

INFLUÊNCIA DAS TAXAS DE RESFRIAMENTO E DAS CORRENTES CONVECTIVAS NA EVOLUÇÃO DOS ESPAÇAMENTOS DENDRÍTICOS TERCIÁRIOS DE LIGAS Al-Si ¹

Daniel Monteiro Rosa ²
José Eduardo Spinelli ²
Amauri Garcia ³

Resumo

No sentido de verificar a real tendência de variação dos espaçamentos dendríticos terciários com o teor de soluto foram solidificadas 3 ligas hipoeutéticas Al-Si (Al-5%Si, Al-7%Si e Al-9%Si) em dispositivos de solidificação ascendente e descendente. Dessa forma, também se analisou a ação dos gradientes de temperatura e de concentração existentes no líquido sobre as estruturas dendríticas na solidificação transitória. Em ambos os dispositivos experimentais uma série de termopares tipo K inseridos dentro do metal em diferentes posições a partir do molde permitiram o registro da evolução térmica durante todo o processo. Esse arranjo experimental propiciou o acompanhamento em tempo real da distribuição de temperatura nos lingotes durante todo o processo de solidificação. Após a determinação das variáveis térmicas de solidificação e caracterização da microestrutura foram realizadas análises microscópicas da microestrutura e, a conseqüente quantificação dos espaçamentos dendríticos terciários. Por fim, foram determinadas as interações entre variáveis térmicas da solidificação transitória e os espaçamentos dendríticos gerados, verificando as leis experimentais de crescimento dendrítico; e avaliados os efeitos da direção de crescimento dendrítico na magnitude dos espaçamentos dendríticos para os sistemas em análise.

Palavras-chave: ligas Al-Si; solidificação direcional e transitória; convecção no líquido, espaçamentos dendríticos terciários.

1. Trabalho submetido ao XXXVI Seminário de Fusão, Refino e Solidificação dos Metais: 16 a 18 de maio de 2005, Vitória/ES;

2. Doutorando UNICAMP/Departamento de Engenharia de Materiais: GPS - Grupo de Pesquisa em Solidificação (www.fem.unicamp.br/~gps);

3. Professor Titular UNICAMP/ Departamento de Engenharia de Materiais: GPS - Grupo de Pesquisa em Solidificação (www.fem.unicamp.br/~gps)

1 INTRODUÇÃO

Foram analisadas ligas hipoeutéticas do sistema Al-Si pela importância desta classe de ligas na fabricação de componentes fundidos. Isso se deve principalmente ao efeito da presença do silício em relação às características de fundição combinado com outras propriedades físicas, tais como propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Em geral, uma ampla faixa de teor de silício pode ser empregada na composição dessas ligas. Por exemplo, para processos que envolvem baixas taxas de resfriamento (fundição em areia, gesso ou cera perdida) essa faixa varia entre 5 e 7% Si. Já para fundição em coquilhas entre 7 e 9%, e para fundição sob pressão entre 8 e 12%.⁽¹⁾

Nos processos de fundição e lingotamento a morfologia de solidificação é, na grande maioria dos casos, tipicamente dendrítica e não se altera significativamente da superfície a outras posições da peça, exceto pelo tamanho dos espaçamentos dendríticos. A importância tecnológica desses processos justifica o intenso trabalho de pesquisa na busca de relações quantitativas entre parâmetros dos processos e os espaçamentos interdendríticos.

Um modo conveniente e muito utilizado na determinação dos efeitos das condições de solidificação, e conseqüentemente das variáveis térmicas, sobre a microestrutura formada, consiste na medida de espaçamentos intercelulares ou interdendríticos, ou seja, a distância entre células (λ_c) ou braços dendríticos primários (λ_1), secundários (λ_2) ou de maior ordem (λ_3). É fato conhecido que os espaçamentos interdendríticos exercem uma influência significativa sobre as propriedades mecânicas de ligas em seu estado bruto de solidificação, já que espaçamentos menores permitem que a microestrutura seja caracterizada por uma distribuição mais uniforme da segregação microscópica que existe entre as ramificações celulares ou dendríticas, o que favorece o comportamento mecânico. Nesse sentido, a determinação correta dos parâmetros que controlam esses espaçamentos durante a solidificação é fundamental.

