

INFLUÊNCIA DA SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL NA MACRO, MICROESTRUTURA E DUREZA DA LIGA HIPEREUTÉTICA Al-9%Ni*

Esaú Gomes Souza¹
Jeovan Ramos Nascimento²
Wellington Bruno Silva de Jesus³
Deibson Silva da Costa⁴
Luiz Gabriel da Silva Nascimento⁵

Resumo

O estudo desse trabalho foi voltado para a solidificação unidirecional da liga Al-9%Ni usando um dispositivo em que sua câmara interna não permite a existência de gradiente de temperatura para outra direção que não seja o sentido da solidificação. Após o processo de fusão e solidificação foram coletadas amostras de posições aleatórias ao longo do lingote para serem realizados os procedimentos metalográficos, ensaio mecânico e microscopia óptica e de varredura. A macroestrutura se mostrou predominantemente colunar vertical, e a microestrutura se mostrou dendrítica nas regiões mais próximas a extração de calor tendo seu espaçamento cada vez menor, o que influenciou no aumento da dureza. Observa-se também através de análise de microscopia eletrônica de varredura a presença de uma grande quantidade de fibras de Al₃Ni, que também contribuíram para o aumento da resistência da liga.

Palavras-chave: Al-Ni; Solidificação; Microestrutura; Dureza.

INFLUENCE OF UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION ON THE MACRO, MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF HYPEREUTECTIC AL-9%NI ALLOY

Abstract

The study of this work was directed to the unidirectional solidification of the Al-9%Ni alloy using a device in which its internal camera does not allow the existence of temperature gradient in a direction other than the direction of solidification. After the melting and solidification, process samples of random positions along the ingot were collected to perform the metallographic, mechanical and optical microscopy and scanning procedures. The macrostructure was predominantly vertical columnar, and the microstructure was dendritic in the regions closest to the heat extraction, with its smaller spacing, which influenced the increase in hardness. It is also observed by scanning electron microscopy the presence of a large amount of Al₃Ni fibers, which also contributed to the increase of the resistance of the alloy.

Keywords: Al-Ni; Solidification; Microstructure; Hardness.

¹ Engenharia de Materiais, Graduando, Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, Pará, Brasil.

² Engenharia de Materiais, Graduando, Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, Pará, Brasil.

³ Engenharia de Materiais, Graduando, Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, Pará, Brasil.

⁴ Engenheiro Mecânico, Doutor, Professor, Faculdade de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, Pará, Brasil.

⁵ Engenheiro Mecânico, Doutor, Professor, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Belém, Pará, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

As ligas metálicas se alteram de acordo com a quantidade de elementos presentes na liga e com a sua interação com outros elementos. Devido o alumínio apresentar baixo peso específico, boa tenacidade, excelente conformidade e poder combinar-se com a maioria dos metais de engenharia, chamados de elementos de liga, torna-se tão atraente e suas ligas são muito utilizadas como materiais de construção mecânica [1].

As características do material e o processo de solidificação influem significativamente na formação da macroestrutura e microestrutura. As estruturas brutas obtidas após solidificação, ou seja, as estruturas formadas durante a transformação líquido/sólido determinam as propriedades do produto final, que posteriormente sofrem transformações mecânicas e/ou térmicas. As propriedades mecânicas são fortemente influenciadas pelos parâmetros característicos dessas microestruturas, por exemplo, os espaçamentos entre as ramificações dendríticas primárias e secundárias [2; 3; 4]. A diminuição dos espaçamentos dendríticos influem significativamente no aumento da dureza. Uma forma de produzir lingotes completamente colunares consiste na utilização de dispositivos de solidificação unidirecional. O dispositivo deve apresentar um bom isolamento térmico nas laterais para evitar a extração de calor pelas paredes do molde e impedir a possibilidade de nucleação de cristais junto a essas paredes e à frente da interface de crescimento [5; 6; 7].

