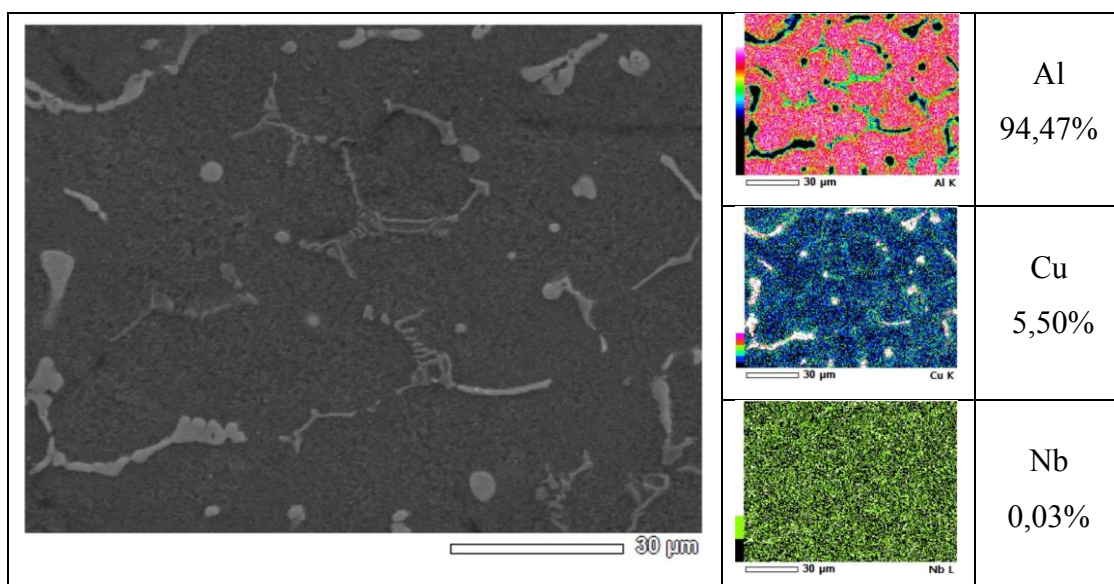


Figura 50: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb na posição 36,92 mm, aumento 1000X, percentual em massa.

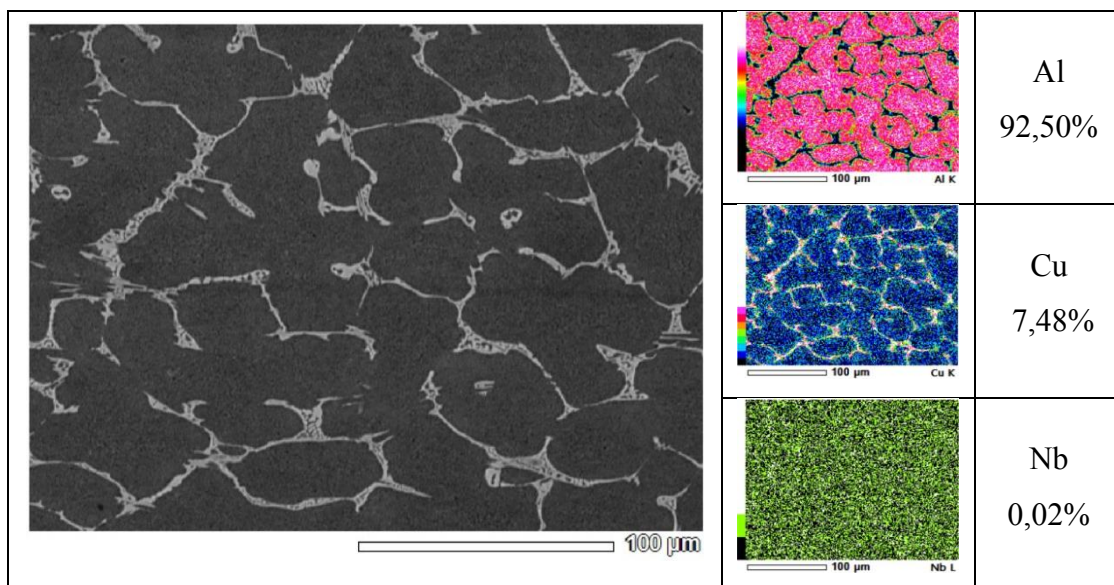


Figura 51: Mapa de EDS mostrando a distribuição dos elementos para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb na posição 29,09 mm, aumento de 450X, percentual em massa.

