

# EFEITO DA ADIÇÃO DE INOCULANTE NA MACROESTRUTURA DE LIGAS Al-Si OBTIDAS POR SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL<sup>1</sup>

Diego Alfonso Pineda Arango<sup>2</sup>  
Marcelo Aquino Martorano<sup>3</sup>

## Resumo

Foi realizado um estudo do efeito da adição de diferentes quantidades do inoculante Al-3%Ti-1%B na transição de grãos do tipo colunar para equiaxial de ligas Al-3%Si e Al-7%Si obtidas por solidificação unidirecional. A solidificação direcional foi conduzida em um cadinho cilíndrico com base refrigerada a água e paredes laterais isoladas termicamente. A quantidade de inoculante adicionada ao banho de liga líquida foi incrementada nos diversos ensaios alterando a macroestrutura de grãos de completamente colunar até completamente equiaxial. A macroestrutura da seção longitudinal dos lingotes foi revelada e parâmetros térmicos foram calculados a partir das curvas de resfriamento coletadas no interior do cadinho durante a solidificação. O aumento da quantidade de inoculante mostrou que os grãos colunares são eliminados gradativamente sem que o seu comprimento diminua. Os grãos colunares desaparecem completamente através de uma mistura de grãos colunares e equiaxiais, que aumentam em número conforme a quantidade de inoculante aumenta.

**Palavras-chave:** Inoculação; Transição colunar-equiaxial; Macroestrutura; Alumínio; Solidificação direcional.

## EFFECTS OF INOCULANT ADDITION ON THE MACROSTRUCTURE OF Al-Si ALLOYS OBTAINED BY UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION

### Abstract

Different amounts of the inoculant Al-3%Ti-1%B were added to Al-3%Si and Al-7%Si alloys solidified directionally and the effects on the columnar-to-equiaxed transition were studied. The directional solidification was carried out within a cylindrical crucible with a water cooled base and adiabatic lateral walls. The amount of inoculant added to the melt was increased progressively in each experiment, changing completely the grain macrostructure from completely columnar to completely equiaxed. The grain macrostructure of the longitudinal section of each ingot was revealed and thermal parameters were calculated from the cooling curves measured by thermocouples located inside the crucible during solidification. An increase in the amount of inoculant shows that the columnar grains are eliminated without decreasing their length. Instead, equiaxed grains nucleate among columnar grains, creating a mixed columnar-equiaxed region. When the amount of inoculant increased, the number of equiaxed grains in between columnar grains also increased up to a macrostructure made completely of equiaxed grains, eliminating all columnar grains.

**Keywords:** Inoculation, columnar-to-equiaxed transition, macrostructure, aluminum, directional solidification.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>2</sup> Mestre em Engenharia Metalúrgica e Engenheiro de Materiais, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Av. Prof. Mello Moraes, 2463, São Paulo, SP, Brasil, CEP 05508-900.

<sup>3</sup> Professor, Depto. Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP.

## 1 INTRODUÇÃO

A macroestrutura de grãos em uma estrutura bruta de solidificação pode consistir de três zonas:<sup>(1)</sup> (a) zona coquilhada, formada por uma camada periférica de pequenos grãos equiaxiais com orientação cristalográfica aleatória junto à parede do molde; (b) zona colunar, formada por grãos alongados que apresentam algumas direções cristalográficas específicas aproximadamente paralelas à direção do fluxo de calor; e (c) zona equiaxial, formada por grãos equiaxiais de orientação cristalográfica aleatória, porém maiores do que os grãos da zona coquilhada e localizados na região central do lingote. A existência das duas últimas zonas garante a presença da transição colunar-equiaxial (CET – *columnar-to-equiaxed transition*), que é definida como a transição entre a região de grãos completamente colunares para a região de grãos completamente equiaxiais.

O entendimento da CET pode permitir o controle da quantidade de grãos colunares e equiaxiais na macroestrutura. Logo, existe uma grande motivação para se determinarem os parâmetros que afetam direta ou indiretamente a formação da macroestrutura de grãos. Estes parâmetros foram propostos, classificados e estudados amplamente na literatura.<sup>(2)</sup> Segundo estes estudos, os parâmetros que afetam significativamente a macroestrutura bruta de solidificação são: a composição da liga; o superaquecimento inicial do metal líquido; a convecção natural ou forçada do líquido; o tipo de liga e a adição de inoculantes.

A adição de inoculantes, conhecida como inoculação, é uma prática empregada para o refino do grão na macroestrutura bruta de solidificação. Ela é realizada com adições de ligas-mãe que garantem a formação de uma estrutura fina de grãos equiaxiais, eliminando o crescimento de grãos colunares.<sup>(3)</sup> O processo de refino traz benefícios como: o aumento da fluidez do metal líquido, a melhora da dispersão de partículas de segunda fase e porosidade na estrutura, a melhora do acabamento superficial, da usinabilidade e das propriedades mecânicas.<sup>(4)</sup> No processo de inoculação, são introduzidas no metal líquido partículas que agem como substratos eficientes para a nucleação heterogênea. As ligas-mãe mais utilizadas para a inoculação de ligas de Al são: Al-Ti, Al-B e Al-Ti-B.<sup>(5)</sup>

O efeito da adição destes inoculantes na CET foi estudado sob condições de solidificação direcional ascendente num forno Bridgman-Stockbarger<sup>(6)</sup> e sob condições transientes. Nos ensaios transientes a velocidade de solidificação era imposta por uma base refrigerada a água, sem a possibilidade de controle. Neste tipo de ensaio, Ziv e Weinberg<sup>(7)</sup> solidificaram de forma ascendente ligas de Al-3%Cu sem e com adições do inoculante Al-5%Ti-1%B. Os autores reportaram que, com incrementos na quantidade de inoculante, a CET permaneceu quase invariável até uma quantidade crítica de 171 ppm de partículas de TiB<sub>2</sub>, presentes na liga-mãe. Adições maiores transformaram a estrutura em grãos equiaxiais refinados.

No presente trabalho, o objetivo principal é estudar o efeito da adição de diferentes quantidades do inoculante Al-3%Ti-1%B na transição colunar-equiaxial que ocorre nas ligas Al-3%Si e Al-7%Si obtidas por solidificação unidirecional transiente de lingotes cilíndricos.