Os intermetálicos formados nas ligas de alumínio e níquel possuem elevada dureza e tendem a sofrer fraturas frágeis. Suas estruturas cristalinas ordenadas de longo alcance provocam distorções na matriz da liga provocando mudanças nas propriedades mecânicas. A composição química da liga é um fator fundamental para a determinação dos intermetálicos e sua dispersão [8].

Desta forma, o presente trabalho visa analisar a influência da solidificação unidirecional na liga hipereutética Al-9%Ni, correlacionando os efeitos na macro, microestrutura e propriedades mecânicas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Dispositivo de solidificação

Foi utilizado um dispositivo de solidificação unidirecional, constituído de material refratário resistente a altas temperaturas e tende apresentar baixa condutividade térmica. O funcionamento se dá com o aquecimento da lingoteira de aço introduzida em seu interior. A lingoteira apresenta corte longitudinal, e braçadeiras acopladas nas extremidades, para que o desmolde do lingote seja feito com facilidade após o processo. Através de resistência elétrica lateral foi fornecido ao dispositivo calor suficiente para manter uma atmosfera propícia a solidificação direcional.

O forno utiliza princípios físicos em seu funcionamento desde o aquecimento até o resfriamento. Tal resfriamento ocorreu devido à interface metal/molde localizada na parte basal do sistema de solidificação que mantém contato com o líquido de resfriamento, esse contato possibilitou a extração em regime transiente de calor do material fundido vazado na lingoteira até sua completa solidificação. Na medida em que a água entra em contato com a base da lingoteira do sistema, a mesma escoou para local adequado. A Figura 1 mostra o dispositivo de solidificação unidirecional.

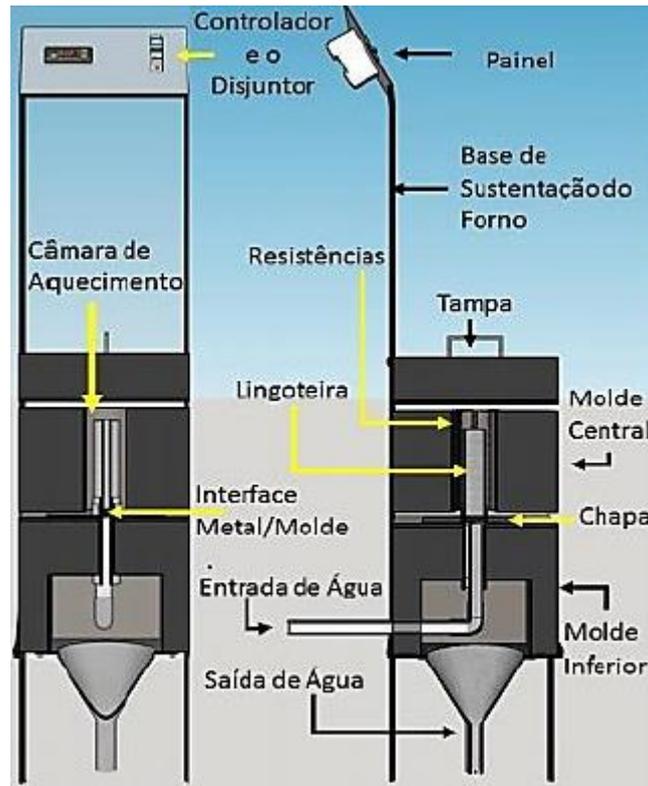


Figura 1. Desenho esquemático do dispositivo de solidificação [5].

2.2 Macroestrutura

Após a solidificação vertical o lingote foi seccionado longitudinalmente ao centro, uma das metades foram utilizadas para realizar a caracterização macroestrutural, e lixado manualmente com lixa d'água de granulometria variando de 80 até 1200 mesh, rotacionando a direção do lixamento em 90° em relação às ranhuras deixadas pela lixa anterior. Após a obtenção de uma superfície espelhada e polida, a peça foi atacada quimicamente por passagem com uma solução aquosa de 10 ml HF, 15 ml HCL, 25 ml HNO₃ e 50 ml H₂O (Keller) para a completa revelação da macroestrutura. O ataque químico foi executado por um tempo de aproximadamente 20 segundos.