Com a possibilidade de verificar de forma pontual a composição complexa da microestrutura, a técnica de análise via EDS permitiu avaliar tais formações, bem como identificar a composição nominal para cada uma delas. Deste modo a Figura 52 e Figura 53 apresentam os resultados da análise dos componentes intermetálicos e matriz nas posições iniciais do lingote, é possível identificar pontos com formação acima da nominal da liga, e próximos ao percentual eutético proposto pelo diagrama de fases.

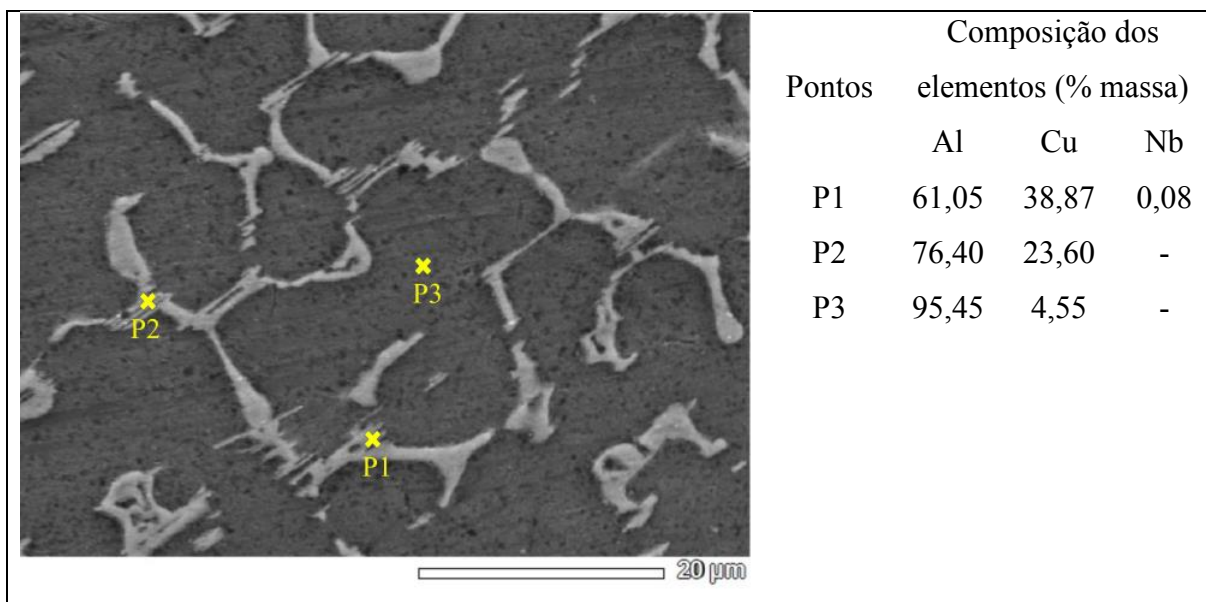


Figura 52: Análise pontual de EDS para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb na posição 4,30 mm, aumento 2000X.