## 2 METODOLOGIA

Lingotes da liga Al-3% e Al-7% em peso de Si foram preparados em duas etapas: a primeira consistiu na elaboração de uma liga mãe de Al-20%(peso)Si num forno de indução, a segunda parte consistiu na refusão e a sua diluição através de Al

comercialmente puro até o teor de 3%(peso) Si ou 7%(peso)Si. As matérias-primas para a elaboração das diferentes ligas utilizadas nos testes foram o alumínio comercialmente puro (Al-CP) e o silício de grau metalúrgico (Si-GM). A inoculação do banho, quando realizada, foi feita através da adição da liga-mãe comercial Al-3Ti-1%B.

Foram conduzidos testes de solidificação unidirecional ascendente com a liga Al-3%Si e Al-7%Si com a adição de diferentes quantidades da liga-mãe inoculante. As adições resultaram em um teor final de Ti entre 0,006 a 0,1%(peso)Ti para a liga Al-3%Si e entre 0,012 a 0,12%(peso)Ti para a liga Al-7%Si. Após a adição da liga-mãe, o banho líquido foi agitado com uma barra de grafita e mantido à temperatura de 820°C por 7 min em um forno do tipo mufla. Finalmente o banho líquido foi vazado para um cadinho metálico pré-aquecido a 700°C. A superfície lateral do cadinho foi isolada termicamente através de um revestimento interno de manta cerâmica e a base refrigerada a água foi polida com lixa 400 mesh e revestida com tinta à base de grafita. Após o preenchimento do cadinho, o metal líquido foi mantido por um período de três minutos para eliminar a turbulência do vazamento, antes de acionar a água de refrigeração de sua base a uma vazão de  $\sim 8 \text{ l/min, l/min}^{-1}$  iniciando a solidificação direcional ascendente.

O resfriamento e solidificação do metal foi registrado por um conjunto de 7 termopares do tipo K com isolamento mineral e bainha metálica de diâmetro externo 1,5 mm. Estes termopares foram inseridos no interior do cadinho, próximos ao seu eixo, a diferentes distâncias em relação à base refrigerada e foram conectados a um sistema de aquisição de dados computadorizado para coleta das curvas de resfriamento. O lingote cilíndrico já solidificado foi seccionado ao longo do eixo longitudinal e sua seção foi lixada até lixa 400 mesh, sendo posteriormente atacada quimicamente para revelar a macroestrutura (ataque químico: 66 ml de HNO<sub>3</sub>, 33 ml de HCl e 1 ml de HF).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Macroestruturas

As macroestruturas brutas de solidificação da secção longitudinal dos lingotes cilíndricos com diferentes quantidades de inoculante estão apresentadas na Figura 1 e Figura 2. A região da CET foi demarcada visualmente por duas linhas utilizando o seguinte critério: a linha superior foi posicionada onde acima existiam apenas grãos completamente equiaxiais e a linha inferior, onde abaixo existiam apenas grãos completamente colunares. Logo, entre as linhas está a região da CET, onde existe uma mistura de grãos colunares e equiaxiais.

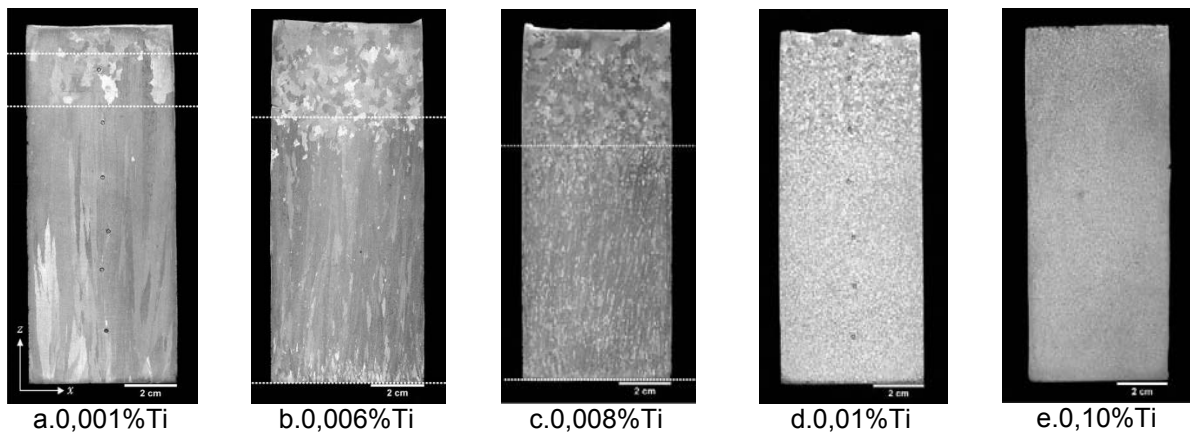
A Figura 1 (a) apresenta a macroestrutura da liga Al-3%Si sem adição de inoculante. Esta macroestrutura está caracterizada pelo crescimento dos grãos colunares desde a base do lingote estendendo-se até o topo, onde existe uma pequena zona de grãos equiaxiais. A transição dos grãos colunares para equiaxiais (CET) não surge de forma abrupta, sendo difícil defini-la. A região da CET localiza-se entre as distâncias de 0,107 m a 0,127 m em relação à base do lingote. Ares et al.<sup>(8)</sup> reportaram também que a CET não surgiu de forma abrupta, mostrando portanto uma zona onde alguns grãos equiaxiais coexistem com os grãos colunares. Por outro lado, alguns autores indicaram que a CET surge de forma abrupta.<sup>(7,9,10)</sup>

A quantidade de adição de inoculante foi incrementada gradativamente, causando um aumento no teor de Ti e provocando alterações na macroestrutura. Na

Figura 1 (b) e (c), pode-se ver uma zona que se estende da base do lingote até aproximadamente 0,1 m composta por grãos colunares e contendo alguns grãos equiaxiais entremeados. Esta zona será chamada de zona mista ou região da CET.

Acima de cada uma destas zonas está uma zona composta de grãos completamente equiaxiais. Nota-se também que o comprimento das zonas mistas nos lingotes é relativamente próximo (Figura 1 (b) a (d)), apesar da diferença no teor nominal de Ti. Observa-se também que o aumento da quantidade de inoculante resultou em uma diminuição do tamanho médio de grãos equiaxiais nas macroestruturas da Figura 1 (b) e (c). Esta diminuição parece indicar que realmente houve uma maior presença de partículas inoculantes na estrutura da Figura 1 (c), apesar do tamanho da região mista não ter sofrido efeito significativo.