2.3 Microestrutura

Os cortes das amostras para as microestruturas foram localizados no centro do lingote, onde foram identificadas com a posição da superfície a ser analisada em relação à interface metal/molde e embutidas a frio em resina acrílica, e em seguida lixadas por lixas de granulometria variando de 80 a 1500 mesh em lixadeira rotativa, variado a direção de lixamento em 90° para cada novo lixamento. Com as amostras lixadas e limpas elas foram polidas com alumina de 1 µm em politriz até obter uma superfície isenta de riscos e irregularidades. A revelação da microestrutura ocorreu com a passagem de solução aquosa de 60 ml HCl, 30 ml HNO₃, 5 ml HF e 5 ml H₂O (Poulton) por um tempo de aproximadamente 5 segundos.

Utilizou-se o método do triângulo [9] para obtenção das medidas diretas dos espaçamentos dendríticos primários λ_1 , este aplica o critério de vizinhança que considera o valor do espaçamento primário igual à distância média entre o centro

geométrico das dendritas, as medições foram realizadas sobre a seção transversal ao fluxo de calor da amostra.

Para a determinação dos espaçamentos dendríticos secundários, λ_2 , foram medidos sobre a seção longitudinal à direção de extração de calor. O procedimento utilizado [10] se baseia em calcular o valor de λ_2 pela média das distâncias entres os braços secundários adjacentes. Logo depois de retiradas as imagens em microscopia óptica foram realizadas em média de 10 a 15 medidas para cada região considerada utilizando a ferramenta computacional, software Motic images Plus2.0. Com o auxílio de microscópio eletrônico de varredura (VEGA3 TESCAN), verificou-se a disposição do Níquel na matriz. As análises foram executadas nas posições P3 e P6 do lingote. A Figura 2 apresenta as amostras para as microestruturas localizados no centro do lingote.

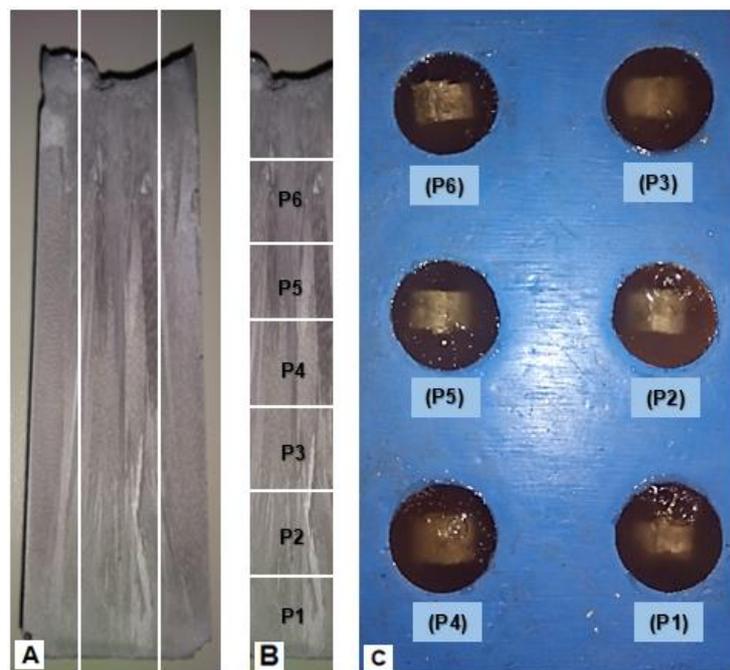


Figura 2. Amostras para microestrutura: (A) cortes longitudinais; (B) cortes transversais; e (C) amostras embutidas em resina líquida.