A análise da solidificação em condições transitórias de fluxo de calor é extremamente importante, uma vez que esta classe de fluxo de calor inclui a maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação. Nesta condição tanto o gradiente de temperatura quanto a velocidade de crescimento variam livremente com o tempo e com a posição dentro do metal. Na literatura são raros, por exemplo, os modelos teóricos de crescimento dendrítico que são desenvolvidos especificamente para esta situação, e mesmo assim estes poucos modelos ou ainda não foram validados com resultados experimentais, ou foram comparados com resultados muito particularizados.

Há um consenso na literatura quanto à influência do teor de soluto (C_0) nos espaçamentos dendríticos secundários, e que indica uma diminuição deste parâmetro estrutural com o aumento do conteúdo de soluto. Entretanto, existem controvérsias a respeito do efeito do teor de soluto nos espaçamentos dendríticos primários. As pesquisas desenvolvidas para regime estacionário, a maioria delas para materiais orgânicos, afirmam que os espaçamentos dendríticos primários aumentam quando o teor de soluto é aumentado. No entanto, Sharp e Hellawel (1969) investigaram o efeito do teor de soluto em ligas Al-Cu e os resultados obtidos pelos autores mostram que os espaçamentos dendríticos primários são independentes de C_0 . Resultados contrários foram obtidos por Spittle e Lloyd,⁽²⁾ os quais investigaram a influência de C_0 em ligas hipoeutéticas Pb-Sb solidificadas direcionalmente em condições transitórias de extração de calor, cujos resultados apresentam menores valores dos espaçamentos dendríticos primários para maiores

concentrações de soluto. Esses resultados contrariam as análises teóricas/experimentais de Okamoto e Kishitake,⁽³⁾ nas quais o espaçamento primário aumenta quando o teor de soluto é aumentado.

Em trabalhos recentemente realizados,^(4,5) os resultados obtidos para ligas de Al apontam principalmente para uma independência dos espaçamentos primários com o teor de soluto. Já no caso de ligas Sn-Pb notou-se uma ligeira tendência dos espaçamentos diminuírem com o aumento de C_0 .

Sá⁽⁶⁾ desenvolveu trabalhos com ligas Sn-Pb e Al-Cu, relacionando as variáveis térmicas de solidificação com os espaçamentos terciários medidos. De acordo com este estudo, os braços terciários parecem surgir a partir das formações secundárias somente para valores menores que um fator paramétrico $\delta = \dot{T}/C_0$. Esse fator proposto correlaciona taxa de resfriamento e o teor de soluto inicial da liga binária. Para ligas Al-Cu este fator determinado experimentalmente foi igual a 0,4 e para ligas Sn-Pb 0,04. As leis experimentais representativas da variação dos espaçamentos dendríticos terciários com a taxa de resfriamento avaliadas foram caracterizadas por um expoente constante -0,55. De modo geral, os resultados obtidos indicaram para uma independência dos espaçamentos terciários com o teor de soluto das ligas analisadas.

Poucos estudos têm analisado os efeitos da convecção interdendrítica, bem como a influência da direção de crescimento nos espaçamentos dendríticos.⁽⁷⁻¹⁰⁾ Para investigar os efeitos do fluxo de soluto e da direção de crescimento nos espaçamentos dendríticos primários, Burden⁽⁸⁾ conduziu experimentos para um sistema de cloreto de amônia (solvente) e água (soluto). No caso do crescimento descendente, o líquido, mais leve, rico em água tende a fluir ascendentemente e preencher os espaços interdendríticos. Já no caso de crescimento ascendente, o líquido interdendrítico tende a fluir para a região líquida da amostra. Os espaçamentos primários para o crescimento descendente apresentaram valores de uma ordem de magnitude maior que aqueles observados no caso do crescimento ascendente. Hui, por sua vez, relatou um decréscimo da média dos espaçamentos dendríticos primários, bem como um maior desarranjo da estrutura dendrítica final, justificado pela convecção interdendrítica durante a solidificação direcional de ligas de Pb-Sb.⁽⁷⁾ Nestes trabalhos, a solidificação foi conduzida em condições estacionárias de fluxo de calor.

