



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE ANANINDEUA
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

EDINALDO GOMES CORRÊA

**PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO E MACROESTRUTURA DA
LIGA Al3%Cu3%Ni, SOLIDIFICADA DIRECIONALMENTE SOB CONDIÇÕES
TRANSITÓRIAS DE EXTRAÇÃO DE CALOR**

**Ananindeua, PA
2019**

EDINALDO GOMES CORRÊA

PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO E MACROESTRUTURA DA LIGA Al3%Cu3%Ni, SOLIDIFICADA DIRECIONALMENTE SOB CONDIÇÕES TRANSITÓRIAS DE EXTRAÇÃO DE CALOR

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Faculdade de Engenharia de Materiais, do Campus universitário de Ananindeua, da Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do Bacharelado em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Deibson Silva da Costa.
Coorientador: Prof. Dr. Luiz Gabriel da Silva Nascimento.

**Ananindeua, PA
2019**

EDINALDO GOMES CORRÊA

PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO E MACROESTRUTURA DA LIGA Al₃Cu₃Ni, SOLIDIFICADA DIRECIONALMENTE SOB CONDIÇÕES TRANSITÓRIAS DE EXTRAÇÃO DE CALOR

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Faculdade de Engenharia de Materiais, do Campus universitário de Ananindeua, da Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do Bacharelado em Engenharia de Materiais.

Data da Aprovação: ____/____/____

Conceito: _____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
FEMat/CAMPANIN/UFPA – Orientador

Prof. Dr. Luiz Gabriel da Silva Nascimento
PPGMAT/IFPA – Coorientador

Prof. Me. Pedro Paulo Guimarães Ribeiro
FEMat/CAMPANIN/UFPA – Examinador Interno

Prof. Dr. Thiago Antônio Paixão de Sousa Costa
PPGMAT/IFPA – Examinador Externo

**Ananindeua, PA
2019**

Aos Meus Pais,

“Minha base, meu porto seguro”

A minha família,

“Pelo amor e paciência”

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter dado meus pais, que me propuseram todo o apoio necessário para o meu desenvolvimento pessoal, sendo o principal deles o amor, dado a mim de maneira abundante e incondicional. Especialmente, a minha mãe, Benedita Gomes Corrêa, minha fonte de carinho e amor. Lembro das distintas noites e manhãs em que ela me direcionava, auxiliando-me nas tarefas em período de avaliações, no início de minha jornada acadêmica. Ao meu pai, Antônio Lima Corrêa, por ser minha fortaleza, pessoa de caráter inquestionável, que foi meu exemplo de pai, avô, pessoa e amigo.

A minha esposa, Eleidiane Lenine Melo Corrêa, e ao meu filho, Vitor Gabriel Lenine Melo Corrêa, pela compreensão, paciência, apoio e amor dedicados a mim.

Aos meus orientadores, Deibson Costa e Luiz Gabriel, pelas horas dedicadas a este projeto, bem como, seus incentivos, os direcionamentos das tarefas, sempre com atenção, dedicação e profissionalismo.

Aos colegas de turma, pela paciência, respeito e colaboração direta ou indireta, em especial aos amigos Diogo Pontes, Higor Pina, Mário Henrique e Roberto Cruz.

Aos meus professores e demais profissionais do Curso de Engenharia de Materiais, do Campus Universitário de Ananindeua, pelas horas de dedicação e entrega nas aulas ministradas, bem como, nas visitas técnicas.

Por fim, aos colegas do Grupo de Pesquisa de Metalurgia Física do IFPA, pelo apoio durante os experimentos.

“Mesmo desacreditado e ignorado por todos, não posso desistir, pois pra mim, vencer é nunca desistir”.

(Albert Einstein)

RESUMO

A liga multicomponente Al3%Cu3%Ni, porcentagem em massa, foi solidificada direcionalmente sob condições transitórias de extração de calor com o objetivo de obter a curva de resfriamento, as variáveis térmicas de solidificação, como a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), a taxa de resfriamento (\dot{T}) e o gradiente de temperatura à frente da isoterma *liquidus* (G_L), bem como, a produção do lingote da liga para análise de sua macroestrutura de formação. Para tanto, utilizou-se as matérias primas, alumínio (Al), cobre (Cu) e níquel (Ni), formando uma solução sólida por difusão atômica do Cu e Ni na matriz de Al, que foi fundida, em um forno elétrico a uma temperatura média de 850 °C, após a fusão da matriz, o metal líquido foi vazado a uma temperatura de 750 °C em uma lingoteira de aço inoxidável AISI 304, posicionada dentro do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente com resfriamento à água. A lingoteira foi instrumentada com seis termopares nas posições 10, 15, 30, 50, 70 e 90 mm a partir da base refrigerada para monitoramento e obtenção dos parâmetros da solidificação. Em seguida, o sistema de arrefecimento foi acionado quando o termopar da posição 10 mm registrou uma temperatura 10 % superior a temperatura *liquidus* (T_L) da liga. Foram obtidos os parâmetros térmicos nos pontos monitorados e as funções das curvas de tendência para cada parâmetro. O lingote e a macroestrutura correspondente que apresentou morfologia formada somente por grãos colunares bem refinados, com direções cristalográficas bem definidas, porém, sem a ocorrência da Transição Colunar/Equiaxial (TCE).

Palavras-Chave: Solidificação, Macroestrutura, Ligas de Alumínio, Parâmetros Térmicos, Al-Cu-Ni

ABSTRACT

The multicomponent alloy Al3%Cu3%Ni, weight percent, was directionally solidified under transient heat extraction conditions, in order to obtain the cooling curve, the solidification thermal variables, such as the displacement velocity of the isotherm liquidus (VL), the cooling rate (\dot{T}) and the temperature gradient in front of the isotherm liquidus (GL), as well as the alloy ingot production for analysis of its formation macrostructure. For this purpose, the raw materials, aluminum, copper and nickel, which were melted inside a crucible in an electric oven at an average temperature of 850 °C, after melting, the liquid metal was poured at a temperature of 750 °C in an AISI 304 stainless steel ingot mold, inside the water-cooled, one-way vertical upward solidification device, in which six thermocouples were arranged at positions 10, 15, 30, 50, 70 and 90 mm from the base of the In order to monitor and obtain the solidification parameters, the cooling system was then activated when the thermocouple of the 10 mm position recorded a temperature 10 % higher than the alloy liquidus (T_L) temperature. The thermal parameters at the monitored points and the trend curve functions were obtained for each parameter, the ingot and its macrostructure, formed only with well refined columnar grains, with well defined crystallographic directions, but without the occurrence of the Columnar / Transition. Equiaxial (CTE).