2.4 Procedimento para ensaio de dureza

As medições de dureza foram feitas pelo durômetro de bancada marca Pantec Prinnel/IFPa, nas posições P1 até P6 do lingote sendo realizadas cinco endentações para cada região. O ensaio foi executado para as condições de carga de 500 Kgf e esfera de 10 mm, obedecendo a norma do ensaio ASTM E10-18 [11], com pelo menos 5 penetrações em cada região.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Morfologia da macroestrutura

A Figura 3, mostra a macroestrutura de solidificação. A análise macroestrutural, Figura 3-B, da liga Al-9%Ni permite observar um crescimento de grãos predominantemente colunares com boa direcionalidade no sentido vertical, atestando a direcionalidade do fluxo de calor do processo. Além disso, a

macroestrutura não evidencia a presença de macroporosidades e a região de transição colunar-equiaxial na liga [12; 8], tal processo pode ter ocorrido devido elevadas taxas de extração de calor não permitindo o surgimento de núcleos frente a linha de solidificação.

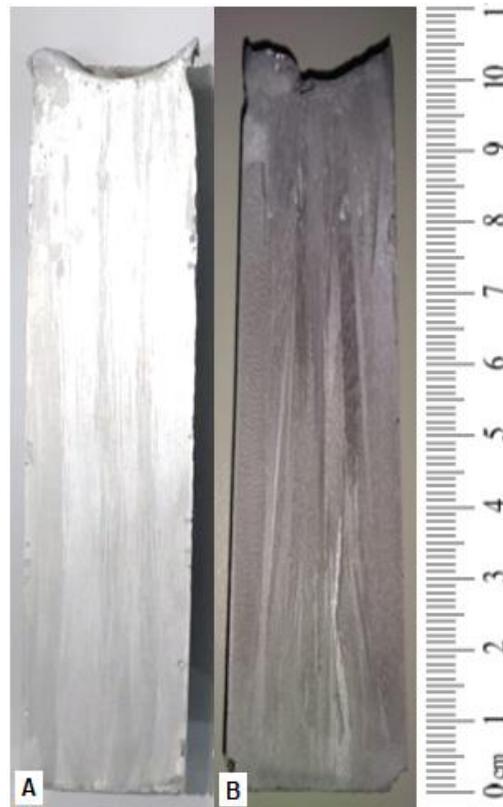
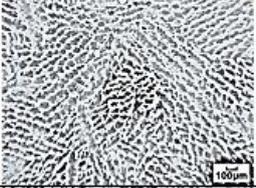
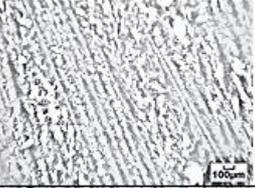
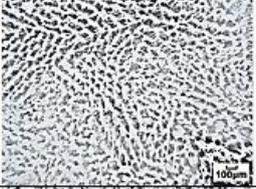
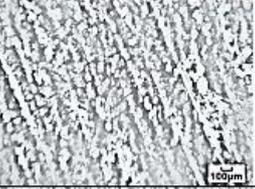
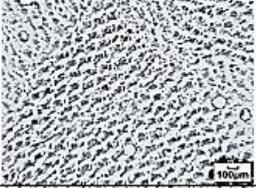
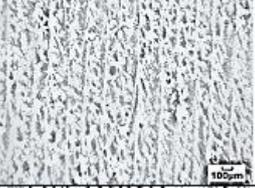
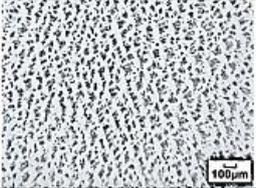
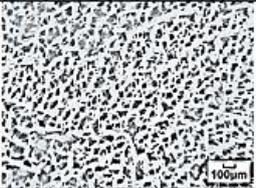
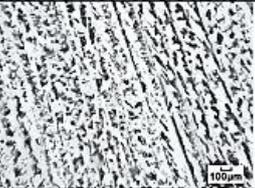
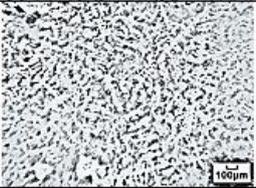
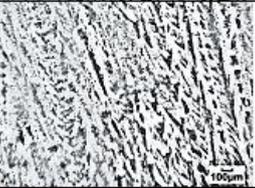


Figura 3. Imagem da macroestrutura: (A) alumínio puro; (B) Al-9%Ni.