O presente trabalho tem como objetivo principal avaliar a real tendência da variação dos espaçamentos dendríticos terciários com o teor de soluto para ligas hipoeutéticas Al-Si solidificadas nos sentidos vertical ascendente e descendente. Além disso, verificar a ação dos gradientes de temperatura e de concentração no líquido sobre as estruturas dendríticas na solidificação transitória.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizados dois aparatos experimentais que diferem basicamente no sentido da solidificação em relação à ação da gravidade, com o objetivo de correlacionar variáveis características da evolução do processo com parâmetros da microestrutura formada. Detalhamentos dos dispositivos utilizados nos experimentos de solidificação direcional podem ser encontrados em trabalhos anteriores envolvendo solidificação ascendente⁽¹¹⁾ e descendente.^(10,12) As ligas foram fundidas *in situ* e as resistências elétricas laterais do forno vertical tiveram sua potência controlada a fim de permitir a obtenção de níveis de superaquecimentos desejados.

Para começar a solidificação, as resistências elétricas foram desligadas e ao mesmo tempo o fluxo de água foi iniciado.

As temperaturas no metal fundido foram monitoradas durante a solidificação através de um conjunto de termopares tipo K (bainha de inox com 1,5 mm de diâmetro) localizados no lingote a diferentes posições a partir da interface metal/molde. Todos os termopares foram conectados por um cabo coaxial a um registrador de dados interligado com um computador, e os dados de temperaturas foram adquiridos automaticamente.

Adotou-se, para todas as ligas superaquecimento de 5°C acima das temperaturas *liquidus* de cada liga.

Os lingotes obtidos foram seccionados longitudinalmente ao meio, lixados e atacados com uma solução ácida para revelação da macroestrutura. Somente lingotes com estrutura colunar foram avaliados microscopicamente, para permitir uma caracterização mais precisa dos braços dendríticos terciários.

Amostras de seções transversais foram extraídas ao longo dos lingotes, sendo escolhidas 7 posições de análise da microestrutura. As amostras foram polidas e atacadas com o reagente 0,5% HF diluído em água. Em seguida, foram realizadas análises microscópicas com auxílio do sistema de processamento de imagens Neophot 32 (Carl Zeiss, Esslingen, Germany) e Leica Quantimet 500 MC (Leica Imaging Systems Ltd, Cambridge, England), os quais foram utilizados para a quantificação dos espaçamentos dendríticos terciários. Os valores de λ_3 foram medidos conforme esquema da Figura 1 e de acordo com procedimento proposto por McCartney.⁽¹³⁾ O respectivo método baseia-se na média das distâncias medidas entre os braços terciários adjacentes (n =número de braços terciários). Essas ramificações surgem no mesmo sentido de crescimento dos braços dendríticos primários. Uma amostragem de 20 medições foi obtida para cada uma das sete posições escolhidas.

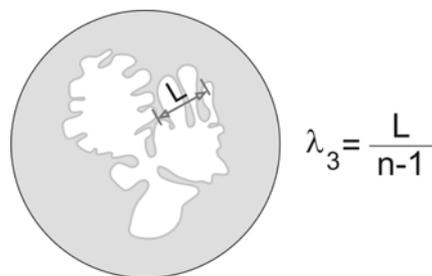


Figura 1. Representação do corte transversal de uma dendrita e do método para medição de λ_3 .