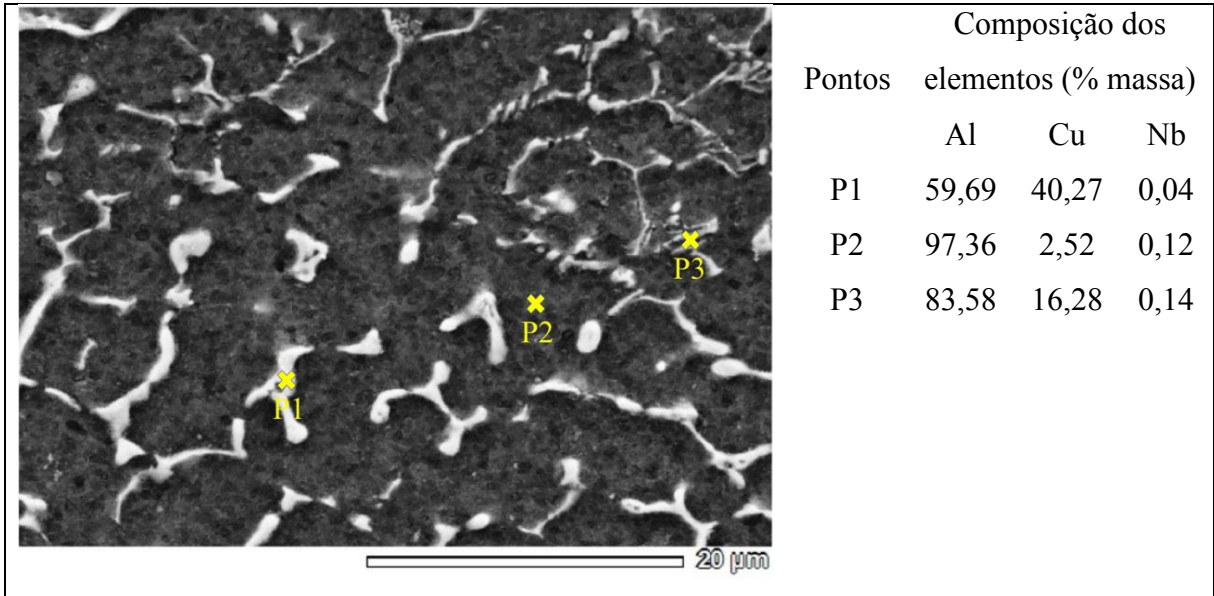


Figura 53: Análise pontual de EDS para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb na posição 4,38 mm, aumento 2500X.

O mesmo procedimento foi realizado para as posições mais afastadas, onde assim como as posições iniciais, também apresentam regiões de contorno dendrítico ricas em Cu, com percentuais próximos ao eutético, conforme Figura 54 e Figura 55, tais formações podem ocorrer no processo de resfriamento fora de equilíbrio, que é o adotado no trabalho. Desta forma os dados apresentados pela análise de DSC, podem ser confirmados com a presença do intermetálico eutético.

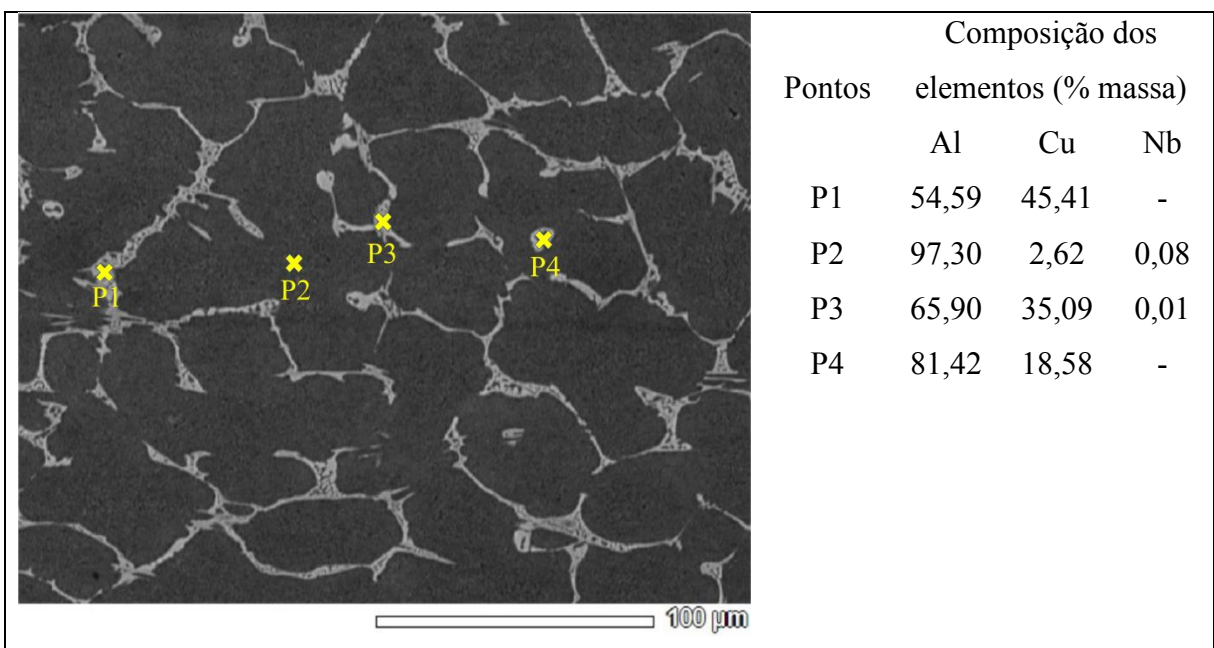


Figura 54: Análise pontual de EDS para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb na posição 29,09 mm, aumento 450X.