3.2 Morfologia da microestrutura

A Tabela 1 apresenta a microestrutura com morfologia predominantemente dendrítica, observada na seção transversal e longitudinal do lingote onde estão de acordo com trabalhos encontrados na literatura [2; 3]. A Tabela mostra os espaçamentos dendríticos primários e secundários médios, medidos pelo menos dez braços para cada posição, respectivamente. Fica evidenciado que os espaçamentos dendríticos, primários e secundários, aumentam a medida que se afastam da zona de contato com o líquido que promoveu a extração de calor e conseqüentemente o direcionamento dos grãos do metal. Além disso, observa-se a presença do intermetálico Al_3Ni na microestrutura da liga [12].

Tabela 1: Micrografia da liga Al-9%Ni

| Posição | Microestrutura (50X) | λ_1 méd (μm) | Desvio Padrão | Microestrutura (50X) | λ_2 méd (μm) | Desvio Padrão |
|---------|---|-----------------------------------|---------------|--|-----------------------------------|---------------|
| P1 |  | 82 | 13,24 |  | 4 | 0,81 |
| P2 |  | 99 | 5,18 |  | 6 | 0,80 |
| P3 |  | 106 | 13,36 |  | 7 | 0,57 |
| P4 |  | 110 | 10,74 |  | 8 | 0,83 |
| P5 |  | 129 | 17,19 |  | 9 | 1 |
| P6 |  | 148 | 24,68 |  | 10 | 1,24 |

3.3 Micrografia da fase intermetálica

A Figura 4-A, obtida por microscopia eletrônica de varredura-MEV apresenta a disposição do intermetálico Al_3Ni , formado na liga Al-9%Ni durante o processo de solidificação. Constituído de geometria fibrosa, Figura 4-B, atua como reforço da matriz dúctil rica em alumínio, isto é, influencia diretamente nas propriedades mecânicas da liga. Além disso, a fase eutética, composta por Al_3Ni e alumínio, é mais refinada quanto mais próxima da chapa-molde, ou seja vai tornando-se grosseira ao longo do decorrer da solidificação, fato explicado devido a extração de calor mais elevada perto da chapa [7; 3].

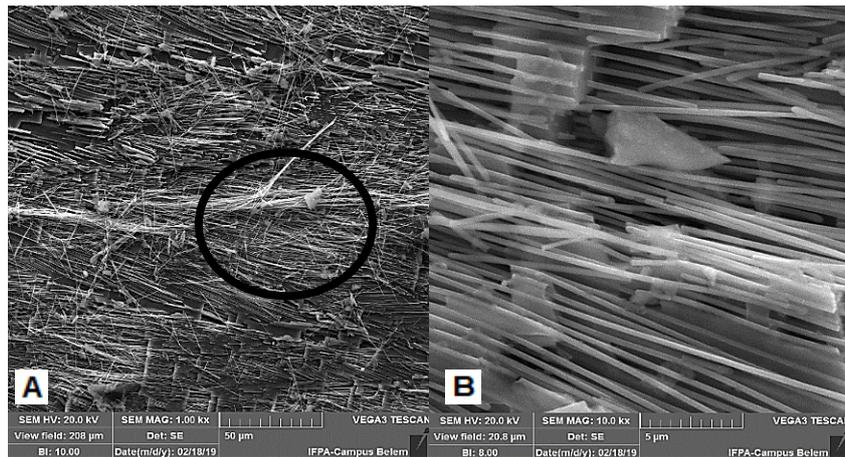


Figura 4. A) Microestrutura do intermetálico Al_3Ni ; B) Estrutura fibrosa do Intermetálico Al_3Ni .

3.4 Dureza

Pode-se perceber que a curva de tendência do gráfico da dureza HB realizada, Figura 5, vai diminuindo para posições afastadas do ponto de retirada de calor da base da lingoteira aonde ocorreu o processo de solidificação. Esse fato ocorre pela diminuição da microestrutura nessas regiões distantes da interface. Quanto menor a estrutura maior a resistência do material.