A taxa de resfriamento (\dot{T}) para cada posição dos termopares, em todas as composições, foram obtidas experimentalmente a partir das interseções das retas de cada temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares, e através do resultado da leitura direta do quociente das temperaturas imediatamente antes e depois da T_L e dos tempos correspondentes, isto é $\dot{T} = dT/dt$.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para cada liga foram obtidos os mapeamentos de temperaturas considerando-se as seis posições dos termopares no metal líquido, através dos

quais foram determinadas experimentalmente as taxas de resfriamento (\dot{T}), conforme procedimento já mencionado e também detalhado em artigo prévio.⁽⁴⁾ Assim, a Figura 2 apresenta um gráfico ilustrativo das curvas de resfriamento características da liga Al-7%Si, onde T_v é a temperatura inicial do metal líquido.

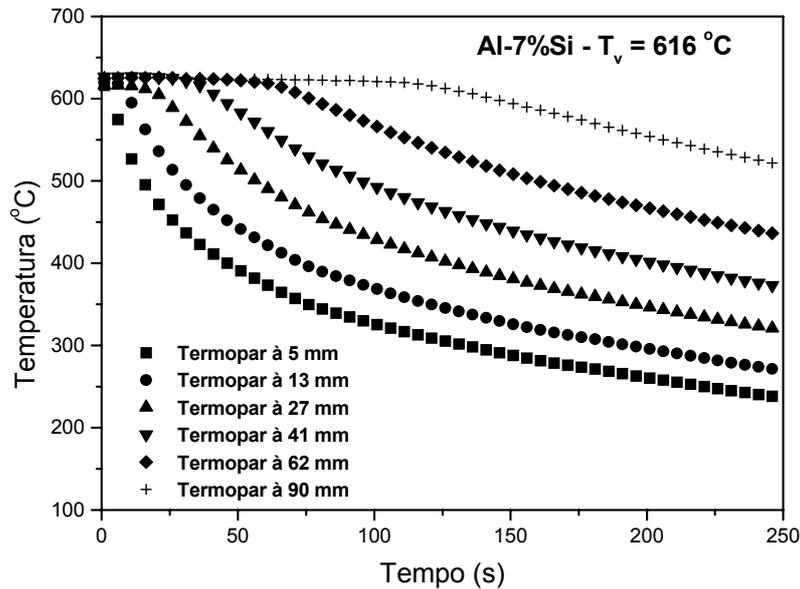


Figura 2. Curvas de resfriamento correspondentes aos 6 termopares posicionados no interior da lingoteira. As posições 5, 13, 27, 41, 62 e 90 mm são relativas à interface de contato do metal com a câmara de refrigeração durante a solidificação descendente.

A Figura 3 mostra, para todas as composições, o comportamento experimental das taxas de resfriamento com a posição da isoterma *liquidus*. Como esperado, os valores de \dot{T} são menores para posições mais afastadas da interface metal/câmara.

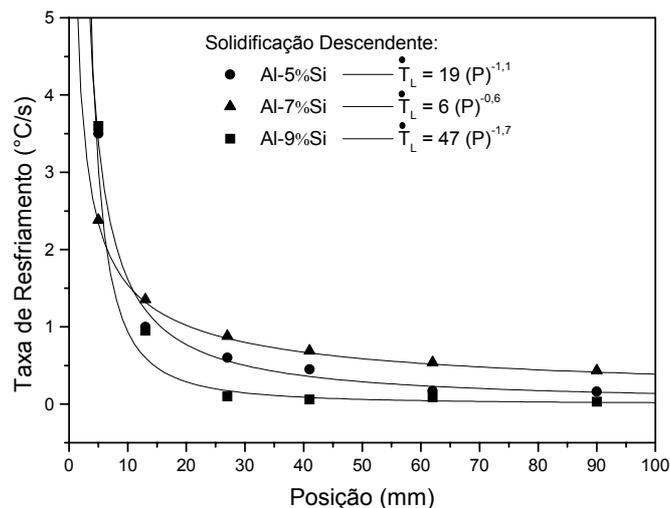


Figura 3. Comportamento da taxa de resfriamento experimental em função da posição da isoterma *liquidus* para as ligas analisadas.