Keywords: Solidification, Macrostructure, Aluminum Alloys, Thermal Parameters.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Etapas durante a solidificação de um metal.	21
Figura 2.2 – Modos de transferência de calor no sistema metal/molde ($t_1 < t_2 < t_3 < t_4 < t_5$).	22
Figura 2.3 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente.	24
Figura 2.4 – Representação esquemática do dispositivo de solidificação vertical descendente.	25
Figura 2.5 – Dispositivo de solidificação unidirecional.	26
Figura 2.6 – Lingote Unidirecional de Alumínio com Alteração Induzida na Direção de Crescimento.	27
Figura 2.7 – Representação esquemática da TCE.	29
Figura 2.8 – Curvas experimentais de resfriamento. T_v é a temperatura de vazamento.	30
Figura 2.9 – Velocidades de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i>	31
Figura 2.10 – Taxa de resfriamento em função da posição a partir da interface metal/molde.	32
Figura 2.11 – Gradientes de temperatura.	32
Figura 2.12 – Componentes de um Espectômetro de Fluorescência de Raios – X.	35
Figura 2.13 – Esquema de excitação de elétrons.	35
Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia.	37
Figura 3.2 – Matérias primas utilizadas no experimento.	38
Figura 3.3. Equipamentos utilizados na preparação e fusão das matérias primas: a) Serra Elétrica de Fita; b) Balança Eletrônica de Precisão; c) Cadinho de Carboneto de Silício; d) Forno Elétrico Tipo Mufla.	39
Figura 3.4 – Esquema do procedimento experimental para obtenção da curva de resfriamento da liga Al3%Cu3%Ni.	40
Figura 3.5 – a) Amostra representativa b) Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X.	40
Figura 3.6 – Lingoteira bipartida com seis pontos de monitoramento.	41
Figura 3.7 – Desenho esquemático do dispositivo solidificação.	42
Figura 3.8 – Etapas do vazamento: a) Remoção do cadinho; b) homogeneização; c) Vazamento da liga Al3%Cu3%Ni	43

Figura 3.9 – Esquema para aquisição dos dados térmico, durante a solidificação da liga Al3%Cu3%Ni.	43
Figura 3.10 – Curva de resfriamento teórica da liga em estudo.	44
Figura 3.11 – Diagrama de fases pseudo-binário (Al-Cu) em função do Ni.	44
Figura 3.12 – Lingote produzido e desmoldado da liga Al3%Cu3%Ni.	45
Figura 3.13 – Etapas da metalografia: a) Corte longitudinal do lingote, b) Lixamento da face obtida do seccionamento, c) Ataque químico na superfície lisa do lingote...	46
Figura 4.2 – Curva de resfriamento experimental da liga Al3%Cu3%Ni.	47
Figura 4.3 – Perfis da solidificação da liga Al3%Cu3%Ni.	48
Figura 4.4 – Instantes em que as curvas do resfriamento da liga estudada ultrapassam a T_L	49
Figura 4.5 – Velocidade da isoterma <i>liquidus</i> (V_L) da liga Al3%Cu3%Ni.	49
Figura 4.6 – Taxas de resfriamento da liga Al3%Cu3%Ni.	50
Figura 4.7 – Gradiente de temperatura ao longo do lingote da liga Al3%Cu3%Ni. ...	51
Figura 4.9 – Macroestrutura do lingote da liga Al3%Cu3%Ni.	52

LISTA DE TABELAS

Tabela	4.1	-	Composição química da liga Al3%Cu3%Ni após solidificação unidirecional vertical ascendente.....	51
--------	-----	---	---	----

LISTA DE ABREVIATURAS

Dr.	Doutor
Prof.	Professor

LISTA DE SIGLAS

Al	Alumínio
CET	Columnar / Equiaxial Transition
CFC	Cúbica de Face Centrada
Cl	Cloro
Cr	Cromo
Cu	Cobre
F	Flúor
Fe	Ferro
FRX	Fluorescência de Raios-X
H	Hidrogênio
IFPA	Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará
Mg	Magnésio
Mn	Manganês
N	Nitrogênio
Ni	Níquel
O	Oxigênio
PA	Pará
Si	Silício
TCE	Transição Colunar/Equiaxial
Ti	Titânio
UFPA	Universidade Federal do Pará
Zn	Zinco

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Por cento
V_L	Velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i>
\dot{T}	Taxa de resfriamento
G_L	Gradiente de temperatura à frente da isoterma <i>liquidus</i>
°C	Graus Celsius
mm	Milímetros
(P)	Variável posição
-	Operador matemático da subtração
α	Fase alpha
g	Grama
/	Operador matemático da divisão
cm	Centímetro
x ou .	Operador matemático da multiplicação
Ω	Ohm
m	Metro
cal	Calorias
s	Segundo
θ	Teta
β	Beta
T_V	Temperatura de vazamento
T_S	Temperatura de solidificação
t	Tempo
°	Graus
#	Mesh
μm	Micrômetro
+	Operador matemático da adição
T_L	Temperatura <i>liquidus</i>
f(t)	Em função do tempo
f(P)	Em função da posição
ml	Mililitro

dP/dt	Derivada da função P em relação a variável t (tempo)
T	Temperatura
dT/dt	Derivada da função T em relação a variável t (tempo)
”	Segundos
%p	Percentual em peso

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
1.1 Considerações gerais.....	15
1.2 Objetivo geral do trabalho	17
1.3 Objetivos específicos	17
1.4. Justificativa	17
1.5 Estrutura do trabalho.....	19
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1 O alumínio e suas ligas	20
2.2 Solidificação.....	21
2.2.1 Análise experimental da solidificação direcionada.....	23
2.2.2 Tipos de solidificação forçada	23
2.2.3 Solidificações estrutural	27
2.3 Técnicas de caracterização para a liga Al3%Cu3%Ni	30
2.3.1 Parâmetros térmicos	30
2.3.2 Metalografia	33
2.3.3 Fluorescência de Raios-X – FRX	34
3. MATERIAIS E MÉTODOS	36
3.1 Equipamentos e materiais utilizados	38
3.2 Caminho da solidificação e diagrama de fases Al-Cu-Ni	43
3.3 Determinação experimental das variáveis térmicas de solidificação	45
3.4 Caracterização macroestrutural	45
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	47
4.1 Curva de resfriamento experimental.....	47
4.2 Perfis da solidificação.....	47
4.3 Velocidade da isoterma <i>liquidus</i> (V_L).....	48
4.4 Taxa de resfriamento (\dot{T}).....	50
4.5 Determinação do gradiente de temperatura (G_L).....	50
4.6 Composição química da liga e análise de sua macroestrutura	51
5 CONCLUSÕES	53
REFERÊNCIAS	54

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações gerais

Ligas metálicas à base de alumínio estão presentes numa grande diversidade de indústrias e segmentos devido à sua baixa massa específica, alta condutividade elétrica e térmica, boa resistência à corrosão, boa usinabilidade, boa conformação mecânica, além de possuir boas combinações dessas propriedades mecânicas. Estas vantagens estão relacionadas à morfologia estrutural dos grãos da macro e microestrutura da liga, bem como seu processamento.