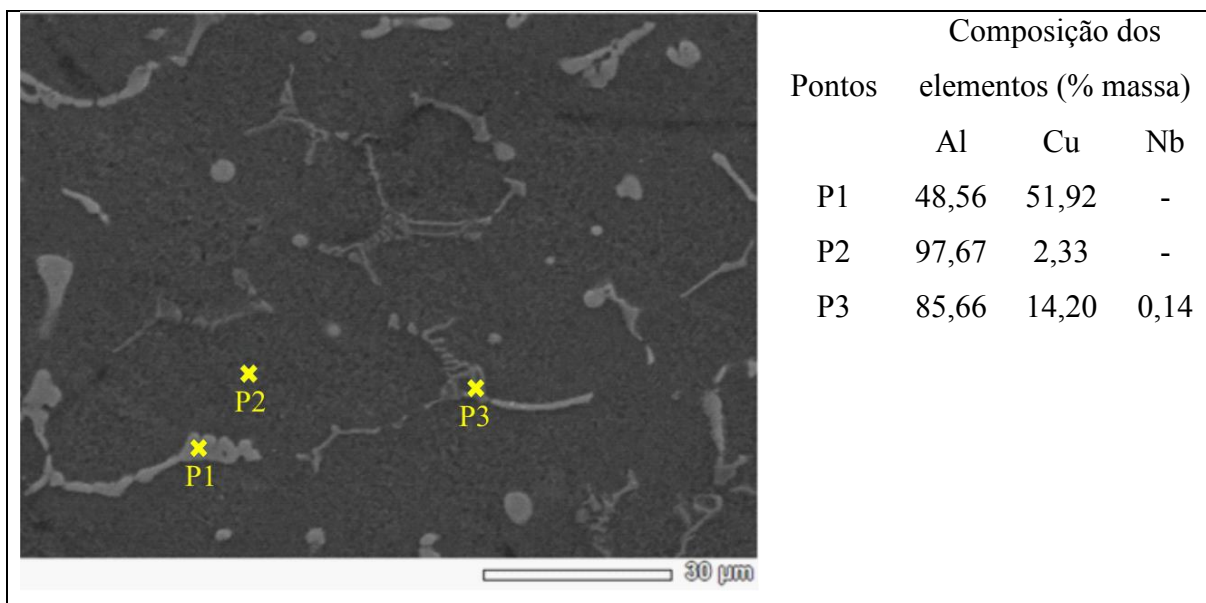


Figura 55: Análise pontual de EDS para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb na posição 36,92 mm, aumento 1000X.

Em todas as análises a presença de Nb foram encontradas de forma dispersa, por esse motivo não foi possível definir através da análise pontual de EDS as regiões de segregação preferenciais, no entanto as análises se mostram eficientes para afirmar a dispersão do Nb em toda a amostra.

4.5 Propriedades mecânicas: microdureza vickers e sonelastic

As propriedades mecânicas dos materiais apresentam grande dependência das variáveis térmicas, uma vez que influenciam nos espaçamentos dendríticos. Desta forma os ensaios de microdureza e sonelastic permitem correlacionar os comportamentos tanto elástico como plástico dos materiais (COUTINHO, 2018; KAKITANI, 2017; ŞAHIN et al., 2018).

A relação de dependência entre a microdureza vickers e os espaçamentos dendríticos pode ser apresentada através da equação de Hall-Petch. Desta forma a Figura 56 mostra os valores obtidos da microdureza em função do espaçamento dendrítico primário para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al8%Cu-0,4%Nb, onde é possível identificar um decréscimo na dureza de ambas as ligas conforme os espaçamentos aumentam, com variação superior a 20% que pode ser associada ao mecanismo de segregação inversa existente, o mesmo comportamento foi observado para ligas Al-Nb, e conferem com os dados encontrados na literatura para outros sistemas a base de Al (ARMSTRONG, 1970; COUTINHO, 2018; KAKITANI, 2017).