Ziv e Weinberg<sup>(7)</sup> também realizaram adições de partículas inoculantes na forma de TiB<sub>2</sub>. As macroestruturas resultantes mostraram que acima de uma determinada quantidade de adição, o comprimento dos grãos colunares praticamente não variava. Estas observações estão consistentes com as macroestruturas da Figura 1(b) e (c). A região da CET ou zona mista foi eliminada completamente para adições de liga-mãe superiores a 0,01%Ti, como mostra a macroestrutura da Figura 1 (d) e (e).



**Figura 1.** Macroestruturas brutas de solidificação da liga Al-3%Si com diferentes adições do inoculante Al-3%Ti-1%B, correspondendo aos teores analisados de Ti mostrados na parte inferior de cada macroestrutura. A região da CET, quando existir, está demarcada por duas linhas pontilhadas na macroestrutura em relação à base do lingote: (a) CET<sub>Min</sub>: 0,107; CET<sub>Max</sub>: 0,127 m, (b) CET<sub>Min</sub>: 0; CET<sub>Max</sub>: 0,102 m, (c) CET<sub>Min</sub>: 0; CET<sub>Max</sub>: 0,0915m.

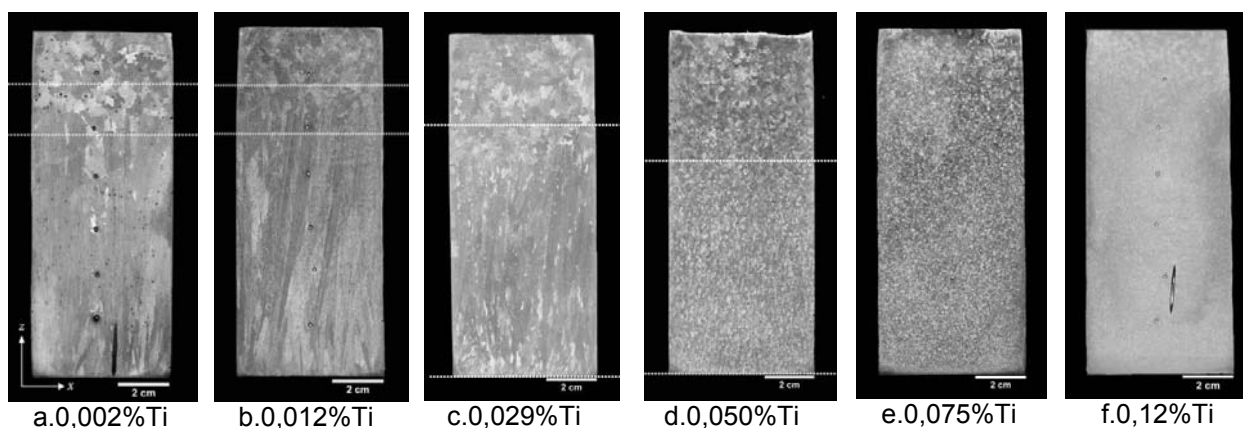
A Figura 2(a) apresenta a macroestrutura da liga Al-7%Si sem adição de inoculante. Nota-se que a presença de uma zona colunar, uma equiaxial e uma pequena zona mista ou região de CET entre as distâncias de 0,097 m e 0,118 m em relação à base do lingote. Ao comparar as macroestruturas das ligas Al-7%Si (Figura 2 (a)) e Al-3%Si (Figura 1(a)) pode-se ver claramente que o incremento no teor de Si não diminuiu significativamente o comprimento dos grãos colunares. O mesmo resultado foi observado por Gandin<sup>(10)</sup> em ligas Al-Si de mesma composição.

A liga-mãe Al-3%Ti-1%B foi adicionada para inocular a liga Al-7%Si e seu efeito pode ser observado ao se comparar a Figura 2(a) e (b). Pode-se verificar que adição de inoculante até o teor de 0,012%Ti não alterou a macroestrutura. No entanto, no caso da liga Al-3%Si, adições menores (0,006%Ti) já provocaram o aparecimento de grãos equiaxiais entre os grãos colunares e a diminuição do tamanho de grão equiaxial no topo do lingote. No caso da liga Al-7%Si, estes grãos equiaxiais começaram a aparecer entre os grãos colunares somente acima do teor de 0,029%Ti (Figura 2(c)).



Estas observações indicam que as partículas inoculantes, quando adicionadas em teores  $\leq 0,012\%Ti$ , não funcionam como centros nucleadores para a liga Al-7%Si. Esta observação está consistente com diversas evidências experimentais de que um aumento no teor de Si de 3% para 7% diminui o potencial inoculante das partículas de  $TiB_2$ , fenômeno conhecido como “envenenamento” do inoculante.<sup>(4.11)</sup> Observa-se que uma maior quantidade de inoculante deve ser sempre adicionada às ligas Al-7%Si para se ter o mesmo tamanho de grão observado nas ligas Al-3%Si. O presente trabalho mostra que um efeito análogo ocorre para se eliminar os grãos colunares.

A adição de inoculante em um teor de 0,029%Ti (Figura 2(c)) resultou em uma macroestrutura semelhante àquela obtida para uma adição de 0,008%Ti à liga Al-3%Si. Esta macroestrutura consiste de uma zona mista composta por grãos colunares e equiaxiais que se estende da base do lingote até 0,01 m. Acima desta região está uma zona composta de grãos completamente equiaxiais. Ao se fazer um novo incremento de liga-mãe para o teor de 0,05 %Ti, observa-se ainda uma zona mista, mas agora contendo poucos grãos colunares, que não são evidentes na macroestrutura apresentada. Neste caso houve também uma diminuição significativa do tamanho médio dos grãos equiaxiais localizados no topo do lingote em comparação ao caso sem adição de inoculantes. A região mista ou da CET foi eliminada completamente para adições de inoculante superiores a 0,075%Ti, como mostra a macroestrutura da Figura 2(e) a (f).