Um dos aspectos que torna as ligas de alumínio tão atraentes é o fato de o alumínio possuir baixo peso específico e poder combinar-se com a maioria dos metais de engenharia, chamados de elementos de liga. Com essas associações é possível obter características tecnológicas ajustadas de acordo com a aplicação do produto final, mas para isso é preciso conhecer bem as vantagens e limitações de cada elemento para fazer a melhor seleção. O grande alcance das ligas oferece à indústria uma grande variedade de combinações de resistência mecânica, resistência à corrosão e ao ataque de substâncias químicas, condutibilidade elétrica, usinabilidade, ductibilidade, conformabilidade, entre outros benefícios (CANTÉ, 2009; NASCIMENTO, 2011).

A técnica de solidificação unidirecional permite obter macroestrutura constituída por grãos colunares alinhados numa única direção, ou por macroestrutura constituída por um único grão (monocristalina). No caso particular de ligas Al-Ni, dentro da faixa de composições hipoeutéticas, a microestrutura de solidificação consiste de uma matriz dendrítica de fase α rica em alumínio, com uma mistura eutética na região interdendrítica formada por α , e o composto intermetálico Al_3Ni . Essa mistura eutética cresce de forma cooperativa durante a solidificação e permanece localizada entre os braços dendríticos. O arranjo interdendrítico das partículas duras Al_3Ni , que são estáveis em temperaturas abaixo de 500 °C, proporciona um reforço para a matriz dendrítica, conferindo conseqüentemente uma maior resistência mecânica ao material (CANTÉ, 2009; NASCIMENTO, 2011).

As propriedades mecânicas são fortemente influenciadas pelos parâmetros característicos dessas microestruturas, por exemplo, os espaçamentos entre as ramificações dendríticas primárias e secundárias. Os limites de escoamento e de

resistência à tração sofrem influência significativa dos espaçamentos dendríticos. Quanto menores os espaçamentos dendríticos mais refinada a microestrutura apresentada, melhorando o desempenho mecânico dos produtos fundidos (CANTÉ, 2009; NASCIMENTO, 2011).

A solidificação inicia-se quando o material no estado líquido atinge, durante o resfriamento, as condições termodinâmicas necessárias à transformação da fase líquida para a sólida. Nessas condições, havendo um gradiente de temperatura entre o material e o meio que absorve o calor, o calor latente liberado é removido através de um ou mais mecanismos de transferência de calor. Industrialmente, a produção de componentes e produtos semiacabados, via solidificação dá-se principalmente pelos processos de lingotamento estático, lingotamento contínuo e fundição (GOULART, 2005).

Nesse sentido é de suma importância a realização de experimentos de fundição e solidificação unidirecional, em condições transientes de extração de calor em ligas de alumínio e cobre - Cu, uma vez que o conhecimento mais amplo dessa liga com a adição de níquel - Ni pode satisfazer de forma satisfatória exigências da engenharia.

O estudo do incremento do Cu e Ni em ligas formadas por solidificação unidirecional, em sistemas metal/molde, tem como objetivo encontrar meios de aliar as melhores características mecânicas e térmicas desejadas e ao mesmo tempo prevenir a ocorrência de defeitos durante o processo de solidificação, tendo em vista a importância dos parâmetros térmicos de solidificação e morfologia macroestrutural da liga multicomponente.

Este trabalho pretende desenvolver análises qualitativas e quantitativas da evolução da solidificação unidirecional em regime transitório de extração de calor de um liga multicomponente Al3%Cu3%Ni, porcentagem em peso, estabelecendo correlações entre os dados térmicos de solidificação e uma avaliação das características da macroestrutura obtida.

1.2 Objetivo geral do trabalho

Avaliar a liga multicomponente Al3%Cu3%Ni solidificada unidirecionalmente em um dispositivo vertical ascendente de extração de calor.

1.3 Objetivos específicos

- a) realizar a solidificação da liga multicomponente Al3%Cu3%Ni para obtenção da curva de resfriamento experimental da mesma;
- b) realizar a solidificação unidirecional vertical da liga em estudo, com extração forçada de fluxo de calor de forma ascendente, para obter os perfis de temperatura para seis posições de termopares localizados no metal líquido, correspondentes a 10, 15, 30, 50, 70 e 90 mm da interface metal/molde;
- c) determinar as variáveis transientes da solidificação como tempo de passagem das isothermas *liquidus* e *solidus*, as velocidades da isoterma *liquidus* (V_L), as taxas de resfriamento (\dot{T}) da liga em questão, o gradiente de solidificação (G_L), a partir dos registros térmicos experimentais levantados;
- d) obter o lingote resultante da liga Al3%Cu3%Ni, solidificada verticalmente;
- e) caracterizar a macroestrutura obtida, para a liga investigada, de modo a possibilitar a avaliação da unidirecionalidade da extração de calor e posição da transição colunar-equiaxial (TCE).

1.4. Justificativa

A crescente demanda da indústria moderna por materiais com propriedades cada vez mais elevadas e específicas, exige um conhecimento mais aprofundado dos processos de solidificação de metais e ligas metálicas, visto que a relevância científica e tecnológica do mesmo, associada ao seu vasto campo de aplicações industriais, certamente o caracterizam como o mais importante tipo de transformação de fases na cadeia produtiva da indústria de fundição.

O fenômeno da solidificação pode ser considerado fundamentalmente como um processo de transferência de calor em regime transiente. A transformação líquido/sólido é acompanhada por liberação de energia térmica com uma fronteira móvel, separando as duas fases de propriedades termofísicas distintas (CANTÉ,

2009). Componentes à base de alumínio e suas ligas constituem bons exemplos para os quais o desenvolvimento de microestruturas otimizadas durante o processo de solidificação pode ser fundamental no desempenho das propriedades mecânicas.

O desempenho das peças, tanto daquelas de fundição que já se apresentam na sua forma definitiva como dos produtos que serão trabalhados para produção de chapas, fios e forjados, é significativamente influenciado pela estrutura que se forma imediatamente após a solidificação (GARCIA, 2005). É fato conhecido que a resistência mecânica e dureza são dependentes da morfologia macro e microestrutural.

As características do material, o processo de solidificação e tipo de tratamento térmico influem significativamente na formação da macroestrutura, microestrutura e defeitos. As estruturas brutas de solidificação obtidas, ou seja, as estruturas formadas durante a transformação líquido/sólido determinam as propriedades do produto final (CANTÉ, 2009), que recebe posteriormente transformações mecânicas e/ou térmicas. 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.

1.5 Estrutura do trabalho

Seção 1 – Introdução: considerações gerais sobre as ligas de alumínio, suas especificidades e sua atratividade na indústria. Definição dos objetivo geral e objetivos específicos para a realização do trabalho.