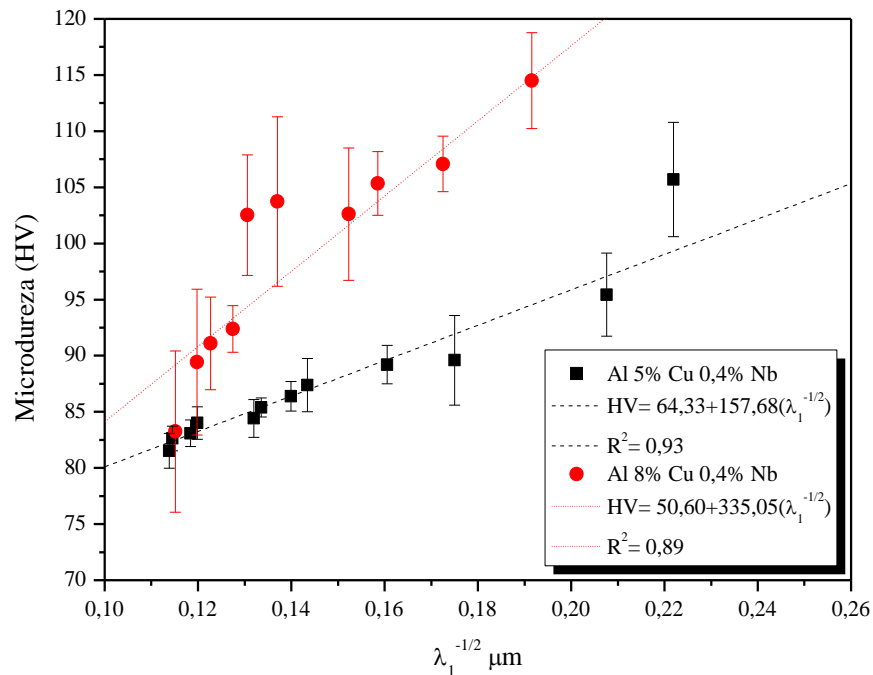


Figura 56: Evolução dos valores da microdureza em função do espaçamento dendrítico λ_1 .

A Tabela 2 apresenta os valores experimentais obtidos através do ensaio de excitação por Impulso (*Sonelastic*), para a frequência de amortecimento e módulo elástico dinâmico.

Tabela 2: Frequência de amortecimento e módulo de elasticidade dinâmico em relação a faixa de posição dos CPs.

Corpo de Prova	Faixa Posição (mm)	Frequência de Amortecimento (Hz)				Módulo Elástico Dinâmico (GPa)			
		Al-5%Cu-0,4%Nb		Al-8%Cu-0,4%Nb		Al-5%Cu-0,4%Nb		Al-8%Cu-0,4%Nb	
		Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.	Média	D.P.
CP1	0 a 11	6356,78	82,52	3915,50	250,88	76,37	0,90	74,55	0,75
CP2	12 a 23	6204,36	214,27	4148,77	251,62	76,51	0,38	73,85	0,95
CP3	24 a 35	6387,91	213,91	4053,52	330,92	75,78	1,14	70,61	1,95
CP4	36 a 48	6220,06	230,99	3724,19	394,66	72,12	0,73	59,33	5,60

Quando se trata de frequência de amortecimento, é necessário atentar-se para a dependência direta deste em relação as inúmeras variáveis do processo, entre elas estão a taxa de aquecimento e resfriamento, fator de amortecimento, tamanho de grão, concentração de soluto e a presença de precipitados. Desta forma é possível identificar que a frequência de amortecimento é maior para a liga com menor concentração de cobre, entretanto deve-se observar que a referida liga foi a que obteve maiores taxas de resfriamento e menores espaçamentos dendríticos, embora possuindo menores valores de dureza, acredita-se que o mecanismo resultante que interferiu nesse caso foi esta variável. Os módulos de elasticidade obtidos são considerados positivos uma vez que são superiores ao Alumínio puro, cerca de 70

GPa, quando comparados com a literatura é possível verificar a superioridade em relação a ligas Al-0,4%Nb por exemplo, onde sobre circunstâncias semelhantes (COUTINHO, 2018) identificou valores próximos a 70 GPa. Ainda na Tabela 2 é possível identificar a discrepância existente entre as extremidades das faixas da liga com 8%Cu, é possível que essa variação seja relacionada ao mecanismo de segregação inversa e a TCE existente nessa faixa, desta forma justificaria os valores extremos obtidos (CHEN et al., 2009; COUTINHO, 2018; VAN HUMBEECK, 2003).

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

No decorrer do trabalho os resultados experimentais obtidos e analisados possibilitam a extração das seguintes afirmações:

- Os resultados experimentais obtidos para as variáveis térmicas V_L , T e GL , seguiram os esperados pela literatura, e diminuem conforme o avanço da isoterma líquida, deste modo, quanto mais afastado da chapa/molde menores são as respectivas variáveis. Assim as leis experimentais para as ligas Al-5%Cu-0,4%Nb e Al-8%Cu-0,4%Nb são respectivamente: $V_L: 2,92(P_L)^{-0,3}$ e $V_L: 1,85(P_L)^{-0,3}$; $\dot{T}: 164,45(P_L)^{-1,086}$ e $\dot{T}: 44,57(P_L)^{-1,086}$; $GL: 67,68(P_L)^{-0,85}$; e $GL: 26,67(P_L)^{-0,85}$;
- As macroestruturas de ambas as ligas apresentaram formação colunar seguidas de transição colunar/equiaxial (TCE), onde para a liga Al-5%Cu-0,4%Nb ocorreu há 40 mm da chapa molde, enquanto para a liga Al-8%Cu-0,4%Nb ocorreu há 30,5 mm;
- Para as duas ligas, a caracterização microestrutural foi predominantemente dendrítica nas posições analisadas, onde a liga contendo 5%Cu, a microestrutura apresentou um maior refinamento nas posições iniciais, devido as maiores \dot{T} . Nesse sentido, as equações experimentais propostas para crescimento dendrítico em função das variáveis térmicas são: para Al-5%Cu-0,4%Nb $\lambda_1: 348,51(\dot{T})^{-0,53}$; e $\lambda_2: 73,07(V_L)^{-2,1}$ e para Al-8%Cu-0,4%Nb as funções são: $\lambda_1: 167,57(\dot{T})^{-0,53}$ e $\lambda_2: 33,77(V_L)^{-2,1}$;
- O mecanismo de segregação inversa, comum para ligas do sistema Al-Cu, foi observado para as duas ligas, onde verificou-se através de FRX a composição acima da nominal das ligas nas partes inferiores do lingote. O mesmo efeito foi observado através de análise térmica DSC, que apontou ainda, a existência de um pico relacionada a fase eutética presente no diagrama, e identificada através de análise química e microestrutural via EDS/MEV.
- A microdureza apresentou maiores valores para as posições iniciais por possuírem espaçamentos dendríticos primários menores, com variação superior a 20% em ambas as ligas, e decréscimo da mesma conforme se distancia da chapa molde. Embora a liga Al-5%Cu-0,4% possua espaçamentos menores nas posições iniciais, a liga contendo 8%Cu obteve maiores valores de microdureza, esse fato é associado a quantidade de soluto disperso na matriz, que favorece o aparecimento de intermetálico atuante como reforço, as

correlações foram evidenciadas através da equação de Hall-Petch: para Al-5%Cu-0,4%Nb – HV: $64,33 + 157,68(\lambda_1)^{-1/2}$ e para Al-8%Cu-0,4%Nb – HV: $50,60 + 335,05(\lambda_1)^{-1/2}$;

- Quanto mais refinada a microestrutura, ou seja, quanto menores os espaçamentos dendríticos primários, maiores são os módulos de elasticidade e frequência de amortecimento, entretanto vale ressaltar que esse comportamento é diretamente dependente do mecanismo de segregação inversa.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos estudos desenvolvidos neste trabalho, sugere-se para melhor compreensão dos mecanismos de comportamento as seguintes linhas de pesquisa:

- Ampliar a faixa de modificação da liga Al-Cu alterando inclusive o percentual do agente modificador Nb;
- Realizar a correlação entre as propriedades microestruturais com a resistência a corrosão;
- Verificar a influência da adição de Nb sobre as propriedades elétricas, a fim de destinar uma possível aplicação industrial no setor elétrico;
- Correlacionar os dados obtidos com as propriedades do material em relação ao comportamento sob tração e vida em fadiga;
- Estudar a presença dos possíveis compostos intermetálicos da liga, bem como sua estrutura de crescimento e influência sobre as propriedades mecânicas da mesma;
- Verificar a possibilidade de tratamentos térmicos para homogeneização, e precipitação de algum intermetálico.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

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

ARMSTRONG, R. W. The influence of polycrystal grain size on several mechanical properties of materials. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 1, n. 5, p. 1169–1176, 1 maio 1970.

ASM INTERNATIONAL (ED.). **Metallography and microstructures**. New ed ed. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 2004.

BERTELLI, F. et al. Cooling thermal parameters, microstructure, segregation and hardness in directionally solidified Al–Sn–(Si;Cu) alloys. **Materials & Design**, v. 72, p. 31–42, 5 maio 2015.

BESKOW, A. B. Estudo da solidificação unidirecional ascendente para obtenção de estruturas colunares grosseiras. 25 mar. 2008.

BRITO, C. et al. Cellular/dendritic arrays and intermetallic phases affecting corrosion and mechanical resistances of an Al–Mg–Si alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 673, p. 220–230, 15 jul. 2016.

BRITO, C. C. DE. Parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação transitória de Ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e correlação com resistências mecânicas e à corrosão. 2016.