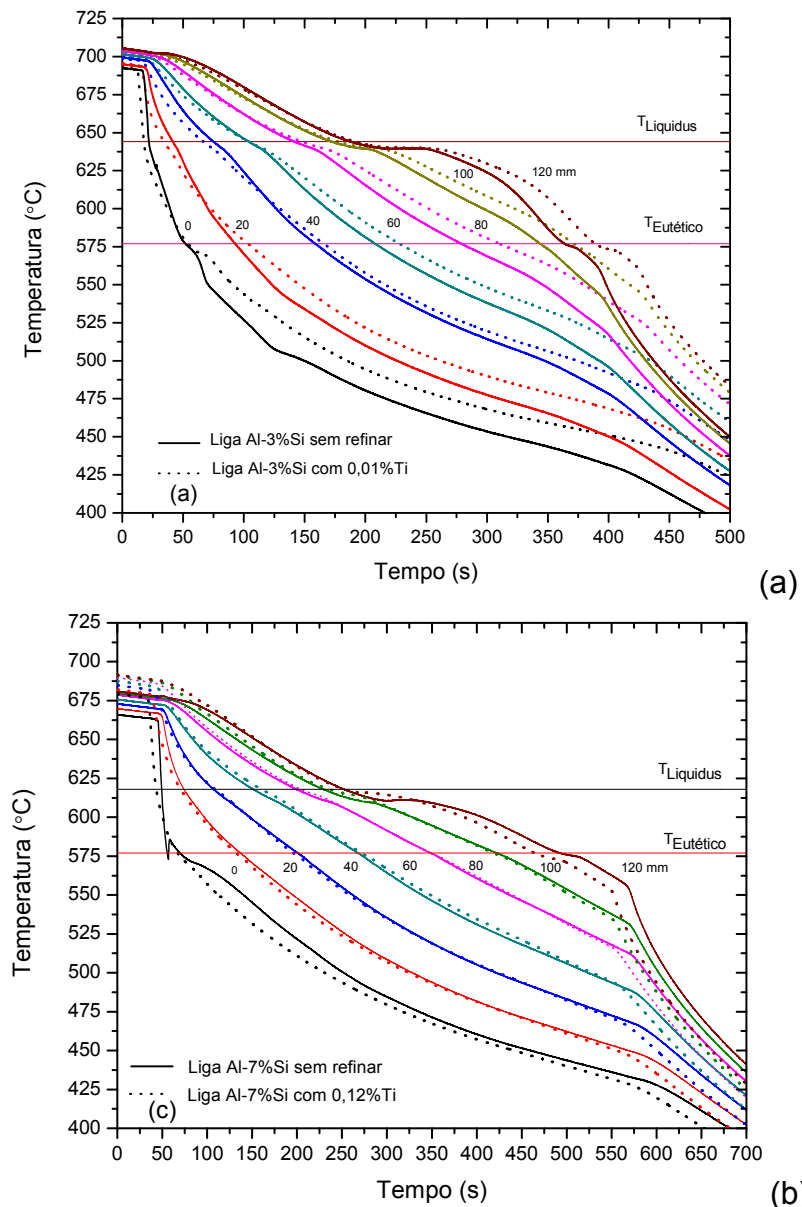
**Figura 2** Macroestruturas brutas de solidificação da liga Al-7%Si com diferentes adições de inoculante Al-3%Ti-1%B, correspondendo aos teores analisados de Ti mostrados na parte inferior de cada macroestrutura. A região da CET, quando existir, está demarcada por duas linhas pontilhadas na macroestrutura em relação à base do lingote: (a)  $CET_{Min}$ : 0,097;  $CET_{Max}$ : 0,118 m, (b)  $CET_{Min}$ : 0,096;  $CET_{Max}$ : 0,115 m, (c)  $CET_{Min}$ : 0;  $CET_{Max}$ : 0,102 m, (d)  $CET_{Min}$ : 0;  $CET_{Max}$ : 0,086 m.

### 3.2 Curvas de Resfriamento

As curvas de resfriamento para a liga Al-3%Si e Al-7%Si, sem e com adição de inoculante, estão apresentadas na Figura 3. Observa-se uma alteração na inclinação das curvas próximo à temperatura *liquidus* de cada liga e próximo à temperatura da reação eutética (577°C), resultante da liberação do calor latente de solidificação. Entre estas curvas, somente aquelas coletadas pelo termopar localizado a 0,12 m da base dos lingotes (topo) sem adição de inoculante apresentaram uma pequena recalescência no início da solidificação primária. Esta recalescência pode estar associada à formação dos grãos equiaxiais observados

nesta região. As outras curvas de resfriamento não apresentaram recalescência, que é uma das características do crescimento dos grãos colunares.<sup>(1)</sup>

A diferença entre a temperatura *liquidus* e a temperatura mínima da recalescência é de aproximadamente 4,5 K para a liga Al-3%Si e de 7 K para a liga Al-7%Si. A adição de inoculante eliminou a recalescência na curva da liga Al-3%Si e reduziu o seu tamanho para o caso do da liga Al-7%Si. Apesar desta diferença, de forma geral as curvas de resfriamento foram muito semelhantes para os ensaios com e sem a adição de inoculante nos dois tipos de liga, indicando condições térmicas similares.



**Figura 3.** Curvas de resfriamento para as ligas: (a) Al-3%Si sem e com adição de inoculante no teor de 0,01%Ti, (b) Al-7%Si sem e com adição de inoculante no teor de 0,12%Ti.

### 3.3 Parâmetros Térmicos

A partir das curvas de resfriamento apresentadas no item anterior determinaram-se diversos parâmetros térmicos (Figura 4): a posição e a velocidade

das isothermas *liquidus* e do eutético e os gradientes térmicos na posição destas isothermas. O tempo local de solidificação,  $t_{L,S}$ , associado a uma determinada posição do lingote pode ser obtido a partir da distância vertical entre as curvas de posição das isothermas mostradas nas Figuras 4(a) e (d).

As posições das isothermas *liquidus*,  $Z_L$ , e *solidus*,  $Z_E$  (que coincide com a isoterma da reação eutética), foram obtidas ao identificar o instante de tempo no qual a curva de resfriamento atingia a temperatura *liquidus* ou *solidus*, respectivamente. Este processo foi feito para todos os termopares, permitindo construir uma curva de posição da isoterma em função do tempo. As velocidades das isothermas *liquidus* e *solidus* foram calculadas pela inclinação destas curvas (Figuras 4(b) e (e)). Os gradientes de temperatura na posição da isoterma *liquidus* foram determinados de duas formas: uma a partir das temperaturas no próprio termopar, que deve ser aproximadamente igual à temperatura *liquidus*, e do termopar imediatamente acima ( $G_U$ ) e outra, utilizando o termopar imediatamente abaixo ( $G_D$ ) (Figuras 4(c) e (f)).