Seção 2 – Revisão Bibliográfica: sobre o alumínio e suas ligas, bem como, o processo de solidificação de metais, os tipos de solidificação forçada existentes e sobre as principais técnicas de caracterização para ligas metálicas.

Seção 3 – Materiais e Métodos: materiais e equipamentos utilizados para a preparação, a fundição, os processos de solidificação, a usinagem, a metalografia do lingote e a obtenção dos registros térmicos da liga estudada, bem como, as especificações do método para cada etapa.

Seção 4 – Resultados e Discussões: Análises da curva de resfriamento experimental obtida no processo de solidificação em relação a curva teórica obtida pelo software ThermoCalc, dos perfis da solidificação unidirecional vertical ascendente com refrigeração forçada. Determinação dos parâmetros térmicos da solidificação unidirecional e suas análises. Verificação da composição química da liga multicomponente. Obtenção e análise da macroestrutura de formação da liga Al3%Cu3%Ni.

Seção 5 – Conclusões: Avaliações do processo experimental de solidificação proposto, dos parâmetros térmicos obtidos deste processo e da macroestrutura de formação da liga multicomponente.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 O alumínio e suas ligas

As ligas à base de alumínio – O Al está presente numa grande diversidade de indústrias e segmentos devido à sua baixa massa específica ($2,7 \text{ g/cm}^3$), alta condutividade elétrica e térmica [$35 \times 10^4 \text{ } \Omega \cdot \text{m}^{-1}$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$ e $0,57 \text{ cal/cm}\cdot\text{s}$ a $0 \text{ }^\circ\text{C}$ respectivamente], boa resistência a corrosão, boa usinabilidade, boa conformação mecânica e além de possuir boas combinações de propriedades mecânicas. Estas vantagens estão relacionadas a sua estrutura cristalina que é de a cúbica de face centrada (CFC), bem como, seu processamento, sua conformação mecânica e como foi tratada termicamente. Possui ductilidade, que é mantida mesmo em temperaturas muito baixas, porém, possui baixo ponto de fusão ($660 \text{ }^\circ\text{C}$), sendo este, a principal limitação das ligas a base de alumínio (CALLISTER, 2012).

Possui como principais elementos de liga o cobre – Cu, magnésio – Mg e zinco – Zn que formam soluções sólidas em variados percentuais, em temperaturas relativamente elevadas. A solubilidade é quase nula em temperatura ambiente. O Cu e o Mg originam as fases intermediárias $\text{Al}_2\text{Cu}-\theta$ e $\text{Al}_3\text{Mg}_2-\beta$. Silício – Si e estanho - Sn são formadores de eutéticos. O Si forma eutético com 12,6 % deste elemento e a fase rica em Al apresenta baixo teor de Si. Silício e estanho são igualmente insolúveis em temperatura ambiente. Ferro - Fe, manganês – Mn, níquel – Ni, titânio – Ti e cromo – Cr são pouco solúveis no Alumínio, formando determinadas fases ou compostos intermediários, tais como: Fe_3Al , $\text{Al}_6\text{Mn}-\beta$, Al_3Ni , Al_7Cr , Al_3Ti , promovendo alterações significativas nas propriedades mesmo em pequenas quantidades (KUBASKI; CINTHO; CAPOCCHI, 2008; DANTAS, 2014).

Nesse sentido é de suma importância a realização de experimentos por solidificação unidirecional, em condições transientes de extração de calor em ligas de alumínio e cobre, uma vez que o conhecimento mais amplo dessa liga com a adição de níquel pode satisfazer de forma satisfatória exigências da engenharia. O estudo do incremento do Cu e Ni em ligas formadas por solidificação unidirecional, em sistemas metal/molde, tem como objetivo identificar soluções satisfatórias que estejam relacionadas com as características mecânicas ou térmicas desejadas para liga, sem esquecer a prevenção da ocorrência de defeitos durante o processo de solidificação.

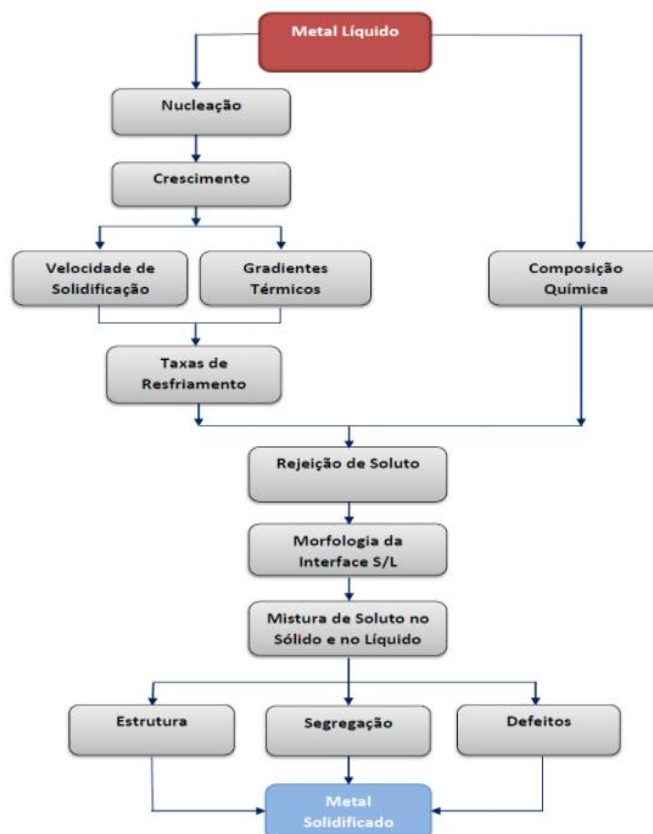
Tendo em vista a importância da correlação das propriedades mecânicas de uma peça com a morfologia estrutural, nos níveis macro e microestrutural e as condições de solidificação.

2.2 Solidificação

É um processo de transferência de calor em regime transiente de transformação de fases, do estado líquido para o estado sólido, acompanhado de liberação de energia térmica, que é transferida por processos de condução, convecção, radiação e transferência newtoniana. A taxa com que o calor latente é extraído e transferido através do sistema metal/molde está relacionado diretamente com os parâmetros térmicos e com os estruturais envolvidos na mudança de fase líquido/sólido os quais interferem diretamente nas propriedades mecânicas do produto fundido (ROCHA, 2003; GARCIA, 2007).

Através do fluxograma da Figura 2.1 se verifica as etapas dos fenômenos ocorridos durante a solidificação de um metal ou liga metálica.

Figura 2.1 – Etapas durante a solidificação de um metal.