BRUNDIDGE, C. L.; MILLER, J. D.; POLLOCK, T. M. Development of Dendritic Structure in the Liquid-Metal-Cooled, Directional-Solidification Process. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 42, n. 9, p. 2723–2732, 1 set. 2011.

ÇADIRLI, E. Effect of solidification parameters on mechanical properties of directionally solidified Al-Rich Al-Cu alloys. **Metals and Materials International**, v. 19, n. 3, p. 411–422, 1 maio 2013.

CHEN, Y. et al. Damping capacity of TiNi-based shape memory alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 482, n. 1, p. 151–154, 12 ago. 2009.

CHOUDHARY, S. K. et al. Solidification morphology and segregation in continuously cast steel slab. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 243, p. 312–321, 1 maio 2017.

COSTA, T. A. et al. The effect of microstructure length scale on dry sliding wear behaviour of monotectic Al-Bi-Sn alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 689, p. 767–776, 25 dez. 2016.

COUTINHO, M. M. Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga Al0,4%Nb em diferentes condições de solidificação. 19 jul. 2018.

CRUZ, K. S. et al. Dendritic Arm Spacing Affecting Mechanical Properties and Wear Behavior of Al-Sn and Al-Si Alloys Directionally Solidified under Unsteady-State Conditions. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41, n. 4, p. 972–984, 1 abr. 2010.

DANTAS, P. P. Caracterização de ligas hipereutéticas de Al-Ni solidificadas unidirecionalmente. 15 out. 2014.

ELLIOTT, R. P.; SHUNK, F. A. The Al-Nb system (Aluminum-Niobium). **Bulletin of Alloy Phase Diagrams**, v. 2, n. 1, p. 75–81, 1 jun. 1981.

FARIA, J. D. et al. Influência na microestrutura e na microdureza decorrente da adição de 4%Ag na liga Al-4%Cu solidificada unidirecionalmente. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 20, n. 4, p. 992–1007, dez. 2015.

FERREIRA, I. L. Análises numérica, analítica e experimental da macrossegregação inversa na solidificação. 2004.

FILHO, D. Análises térmica e microestrutural na solidificação de ligas monofásica e peritéticas do sistema Zn-Ag. 2013.

GAO, N. et al. Precipitation in Stretched Al-Cu-Mg Alloys with Reduced Alloying Content Studied by DSC, TEM and Atom Probe. **Materials Science Forum**, v. 396–402, p. 923–928, jul. 2002.

GARCIA, A. Influência das variáveis térmicas de solidificação na formação da macroestrutura e da microestrutura e correlação com propriedades decorrentes. **Projeções**, v. 23, p. 13–32, 2005.

GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações**. [s.l.] Editora da Unicamp, 2011.

GOMES, L. G. Microestrutura dendrítica, macrossegregação e microporosidade na solidificação de ligas ternárias Al-Si-Cu. 2012.

GOULART, P. R. Caracterização da microestrutura de solidificação de ligas Al-Fe e correlação com propriedades mecânicas. 2010.

GOULART, P. R. et al. The effects of cell spacing and distribution of intermetallic fibers on the mechanical properties of hypoeutectic Al-Fe alloys. **Materials Chemistry and Physics**, v. 119, n. 1, p. 272–278, 15 jan. 2010.

GÜNDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. Directional solidification of aluminium-copper alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 327, n. 2, p. 167–185, 30 abr. 2002.

KAKITANI, R. Solidificação Transitória das Ligas Al-11%Si e Eutética Al-11%Si-5%Ni: parâmetros Térmicos, Microestrutura e Propriedades Mecânicas. 2017.

KARAKÖSE, E.; KESKIN, M. Morphological characteristic of the conventional and melt-spun Al-10Ni-5.6Cu (in wt.%) alloy. **Materials Characterization**, v. 60, n. 12, p. 1569–1577, 1 dez. 2009.

KIM, J. T. et al. Understanding the relationship between microstructure and mechanical properties of Al-Cu-Si ultrafine eutectic composites. **Materials & Design**, v. 92, p. 1038–1045, 15 fev. 2016.

MORAIS, T. A. A. Processamento de uma liga de alumínio: efeitos da modificação e do tratamento térmico T6. 2015.