Os parâmetros térmicos para a liga Al-3%Si sem adição de inoculante estão na Figura 4 (a) a (c), sobre as quais foram indicadas através de barras as extensões das diferentes regiões da CET. A posição das isothermas *liquidus* e do eutético está apresentada na Figura 4 (a) e a distância horizontal entre as duas curvas determina o tamanho instantâneo da zona pastosa, que também aumenta em função do tempo. A isoterma do eutético, ao atingir a posição do topo do lingote, indica o final da solidificação. Curvas de deslocamento das isothermas com formatos muito similares aos obtidos neste trabalho foram apresentadas por outros autores.<sup>(9,12,13)</sup>

As velocidades de avanço das isothermas *liquidus* e *solidus* estão apresentadas na Figura 4 (b) e (e). No gráfico pode-se observar que a velocidade das isothermas sofre uma sensível queda nos instantes iniciais do processo de solidificação, mas passa a aumentar a partir de uma determinada posição. Este aumento possivelmente ocorreu devido às perdas térmicas pelo topo do cadinho.

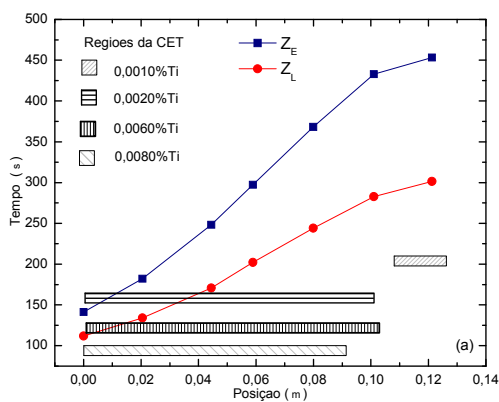
Gandin<sup>(14)</sup> sugeriu que a CET surge na posição em que a frente colunar atinge sua velocidade máxima. Este efeito não pôde ser observado na Figura 4 (b) para o caso sem adição de inoculante, pois a CET ocorreu no final da curva de velocidade, impossibilitando a identificação de um máximo local nesta curva.

Os parâmetros térmicos mostrados na Figura 4 foram calculados a partir das curvas de resfriamento medidas no ensaio onde não houve adição de inoculante. Como as condições térmicas foram semelhantes em todos os ensaios, estes mesmos parâmetros térmicos foram também utilizados para discutir os experimentos onde ocorreram adições. Em todos os experimentos envolvendo Al-3%Si com adição de inoculante, a região da CET estendeu-se desde a base do lingote até uma posição próxima ao topo, como apresentado anteriormente. O final da região da CET corresponde à posição onde os grãos colunares foram completamente bloqueados pelos grãos equiaxiais. Este bloqueio completo ocorreu, em todos os casos, em posições aproximadamente semelhantes. Nesta posição, o valor da velocidade da isoterma *liquidus* no momento do bloqueio esteve próximo ao valor mínimo, e não do máximo, como proposto por Gandin.<sup>(14)</sup>

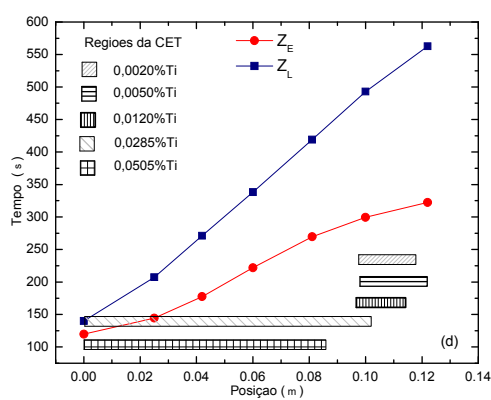
Os gradientes térmicos na posição das isothermas *liquidus* estão apresentados na Figura 4(c). No gráfico observa-se que estes gradientes decrescem conforme as isothermas avançam ao longo do lingote. Nota-se que, para a liga sem adição de inoculante, a região da CET ocorreu em gradientes relativamente baixos. Utilizando estes perfis de gradiente para também analisar os ensaios com adição de

inoculantes, observa-se que o final da região da CET ocorreu em gradientes térmicos pouco maiores.

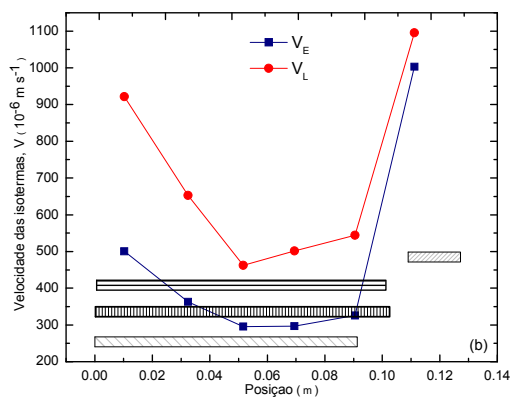
A Figura 4 (d) a (f) apresenta os parâmetros térmicos para o experimento realizado com a liga Al-7%Si. Não é possível observar uma diferença significativa no deslocamento das isothermas *liquidus* e do eutético (Figura 4 (d)) em comparação ao caso da liga Al-3%Si (Figura 4 (a)). A velocidade de avanço da isoterma *liquidus* e do eutético ao longo do lingote (Figura 4 (e)) também é semelhante ao caso da liga Al-3%Si (Figura 4 (b)). Entretanto, as velocidades das duas isothermas são levemente menores para o ensaio com Al-7%Si e, particularmente no caso da isoterma do eutético, as velocidades na base e no topo do lingote são muito menores. Os gradientes térmicos à frente da isoterma *liquidus* ( $G_U$ ) (Figura 4 (e)), também apresentam comportamento semelhante ao caso da liga Al-3%Si. No entanto, nota-se que o gradiente na zona pastosa ( $G_D$ ) é significativamente menor do que o mesmo tipo de gradiente para a liga Al-3%Si (Figura 4 (c)).