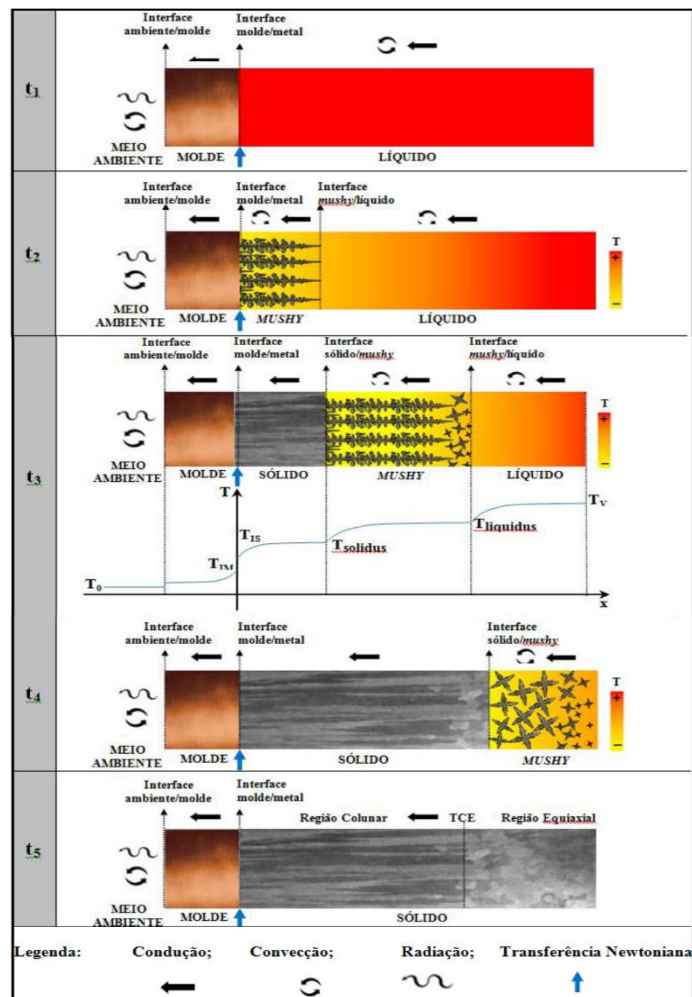
Fonte: GARCIA, 2007.

Varáveis como a temperatura de vazamento (T_V) e as correntes convectivas influenciam durante o preenchimento do molde. No processo de arrefecimento, o molde é o principal meio para que ocorra a transformação líquido/sólido, bem como, de sua capacidade de absorção de calor, pois esta tem influência na velocidade e nas taxas de resfriamento (GARCIA, 2007).

A taxa de extração do calor latente, através do sistema metal/molde, tem relação direta com os parâmetros térmicos, com a velocidade de solidificação, e as mudanças estruturais na fase líquido/sólido, que por sua vez interferem diretamente nas propriedades mecânicas, por isso, é necessário que se dê a devida importância no desenvolvimento e controle desse sistema.

A ordenação sequencial dos fenômenos ocorridos durante a solidificação, ou seja, distribuição de temperaturas no sistema metal/molde, bem como a cinética, estão representadas na figura 2.2 (ROCHA, 2003; GARCIA, 2007; BARROS, 2018).

Figura 2.2 – Modos de transferência de calor no sistema metal/molde ($t_1 < t_2 < t_3 < t_4 < t_5$).



Fonte: BARROS, 2018.

Devido os avanços científicos e tecnológicos, o processo de solidificação passou a ser amplamente utilizado na produção de fundidos em função da otimização das propriedades dos produtos obtidos (ROCHA, 2003; GARCIA, 2007).

2.2.1 Análise experimental da solidificação direcionada

O fenômeno da solidificação pode ser investigado experimentalmente em função da direção na qual o fluxo de calor é extraído e do sentido de avanço da frente de solidificação. A técnica de solidificação unidirecional tem sido bastante utilizada no estudo experimental dos fenômenos da solidificação. Esses estudos podem ser divididos em duas categorias: aqueles que tratam da solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor e os que abordam a solidificação em regime transitório. No primeiro caso, o gradiente de temperatura G_L e a velocidade de crescimento de avanço da isoterma de transformação V_L são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do experimento (GARCIA, 2007).

Por outro lado, a maioria dos processos industriais ocorre em condições transitórias de fluxo de calor, o que justifica a importância do estudo da solidificação transitória (SIQUEIRA, 2002; ROCHA, 2003; GARCIA 2007). Neste caso, tanto o gradiente de temperatura quanto a velocidade de avanço da isoterma de transformação variam livremente com o tempo e a posição no interior do metal.

2.2.2 Tipos de solidificação forçada

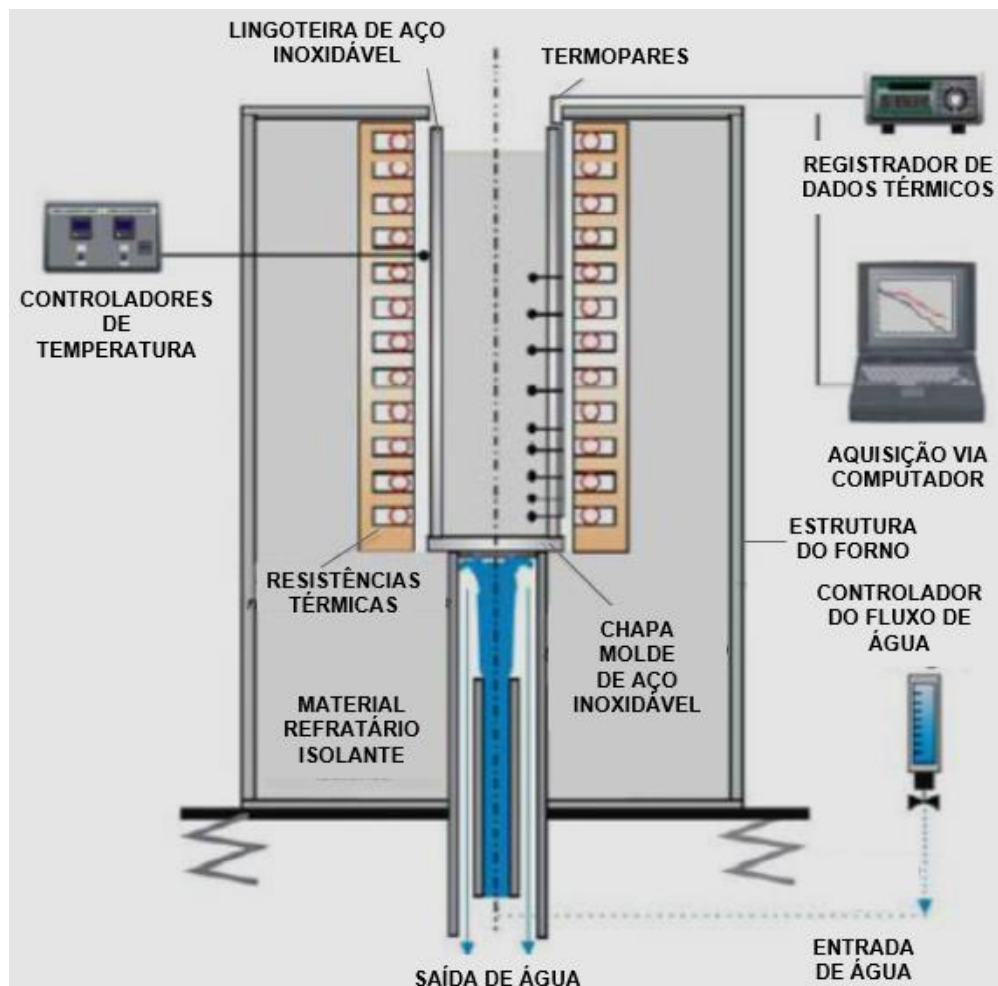
A solidificação unidirecional, em condições transitórias, pode ser estudada considerando a direção do fluxo de calor extraído e o sentido de avanço da frente de solidificação que pode ser ascendente ou descendente (SIQUEIRA, 2002; ROCHA, 2003; GARCIA, 2007).