Microestruturas típicas de solidificação observadas na seção transversal dos lingotes de Al-5%Si, Al-7%Si e Al-9%Si são apresentadas na Figura 4. Revelações

com boa nitidez propiciaram condições favoráveis para aplicação imediata do método de medição dos espaçamentos dendríticos terciários.

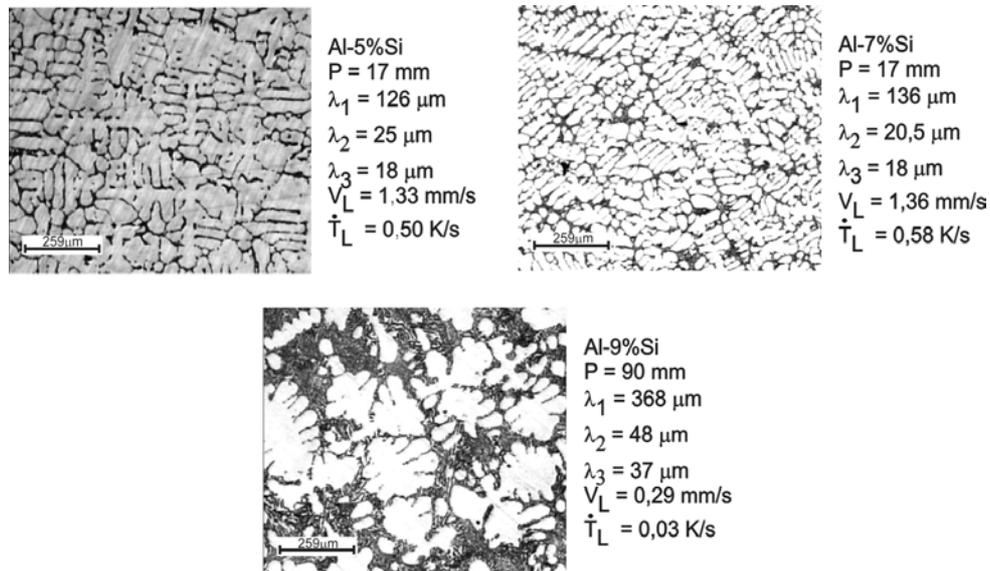


Figura 4. Microestruturas características das ligas solidificadas verticalmente na descendente. P é a posição relativa à interface metal/câmara.

O gráfico da Figura 5 mostra os valores médios dos espaçamentos dendríticos terciários medidos para a liga Al-5%Si. Para as ligas analisadas, os espaçamentos terciários sofrem aumento com a posição (P) a partir interface metal/câmara para o interior do lingote, mantendo sempre a tendência de crescimento representada por uma equação na forma de potência, com expoente positivo.