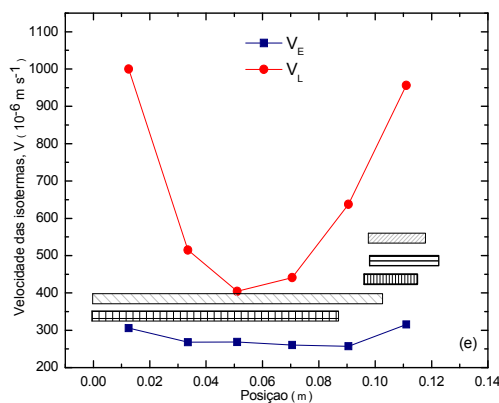
a.



d.

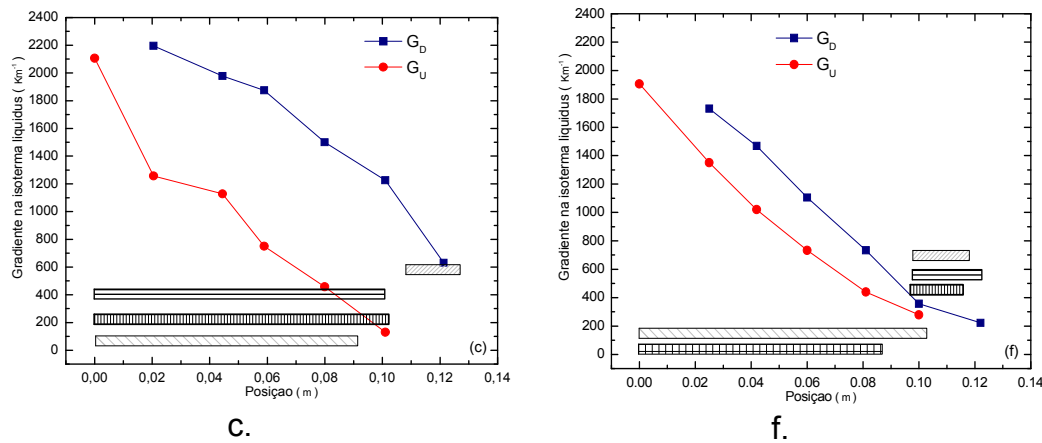


b.



e.





**Figura 4.** Parâmetros térmicos da solidificação da liga Al-3%Si (à esquerda) e Al-7%Si (à direita), sem e com adição de inoculante: (a) e (d) posição das isothermas liquidus ( $Z_L$ ) e do eutético ( $Z_E$ ); (b) e (e) Velocidade das isothermas liquidus ( $V_L$ ) e do eutético ( $V_E$ ); (c) e (d) Gradientes térmicos na posição da isoterma liquidus calculados a partir do termopar vizinho acima ( $G_U$ ) e abaixo ( $G_D$ ) do termopar onde a isoterma estava posicionada. As regiões da CET estão indicadas com barras para cada teor de Ti.

A posição da região da CET também foi sobreposta aos parâmetros térmicos do ensaio com Al-7%Si sem adição de inoculante, analogamente ao caso da liga Al-3%Si. Nota-se que a CET ocorre para velocidades da isoterma *liquidus* em ascensão, após atingirem um valor mínimo. Novamente, a CET não ocorreu para um máximo de velocidade, como proposto por Gandin.<sup>(14)</sup> De forma geral a CET acontece a maiores gradientes ao incrementar a quantidade de inoculante na liga Al-7%Si (Figura 4 (f)).

### 3.4 Mapa de Previsão Macroestrutural

O modelo de Hunt<sup>(15)</sup> foi utilizado para a construção de mapas de previsão de crescimento para as ligas Al-Si, como apresentado na Figura 5. Os mapas permitem conhecer, em condições de estado estacionário, se o crescimento colunar, misto ou equiaxial deve prevalecer. A linha divisória entre as possíveis regiões de crescimento foi traçada através do modelo de Hunt<sup>(15)</sup> em um mapa de velocidade de avanço da isoterma liquidus,  $V$ , versus gradiente de temperatura no líquido (à frente dos grãos colunares),  $G$ . Segundo Hunt,<sup>(15)</sup> a linha divisória entre as regiões de crescimento equiaxial e misto pode ser obtida utilizando-se uma fração de bloqueio dos grãos colunares de  $\phi = 0,49$ , enquanto que a divisão entre as regiões mista e colunar pode ser obtida com a fração de  $\phi = 0,0066$ . No mapa está sobreposto o “caminho” de solidificação, que representa a seqüência de velocidades e gradientes térmicos da isoterma liquidus durante a solidificação.

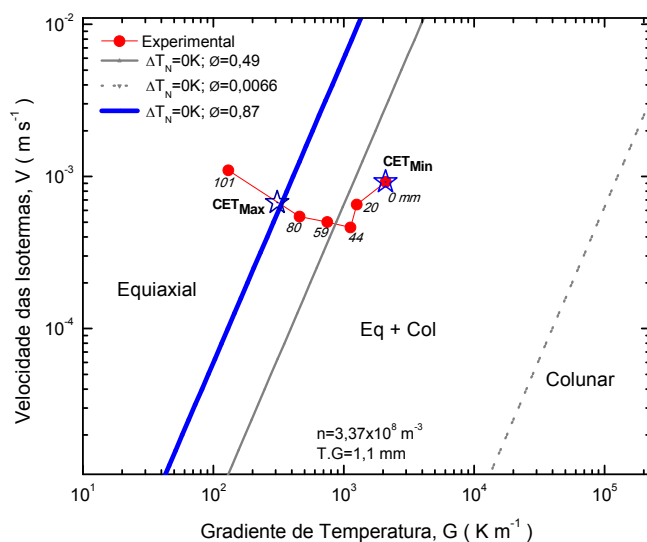
O mapa relativo à liga Al-3%Si com 0,008%Ti está apresentado na Figura 5(a). Pode-se observar que a macroestrutura associada não concordou completamente com o mapa de crescimento correspondente. A posição  $CET_{Min}$ , que corresponde à base do lingote, está localizada dentro da região de crescimento misto do mapa, o que está consistente com a macroestrutura. No entanto, a posição  $CET_{Max}$  não coincide com a linha divisória para a fração de bloqueio de Hunt<sup>(15)</sup> de  $\phi = 0,49$ , mostrando que a parte superior da região mista da macroestrutura está localizada no interior da região equiaxial do mapa para esta fração.