2.2.2.1 Solidificação unidirecional ascendente

Nesse tipo de solidificação unidirecional, usa-se um dispositivo de solidificação vertical ascendente, em que o metal vazado em seu estado líquido no interior da lingoteira se solidifica quando a temperatura do metal líquido atinge um determinado valor, inicia-se a solidificação forçada através do acionamento do sistema de

arrefecimento à água na parte inferior do molde. Termopares são inseridos e dispersos milimetricamente ao longo do interior da lingoteira a partir da base, com a finalidade de registrar evolução térmica durante todo o processo, que servem para a determinação das variáveis térmicas da solidificação. No dispositivo, a solidificação se dá no sentido contrário ao da ação da gravidade, fazendo com que o próprio peso do metal líquido favoreça o contato com base arrefecida. O líquido mais denso localiza-se junto à fronteira de transformação sólido/líquido, sem ocorrer correntes convectivas nem por diferenças de temperatura e nem por diferenças de concentração. Isso permite uma análise experimental e cálculos teóricos mais assertiva, pois a transferência de calor dentro do lingote é realizada essencialmente por condução térmica unidimensional (OSÓRIO *et al*, 2003; SIQUEIRA, 2002; ROCHA, 2003). A Figura 2.3, mostra esquema do dispositivo de solidificação vertical ascendente.

Figura 2.3 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente.

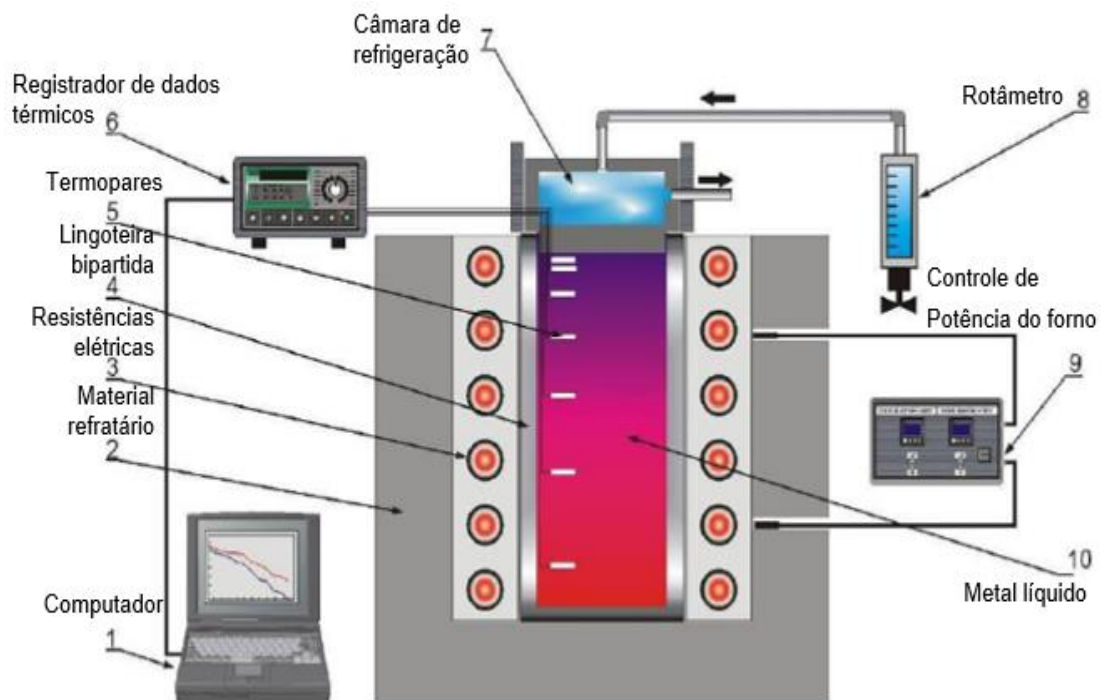


Fonte: ROSA, 2007.

2.2.2.2 Solidificação unidirecional descendente

Neste tipo de solidificação forçada, o dispositivo se destaca por apresentar sua base para arrefecimento no topo da lingoteira e a solidificação do metal líquido será no mesmo sentido da ação da força gravitacional, dessa maneira, a força peso atua para deslocar o lingote do contato com a base refrigerada, provocando mais precocemente uma situação de maior resistência térmica na interface metal/molde, influenciando na cinética da transformação líquido/sólido. O movimento convectivo, nesta situação, estará presente já que o perfil de temperatura do líquido é crescente em direção à base do lingote, que é isolada termicamente, o que significa que ocorrerá convecção ocasionada pela diferença de temperatura no líquido. Se o soluto rejeitado promover um líquido interdendrítico de maior densidade do que o líquido nominal ocorrerá movimento convectivo por diferença de densidade (SPINELLI, 2005; DANTAS, 2014). A Figura 2.4 ilustra de forma esquemática o dispositivo de solidificação unidirecional vertical descendente

Figura 2.4 – Representação esquemática do dispositivo de solidificação vertical descendente.



Fonte: SPINELLI, 2005.

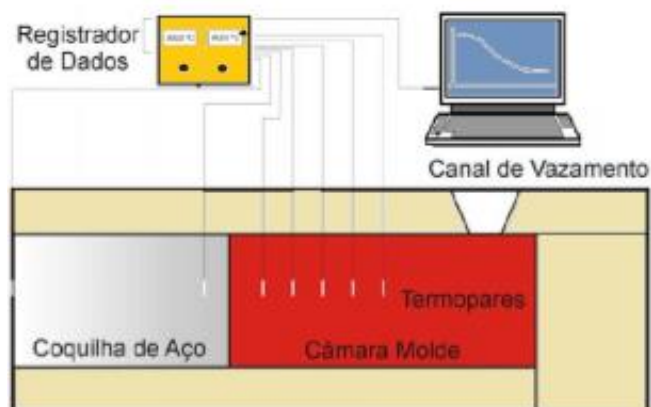
2.2.2.3 Solidificação unidirecional horizontal

O processo de solidificação unidirecional horizontal pode ser realizado de duas maneiras diferentes, uma a partir do vazamento de metal líquido no interior de uma lingoteira isolada termicamente, em que o calor é extraído somente por a base refrigerada ou através de sistema semelhante ao primeiro, porém, o metal poderá ser fundido no interior da lingoteira até que a temperatura pretendida seja alcançada, para que seja acionado o sistema de refrigeração que promoverá solidificação forçada.