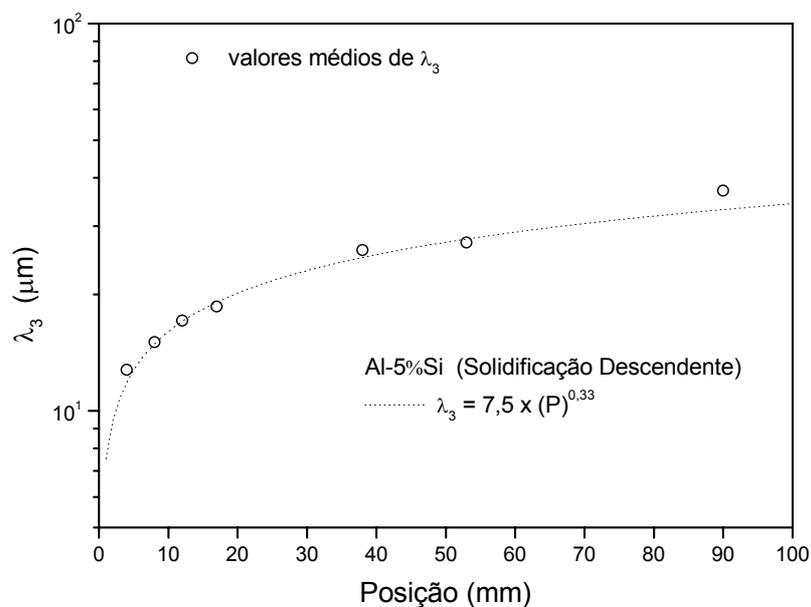


Figura 5. Espaçamentos dendríticos terciários em função da posição para a liga Al-5%Si.

A Figura 6 apresenta os espaçamentos terciários obtidos em função das taxas de resfriamento para os casos da solidificação ascendente e descendente. Todas as três ligas analisadas representaram uma mesma lei experimental para cada um dos sentidos de crescimento estudados. Resultados apresentados por Sá,⁽⁶⁾ considerando experimentos de solidificação ascendente em regime transitório de extração de calor, revelaram a mesma independência dos valores de λ_3 em relação ao teor de soluto de ligas Al-Cu.

Nota-se ainda que o comportamento dos espaçamentos é essencialmente o mesmo em ambas as configurações, o que demonstra que as correntes convectivas induzidas na solidificação descendente são de pouca ou nenhuma influência sobre λ_3 , ao contrário do observado em trabalhos anteriores para espaçamentos dendríticos primários onde esta influência é significativa.^(10,12)

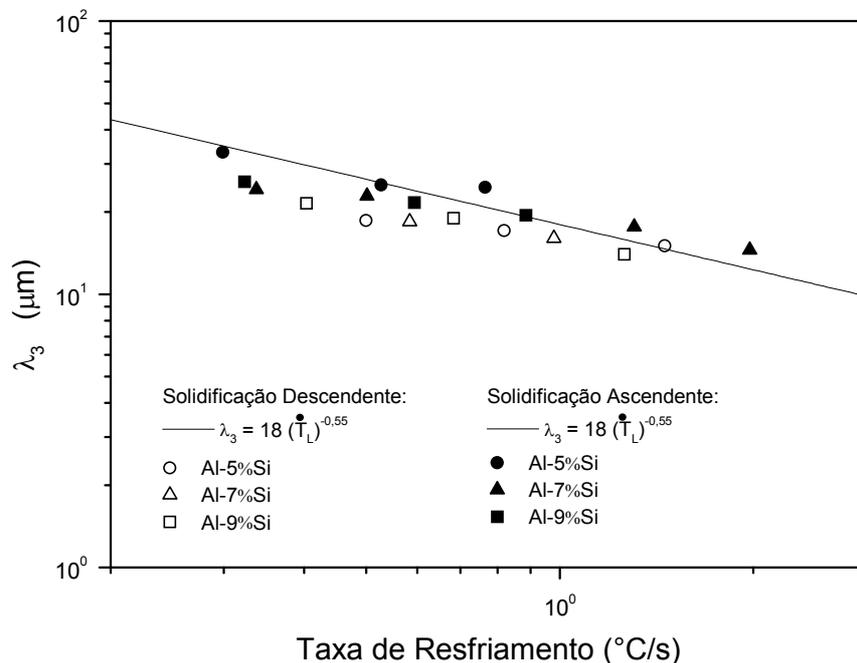


Figura 6. Espaçamentos dendríticos terciários em função da taxa resfriamento para ligas Al-Si.

Em trabalho recente,⁽⁶⁾ considerando-se ligas Al-Cu solidificadas na ascendente, ficou estabelecido que, para uma mesma taxa de resfriamento, os espaçamentos primários são cinco (5) vezes maiores que os terciários. Em relação aos presentes resultados experimentais, a Figura 7 mostra a mesma comparação em escalas de dendritas obtida para configurações (a) ascendente e (b) descendente. No caso da solidificação ascendente foi encontrado um fator de 12, sendo observado um fator de 5 no caso descendente.