Logo, como o super-resfriamento para a nucleação neste caso com adição de inoculante é aproximadamente nulo ( $\Delta T_N=0K$ ), foi possível definir uma nova fração de bloqueio  $\phi=0,87$  que explica este resultado experimental (Figura 5a). Para esta fração, o topo da região da CET observada na macroestrutura coincide exatamente com a linha divisória do mapa.

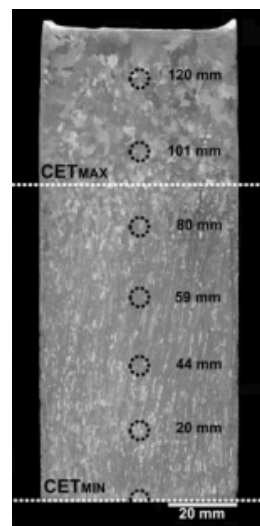
O mapa de crescimento para a liga Al-3%Si sem adição de inoculante está apresentado na Figura 5(b). A macroestrutura que representa este mapa apresenta grãos equiaxiais, os quais nuclearam e cresceram a partir de substratos pré-existentes no metal líquido. Estes substratos apresentam um super-resfriamento para nucleação que não é desprezível e, portanto, não pode ser considerado nulo. Desta forma encontrou-se um super-resfriamento onde todo o caminho térmico mostrado (até a posição de 101 mm) estava na região colunar para a fração de bloqueio de Hunt<sup>(15)</sup> ( $\phi=0,49$ ). O super-resfriamento obtido foi de 2,8K, o qual está consistente também com a fração de 0,87 obtida anteriormente (Figura 5a).

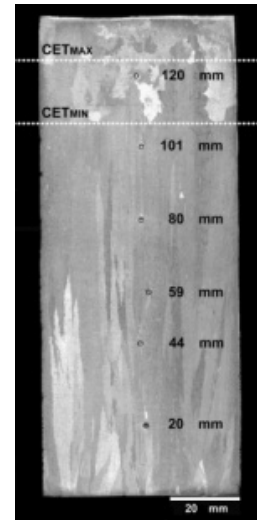
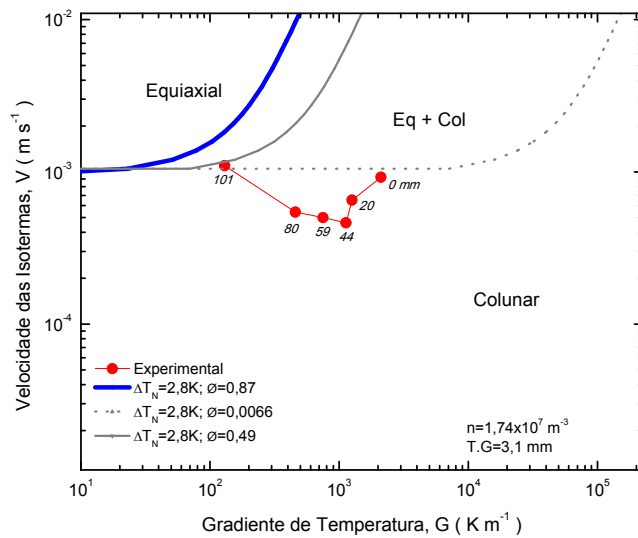
O mapa relativo à liga Al-7%Si com 0,05%Ti está apresentado na Figura 5 (c). Novamente se observa que a macroestrutura e o mapa não estão consistentes, pois a fração de bloqueio de Hunt<sup>(15)</sup> ( $\phi=0,49$ ) indica que a estrutura deveria ser inteiramente composta de grãos equiaxiais. Para que isto ocorra, a fração de bloqueio completa dos grãos colunares proposta por Hunt<sup>(15)</sup> igual a  $\phi=0,49$ , deve ser alterada para  $\phi=0,92$ , posicionando a  $CET_{Max}$  sobre a linha divisória entre a região mista e a equiaxial.

A Figura 5(d) mostra o mapa de crescimento também para a liga Al-7%Si, porém sem a adição de inoculante. Analogamente ao caso da liga Al-3%Si sem adição de inoculante, utilizando  $\phi=0,92$  determinou-se o super-resfriamento para que o caminho térmico ficasse situado completamente na região colunar do mapa. Este super-resfriamento, que foi igual a 6K, foi utilizado para traçar as linhas divisórias entre as três regiões do mapa.

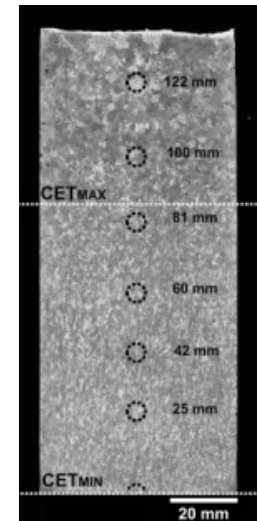
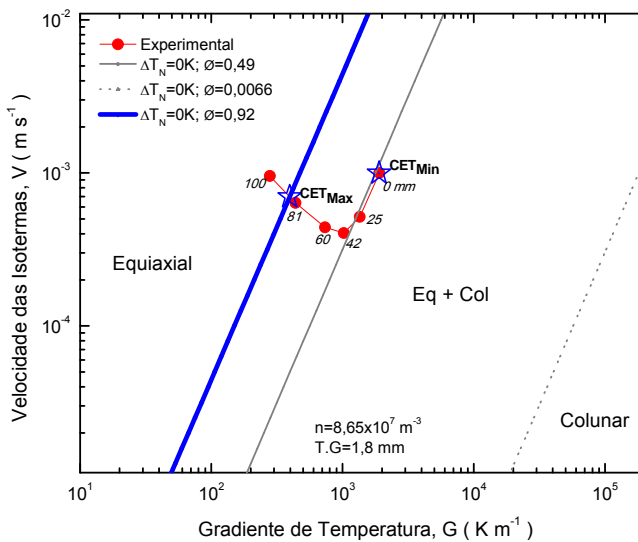


a.