No primeiro caso, a turbulência do vazamento induz correntes de convecção forçada que levam algum tempo para se dissipar e que agem com intensidades diferentes ao longo da secção do lingote. No segundo caso, garante-se, com a fusão do metal dentro do molde, uma maior estabilidade em relação ao movimento de metal líquido. Convém ressaltar, no entanto, que as mesmas variáveis térmicas de solidificação não podem ser asseguradas ao longo de diferentes secções horizontais da base refrigeradas a outra extremidade do lingote, uma vez que instabilidades térmicas e diferenças de massa específica no líquido irão promover correntes convectivas que serão diferentes ao longo dessas secções. O perfil térmico da evolução da solidificação deve ser levantado em uma secção horizontal o mais próximo possível da interface metal/molde, a partir da qual serão retiradas as amostras para análise da estrutura (QUARESMA; SANTOS; GARCIA, 2000; GOULART, 2005).

A Figura 2.5, ilustra um esquema de um dispositivo de solidificação unidirecional horizontal com vazamento de metal líquido dentro da lingoteira.

Figura 2.5 – Dispositivo de solidificação unidirecional.



Fonte: DANTAS, 2014.

2.2.3 Solidificações estrutural

2.2.3.1 Macroestrutura de solidificação unidirecional

Produzir estruturas colunares é mais importante, utilizando de forma apropriada a decorrente anisotropia de suas propriedades mecânicas, em casos específicos que em algumas aplicações recebem tensões mais significativas que se alinham unidirecionalmente ao longo de um único eixo.

A utilização de dispositivos de solidificação unidirecional como o ilustrado na Figura 2.3 acima, é uma maneira de produzir lingotes completamente colunares. Esse 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. Se o cristal primário tiver uma densidade maior do que a do metal líquido o dispositivo deve ser refrigerado pela base, provocando uma solidificação vertical ascendente (GARCIA, 2007).

A Figura 2.6 mostra um exemplo de um lingote de alumínio solidificado unidirecionalmente, no qual um movimento lateral brusco da lingoteira durante a solidificação já foi suficiente para mudar a direção do crescimento colunar.

Figura 2.6 – Lingote Unidirecional de Alumínio com Alteração Induzida na Direção de Crescimento.



Fonte: GARCIA, 2007.

2.2.3.2 Zona coquilhada

A zona coquilhada é formada por uma região de pequenos grãos denominados equiaxiais, com orientação cristalina aleatória, normalmente de pequenas dimensões, localizados junto às paredes do molde, pois nesta região existe maior taxa de extração de calor. Taxas elevadas de resfriamento, super-resfriamento térmico, favorecem uma nucleação intensa de grãos equiaxiais, quase sempre uniformes, constituindo uma fina camada de grãos de crescimento aleatório junto às paredes do molde. A dimensão dessa zona depende de uma série de fatores dentre os quais podemos apontar as características termofísicas do material do molde, o coeficiente de transferência de calor metal/molde e a temperatura de vazamento do metal líquido (CAMPOS, 1978; GARCIA, 2001; PERES, 2005 e DANTAS,2014).

2.2.3.3 Zona colunar

Região de grãos alongados, orientados na direção da extração do fluxo de calor, com crescimento paralelo às paredes do molde. Os grãos dessa região possuem direções cristalinas de maiores velocidades de crescimento com a direção de extração de calor, apresentam aceleração de crescimento consideráveis. A formação da zona colunar, situada na posição intermediária entre a parede e o centro do molde, se dá pelo crescimento dos grãos formados a partir dos núcleos oriundos do rápido resfriamento do líquido nos instantes iniciais da solidificação, e que apresentam direção cristalográfica favorável ao crescimento na direção da extração de calor. Esses núcleos tendem a crescer mais rapidamente que os outros, bloqueando o crescimento dos demais grãos (PERES, 2005).

2.2.3.4 Zona equiaxial

Região de pequenos grãos, maiores que os grãos coquilhados, formados no centro do molde como resultado da nucleação de cristais ou da migração de fragmentos de grãos colunares. Contrariamente do crescimento da zona colunar, a zona equiaxial é revelada por grãos que crescem com direções cristalográficas aleatórias. 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

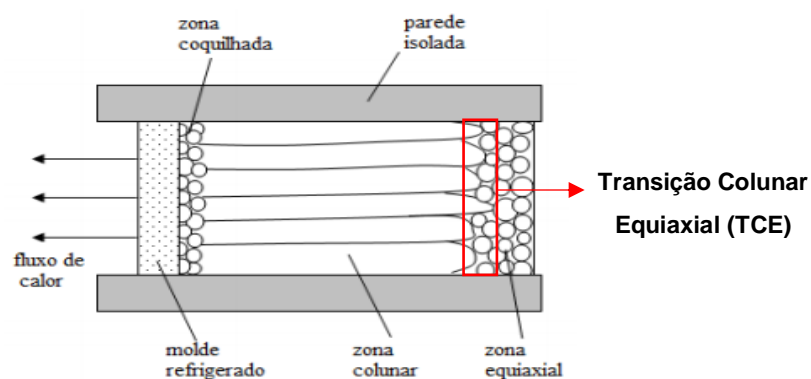
do líquido. Os núcleos geradores têm várias origens, mas só podem crescer após o líquido ter atingido temperaturas abaixo da *liquidus* (GARCIA, 2001).

2.2.3.5 Transição colunar-equiaxial (TCE)

A previsão da transição colunar - equiaxial (TCE) é de grande interesse para a avaliação e o projeto das propriedades mecânicas de produtos solidificados. O razoável entendimento a respeito da influência dos parâmetros envolvidos na solidificação a fim de melhorar a eficiência e desempenho dos materiais de modo que a TCE pode ser considerada como um importante objeto da investigação no que diz respeito à solidificação unidirecional de ligas metálicas. Por isso, é necessário entender os mecanismos que levam a essa transição. 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 (GARCIA, 2001).

Essa forma estrutural mista só acontece se for possível nuclear e crescer grãos equiaxiais à frente da interface colunar de crescimento, provocando uma transição entre os modos de crescimento. Os grãos equiaxiais exercem um crescimento competitivo com a frente colunar, de forma que, se os cristais equiaxiais forem pequenos, eles são absorvidos pela frente e passam a crescer de forma colunar dendrítica. Entretanto, se a zona super-resfriada à frente da interface colunar for relativamente grande e com alta densidade de cristais, esses grãos equiaxiais podem formar uma fração volumétrica suficientemente alta a ponto de bloquear o crescimento colunar (CANTÉ, 2009). A Figura 2.7 ilustra a região de transição colunar equiaxial.