- MOUTINHO, D. J. et al. **Thermal Parameters, Microstructure and Porosity During Transient Solidification of Ternary Al–Cu–Si Alloys**. Disponível em: <<https://www.scientific.net/MSF.730-732.883>>. Acesso em: 29 jan. 2019.
- NADELLA, R. et al. Macrosegregation in direct-chill casting of aluminium alloys. **Progress in Materials Science**, v. 53, n. 3, p. 421–480, 1 mar. 2008.
- NANDI, P. et al. Solid state synthesis of Al-based amorphous and nanocrystalline Al–Cu–Nb alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 359, n. 1, p. 11–17, 25 out. 2003.
- OHNO, A. **The solidification of metals**. [s.l.] Chijin Shokan Co, 1976.
- OSÓRIO, W. R. et al. The roles of macrosegregation and of dendritic array spacings on the electrochemical behavior of an Al–4.5wt.% Cu alloy. **Electrochimica Acta**, v. 52, n. 9, p. 3265–3273, 15 fev. 2007.
- PEIXOTO, L. C. DE L. Microestrutura de solidificação e resistências mecânicas e a corrosão de ligas Pb-Sn diluídas. 2009.
- PERES, M. D. Desenvolvimento da macroestrutura e da microestrutura na solidificação unidirecional transitoria de ligas Al-Si. 2005.
- QUARESMA, J. M. V.; SANTOS, C. A.; GARCIA, A. Correlation between unsteady-state solidification conditions, dendrite spacings, and mechanical properties of Al-Cu alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 31, n. 12, p. 3167–3178, 1 dez. 2000.
- REINKE, G. Influência do tratamento térmico nas propriedades mecânicas de fios de alumínio liga usados em cabos condutores submetidos a ensaios de fadiga. 24 abr. 2017.
- REIS, B. P. Endurecimento por precipitação em função das condições de solidificação em ligas leves de Al-Zn-Mg com variações no teor de zinco. 2017.
- REYES, R. V. et al. Tensile properties and related microstructural aspects of hypereutectic Al-Si alloys directionally solidified under different melt superheats and transient heat flow conditions. **Materials Science and Engineering: A**, v. 685, p. 235–243, 8 fev. 2017.
- ROCHA, O. F. L. DA. Análise teórico-experimental da transição celular/dendritica e da evolução da morfologia dendritica na solidificação unidirecional em condições de fluxo de calor transitorio. 2003.
- ROCHA, O. L.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA, A. Cellular spacings in unsteady-state directionally solidified Sn–Pb alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 361, n. 1, p. 111–118, 25 nov. 2003.
- RODRIGUES, A. V. Correlações entre microestruturas de solidificação e resistências mecânica e à corrosão de ligas Al-Cu-Ni. 2017.
- RODRIGUES, A. V. et al. Microstructure and Tensile/Corrosion Properties Relationships of Directionally Solidified Al–Cu–Ni Alloys. **Metals and Materials International**, v. 24, n. 5, p. 1058–1076, 1 set. 2018.
- ROSA, D. M. Caracterização da microestrutura dendritica na solidificação vertical descendente de ligas AL-CU. 2004.

ROSA, D. M. Estruturas Celulares, Transição Celular/Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória. 2007.

ŞAHIN, M. et al. Microstructural evolution and mechanical properties of Sn-Bi-Cu ternary eutectic alloy produced by directional solidification. **Materials Research**, v. 21, n. 2, 2018.

SHIN, S.-S.; LIM, K.-M.; PARK, I.-M. Effects of high Zn content on the microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Cu gravity-cast alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 679, p. 340–349, 2 jan. 2017.

SILVA, J. I. S. Caracterização microestrutural e mecânica de ligas diluídas de alumínio-nióbio. 7 mar. 2018.

SON, S. K. et al. Precipitation behavior of an Al-Cu alloy during isothermal aging at low temperatures. **Materials Letters**, v. 59, n. 6, p. 629–632, mar. 2005.

SPINELLI, J. E. et al. Influence of melt convection on dendritic spacings of downward unsteady-state directionally solidified Al-Cu alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 383, n. 2, p. 271–282, 15 out. 2004.

TRIVEÑO RIOS, C. Obtenção, crescimento direcional e caracterização das estruturas eutéticas Al₃Nb-Nb₂Al e Al₃Nb-Nb₂Al-AlNbNi. 2000.

VAN HUMBEECK, J. Damping capacity of thermoelastic martensite in shape memory alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, Proceedings of the International Symposium on High Damping Materials. v. 355, n. 1, p. 58–64, 30 jun. 2003.

WANG, F. et al. A high thermal gradient directional solidification method for growing superalloy single crystals. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 214, n. 12, p. 3112–3121, 1 dez. 2014.

ZHU, Z. et al. Experimental identification of the degenerated equilibrium and thermodynamic modeling in the Al-Nb system. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 460, n. 1, p. 632–638, 28 jul. 2008.