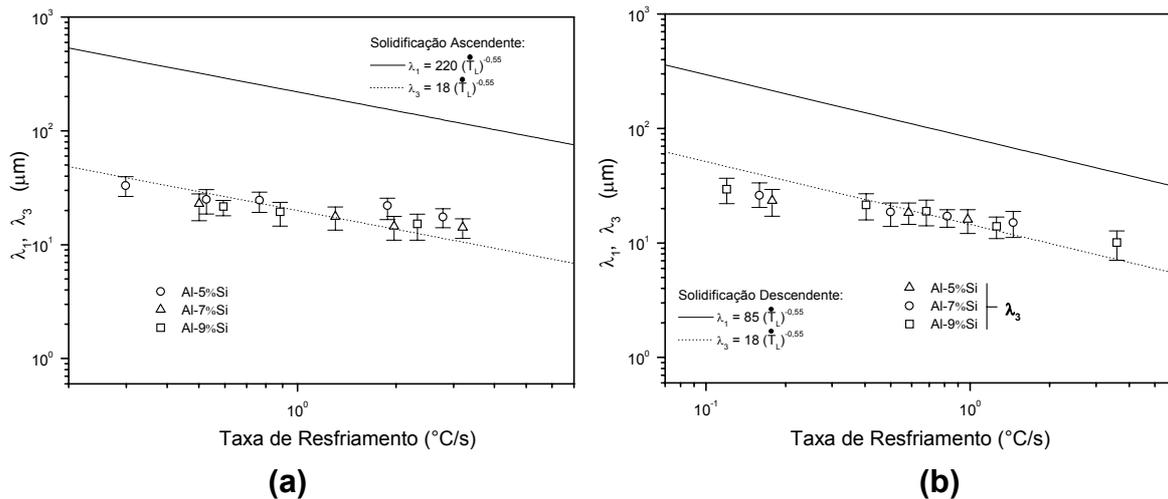


Figura 7. Comparação entre espaçamentos dendríticos primários e terciários para ligas Al-Si solidificadas nas configurações (a) ascendente e (b) descendente.

4 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho permitem que sejam extraídas as seguintes conclusões:

- sob condições de fluxo de calor transitório os espaçamentos dendríticos terciários diminuem com o aumento da taxa de resfriamento;
- tanto para a configuração ascendente quanto para a descendente uma mesma lei experimental [$\lambda_3 = 18(\dot{T}_L)^{-0,55}$] caracterizou a variação de λ_3 com a taxa de resfriamento;
- para ligas hipoeutéticas Al-Si os espaçamentos dendríticos terciários mostraram-se independentes da concentração de soluto da liga;
- os espaçamentos terciários não sofrem influência significativa da convecção provocada pela ação de gradientes de temperatura e de composição na solidificação descendente; e
- para uma mesma taxa de resfriamento, λ_1 pode ser considerado 12 vezes maior que λ_3 para a solidificação ascendente de ligas Al-Si, enquanto que para a solidificação descendente essa relação diminui para 5.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro da FAPESP e do CNPq.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 ROOY, E.L. Metals handbook. **ASM International**, v. 15, p. 743 - 770, 1988.
- 2 SPITTLE, J. A.; LLOYD, D. M. Dendrite arm spacing in hypoeutectic Pb-Sb alloys directionally solidified under steady and non-steady conditions. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON SOLIDIFICATION AND CASTING OF METALS, 1979. London: Metals Society, 1979. p. 15-20.