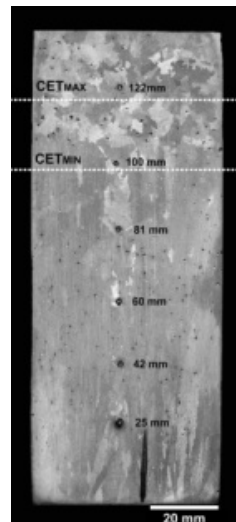
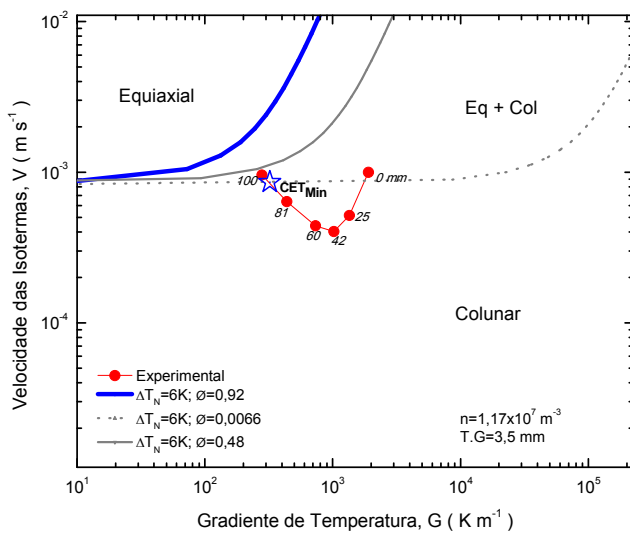




b.



c.



d.

**Figura 5.** Macroestruturas brutas de solidificação da liga Al-3%Si com diferentes adições do inoculante Al-3%Ti-1%B, correspondendo aos teores analisados de Ti mostrados na parte inferior de cada macroestrutura. A região da CET, quando existir, está demarcada por duas linhas pontilhadas



na macroestrutura em relação à base do lingote: (a)  $CET_{Min} : 0,107$ ;  $CET_{Max} : 0,127$  m, (b)  $CET_{Min} : 0$ ;  $CET_{Max} : 0,102$  m, (c)  $CET_{Min} : 0$ ;  $CET_{Max} : 0,0915$  m.

## 4 CONCLUSÕES

As seguintes conclusões foram obtidas a partir dos resultados do presente trabalho:

- A transição colunar-equiaxial não aparece de forma abrupta nas macroestruturas para as ligas Al-Si apresentadas neste trabalho, existindo sempre uma região de transição, onde grãos colunares e equiaxiais estão misturados.
- A transição colunar-equiaxial acontece a velocidades relativamente altas e gradientes térmicos relativamente baixos nas ligas Al-3%Si e Al-7%Si sem a adição de inoculante.
- A transição colunar-equiaxial e os grãos colunares desaparecem quando a liga-mãe Al-3%Ti-1%B é adicionada em teores superiores a 0,01%Ti para a liga Al-3%Si e a 0,075%Ti para a liga Al-7%Si.
- A sobreposição do caminho térmico ao mapa de predominância de crescimento proposto por Hunt<sup>(15)</sup> permite a previsão do aparecimento das regiões de crescimento colunar, misto e equiaxial desde que a fração equiaxial de bloqueio dos grãos colunares de 0,49, proposta por Hunt<sup>(15)</sup>, seja alterada para 0,87 (Al-3%Si) ou 0,92 (Al-7%Si).

## Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES pela bolsa de estudo, à FAPESP (proc. 2003/08576-7) e ao CNPq (proc. 475451/04-0) pelo suporte financeiro.

## REFERÊNCIAS

- 1 KURZ, W.; FISHER, D. J. Fundamentals of solidification. Aedermannsdorf: Trans Tech Publications, 1989.
- 2 SPITTLE, J. A. Columnar to equiaxed grain transition in as solidified alloys. International Materials Reviews, v. 51, p. 247-269, 2006.
- 3 PEREPEZKO, J. H. NUCLEATION KINETICS. ASM HANDBOOK, v. 15, p. 102-108, 1998.
- 4 MURTY, B. S.; KORI, S. A.; CHAKRABORTY, M. Grain refinement of aluminium and its alloys by heterogeneous nucleation and alloying. International Materials Reviews, v. 47, p. 3-29, 2002.
- 5 KORI, S. A.; MURTY, B. S.; CHAKRABORTY, M. Development of an efficient grain refiner for Al-7Si alloy and its modification with strontium. Materials Science and Engineering A, v. 283, p. 94-104, 2000.
- 6 STURZ, L.; DREVERMANN, A.; PICKMANN, C.; ZIMMERMANN, G. Influence of grain refinement on the columnar-to-equiaxed transition in binary Al alloys. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, v. 413, p. 379-383, 2005.
- 7 ZIV, I.; WEINBERG, F. The Columnar-to-Equiaxed Transition in Al 3 Pct Cu. Metallurgical Transactions B-Process Metallurgy, v. 20, p. 731-734, 1989.
- 8 ARES, A. E.; GUEIJMAN, S. F.; CARAM, R.; SCHVEZOV, C. E. Analysis of solidification parameters during solidification of lead and aluminum base alloys. Journal of Crystal Growth, v. 275, p. e319-e327, 2005.



- 9 PERES, M. D.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA, A. Macrostructural and microstructural development in Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 381, p. 168-181, 2004.
- 10 GANDIN, C. A. Experimental study of the transition from constrained to unconstrained growth during directional solidification. *ISIJ International*, v. 40, p. 971-979, 2000.
- 11 SPITTLE, J. A. Grain refinement in shape casting of aluminium alloys. *International Journal of Cast Metals Research*, v. 19, p. 210-222, 2006.
- 12 SIQUEIRA, C. A.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. Solidification thermal parameters affecting the columnar-to-equiaxed transition. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 33, p. 2107-2118, 2002.
- 13 FLEMINGS, M. C.; BARONE, S. Z.; URAM, S. Z.; TAYLOR, H. F. Solidification of steel castings and ingots. *Transactions AFS*, v. 1, p. 422-434, 1961.
- 14 GANDIN, C. A. From constrained to unconstrained growth during directional solidification. *Acta Materialia*, v. 48, p. 2483-2501, 2000.
- 15 HUNT, J. D. Steady-State Columnar and Equiaxed Growth of Dendrites and Eutectic. *Materials Science and Engineering*, v. 65, p. 75-83, 1984.