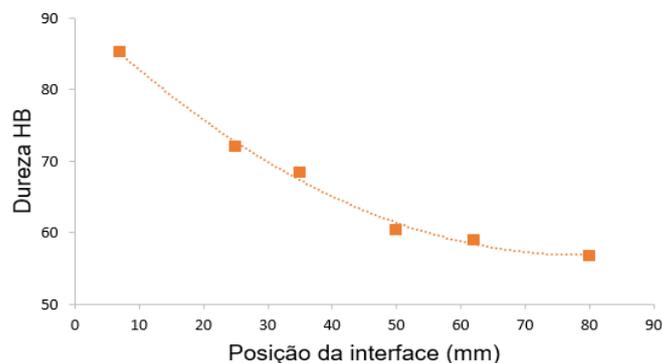


Figura 5. Gráfico da dureza vs posição do lingote.

Comparando a dureza HB com o espaçamento dendrítico λ_1 e λ_2 conforme mostra a Figura 6-A e 6-B, observa-se que a dureza é inversamente proporcional ao crescimento desses espaçamentos. Nota-se semelhança com o comportamento da dureza HB ilustrado na Figura 5, ou seja, a liga apresenta maior dureza, nas regiões mais próximas a base, isto é, as melhores propriedades mecânicas são diretamente relacionadas com espaçamento dendrítico.

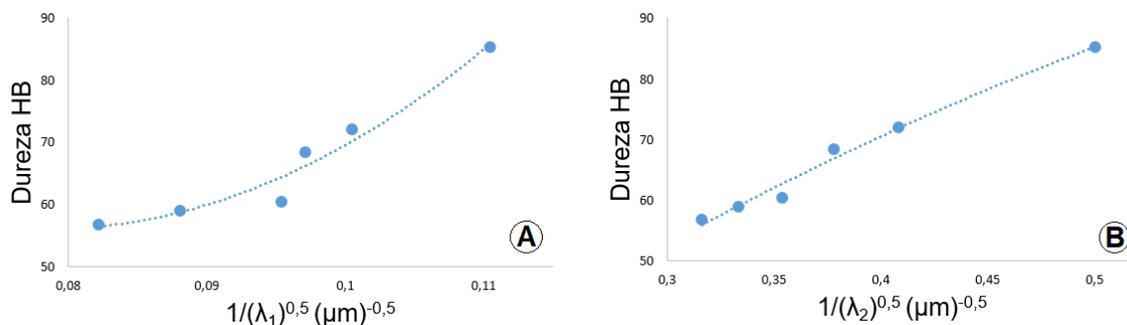


Figura 6. (A) Relação entre HB e EDP; (B) Relação entre HB e EDS.

A Figura 7-A e 7-B apresenta os espaçamentos dendríticos em função da posição medida a partir da base dos lingotes. Observa-se a evolução em função da posição, em relação à base do lingote, do espaçamento dendrítico primário (λ_1) e secundário (λ_2), ou seja os valores de espaçamentos vão crescendo em medições mais afastadas da base de extração de calor. Fato explicado devido a camada solidificada que se forma, aumentar a resistência térmica com a distância relativa à interface refrigerada. Este comportamento reflete nos valores experimentais dos espaçamentos dendríticos primários e secundários.