- 3 OKAMOTO, T.; KISHITAKE, K. Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys. **Journal of Crystal Growth**, v. 29, p. 137-146, 1975.
- 4 ROCHA, O. F. L.; SIQUEIRA, C.; GARCIA, A. Cellular/dendritic transition during unsteady-state unidirectional solidification of Sn-Pb alloys. **Materials Science and Engineering A**, v.347, n.1-2, p.59 - 69, 2003.
- 5 PERES, M. D.; SIQUEIRA, C.; 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.
- 6 SÁ, F. A.; ROCHA, O. F. L.; SIQUEIRA, C.; 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, p.131- 38, 2004.
- 7 HUI, J.; TIWARI, R.; WU, X.; TEWARI, S. N.; TRIVEDI, R. Primary dendrite distribution and disorder during directional solidification of Pb-Sb alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33, pp. 3499-3510, 2002.
- 8 BURDEN, M. H.; HUNT, J. D. A mechanism for the columnar to equiaxed transition in casting or ingots. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 6A, n.1, p. 240 - 241, 1975.
- 9 LI, Q.; BECKERMANN, C. Evolution of the sidebranch structure in free dendritic growth. **Acta Materialia**, v. 47, n. 8, p. 2345-2356, 1999.
- 10 SPINELLI, J. E.; ROSA, D. M.; FERREIRA, I. L.; GARCIA, A. 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, 2004.
- 11 SIQUEIRA, C.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. Solidification thermal parameters affecting the columnar to equiaxed transition. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.33A, n.7, p.2107 - 2118, 2002.
- 12 SPINELLI, J. E.; FERREIRA, I. L.; GARCIA, A. influence of melt convection on the columnar to equiaxed transition and microstructure of downward unsteady-state directionally solidified Sn-Pb alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v.384, n.1-2, p.217-226, 2004.
- 13 MCCARTNEY, D.G.; HUNT, J.D. Measurements of cell and primary dendrite arm spacing in directionally solidified aluminum alloys. **Acta Metallurgica**, v. 29, n.11, p. 1851-1863, 1981.

BIBLIOGRAFIA

- 14 ROCHA, O. F. L.; SIQUEIRA, C.; GARCIA, A. Heat flow parameters affecting dendrite spacings during unsteady-state solidification of Sn-Pb and Al-Cu alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 34A, n. 4, p.995-1006, 2003.
- 15 SHARP R. M.; HELLAWELL A. The microscopy and composition of quenched solid-liquid interfaces. **Journal of Crystal Growth**, v. 5, n.3, p. 155-161, 1969.

INFLUENCE OF TIP COOLING RATE AND MELT CONVECTION ON TERTIARY DENDRITE ARM SPACING OF Al-Si ALLOYS ¹

Daniel Monteiro Rosa ²
José Eduardo Spinelli ²
Amauri Garcia ³

Abstract

Tip cooling rates and tertiary dendrite arm spacings have been measured in Al-Si hypoeutectic alloys directionally solidified under downward and upward transient heat flow conditions. It is a well-known fact that the dendritic spacings can affect not only microsegregation profiles but also the formation of secondary phases within interdendritic regions, which influences mechanical properties of cast structures. A reduced number of studies have been carried out in order to analyze the effects of melt convection within the interdendritic region or to verify the influence of growth direction on dendritic arm spacings. In this work, an experimental approach is used to quantitatively determine the tip cooling rates. The work also focuses on the dependence of tertiary dendrite arm spacings on this solidification thermal variable. The experimental data concerning the solidification of Al 5, 7 and 9 wt % Si alloys are obtained in order to investigate the actual variation of tertiary dendritic spacing as a function of alloy composition. A comparison between upward and downward unsteady-state results has also been conducted.

Key-words: downward transient solidification, tertiary dendrite arm spacings, Al-Si alloys, melt convection.

1. *Work submitted to the Seminário de Fusão, Refino e Solidificação dos Metais, May 2005, Vitória/ES;*
2. *Doctoral Student at the Department of Materials Engineering / UNICAMP;*
3. *Professor at the Department of Materials Engineering / UNICAMP*