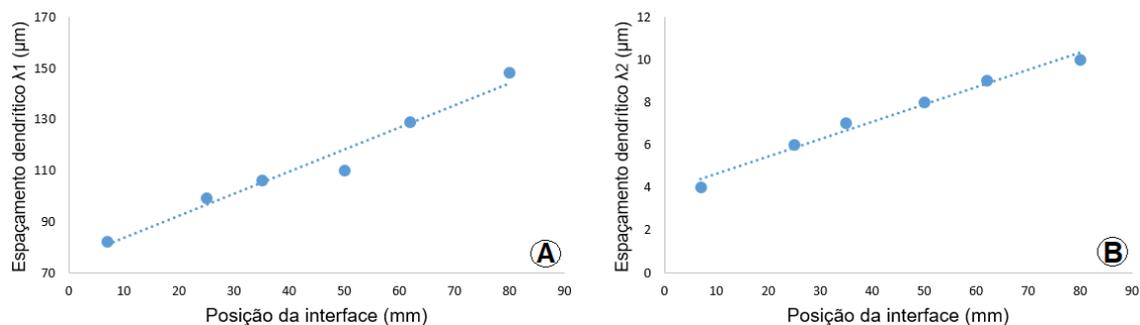


Figura 7. (A) Relação entre EDP e posição do lingote; (B) Relação entre EDS e posição do lingote.

4 CONCLUSÃO

A macroestrutura da liga Al-9%Ni confirma a direcionalidade do processo de solidificação, uma vez que apresenta, predominantemente, grãos colunares para um vazamento com a temperatura de 10 % acima da temperatura *líquidus* (T_L) do material. Além disso a microestrutura dendrítica tem seu espaçamento maior em regiões afastadas em relação a base de extração de calor.

O intermetálico formado reforça a matriz do alumínio, influenciando diretamente nas propriedades mecânicas da liga. A dureza diminui para posições afastadas do ponto de retirada de calor da base da lingoteira e é inversamente proporcional aos espaçamentos dendríticos primários e secundários.

Agradecimentos

Ao Instituto Federal do Pará (IFPA) pela cooperação com a infraestrutura para realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 ASM INTERNATIONAL HANDBOOKS. Metallography and microstructure, volume 9, 2010.
- 2 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.
- 3 CANTÉ, M.V., SPINELLI, J.E., FERREIRA, I.L., CHEUNG, N., GARCIA.A. Microstructural development in Al-Ni alloys directionally solidified under unsteady-state conditions, Metallurgical and Materials Transactions A 39 (7), 1712-1726, 2008.
- 4 Sá, F, Rocha O. F. L.; Siqueira C. A.; Garcia A. The effect of solidification variables on tertiary dendrite arm spacing in unsteady-state directional solidification of Sn-Pb and Al-Cu alloys. Materials Science and Engineering A, v. 373, pp. 131-138, 2004.
- 5 MESQUITA FILHO, M. M.; NASCIMENTO, L. G. S.; SARMENTO, A. O.; SEIXAS, K. C. Estudo da influência na estrutura e propriedade mecânica da adição de 4,5% de

- cobre em liga Al-2,5%Ni solidificada sobre regime transiente de fluxo de calor, p. 831-840. In: 49° Seminário de Aciaria, Fundição e Metalurgia de Não-Ferrosos, São Paulo, 2018.
- 6 ROCHA, O. L.; SIQUEIRA, C.; GARCIA, A. Cellular spacings in unsteady-state directionally solidified Sn–Pb alloys. *Materials Science and Engineering: A*, vol. 361, 2003, p. 111–118.
 - 7 NASCIMENTO, L. G. S. Estudo das propriedades mecânicas de ligas hipoeutéticas Al-Ni solidificadas unidirecionalmente em condições transitórias de fluxo de calor. 2011. Dissertação [mestrado] Universidade Federal do Pará. Instituto de tecnologia, Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Belém, 2011.
 - 8 DANTAS, P.P. Caracterização de ligas hipereutéticas de Al-Ni solidificadas unidirecionalmente. 2014. Dissertação [mestrado]. Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama, Brasília, 2014.
 - 9 GÜDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. Directional solidification of Aluminium-cooper alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 327, n. 2, p. 167-185, 2002.
 - 10 MCCARTNEY, D. G, HUNT, J. D. Measurements of cells and primary dendrite arms spacing in directionally solidified aluminium alloys. *Acta Metallurgica*. 1981; 29(11):1851-1863.
 - 11 ASTM E10-18, Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018.
 - 12 RODRIGUES, A. V. Correlações entre Microestruturas de Solidificação e Resistências Mecânica e à Corrosão de Ligas Al-Cu-Ni. 2017. Tese (Doutorado) – Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017.