Figura 2.7 – Representação esquemática da TCE.



Fonte: Adaptado SANTOS, 2006.

2.3 Técnicas de caracterização para a liga Al3%Cu3%Ni

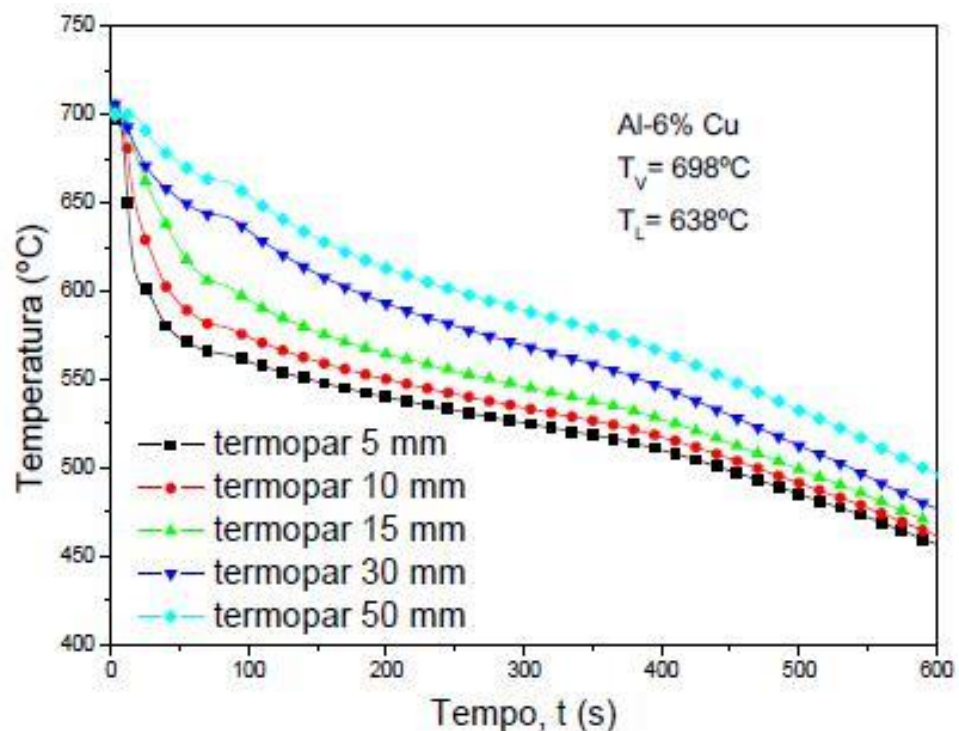
2.3.1 Parâmetros térmicos

A partir das curvas de resfriamentos durante a solidificação unidirecional vertical da liga multicomponente, podemos determinar os parâmetros térmicos tais como a velocidade da isoterma *liquidus* (V_L), a taxa de resfriamento (\dot{T}), e o gradiente de temperatura frente à interface de solidificação (G_L).

2.3.1.1 Perfis térmicos de solidificação

As curvas de resfriamento mostram a variação da temperatura com o tempo à medida que a liga multicomponente vai perdendo energia térmica, ou seja, solidificando-se. Perfis térmicos característicos são obtidos e servem para identificar a temperatura e o instante que as mudanças de fases ocorrem, correlacionando-as com as temperaturas *liquidus* (T_L) e *solidus* (T_S) da curva de resfriamento da matriz (GARCIA, 2007). A Figura 2.8 mostra os perfis térmicos de uma liga binária Al6%Cu.

Figura 2.8 – Curvas experimentais de resfriamento. T_V é a temperatura de vazamento.



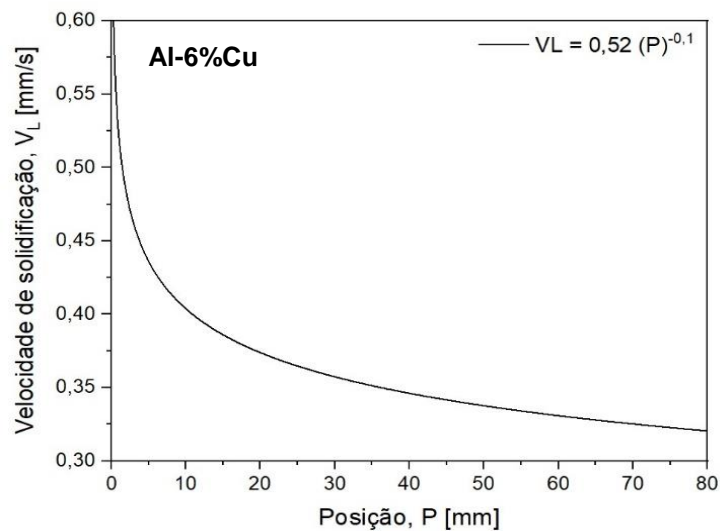
Fonte: POLA et al, 2013.

2.3.1.2 Velocidade da isoterma *liquidus* – V_L

Corresponde à passagem da frente líquida por cada termopar, com a evolução da fase sólida. Esta velocidade de formação de dendritas da fase sólida pode ser determinada ao se igualar a temperatura da ponta da dendritas (interface sólido/líquido) à temperatura *liquidus* (GARCIA, 2007).

A Figura 2.9 mostra a curva V_L de uma liga binária Al6%Cu em função da posição (P) de cada termopar.

Figura 2.9 – Velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus*.



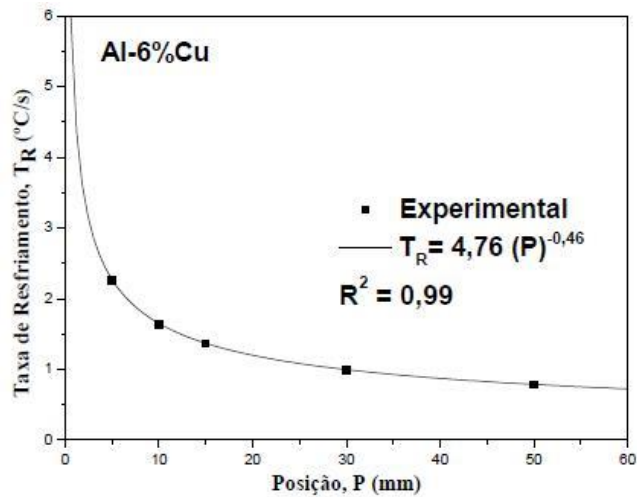
Fonte: POLA *et al*, 2013.

2.3.1.3 Taxa de resfriamento – \dot{T}

A taxa de resfriamento junto à isoterma *liquidus* pode ser definida como a derivada da temperatura em função do tempo. Ela pode ser obtida monitorando a curva de resfriamento no momento da passagem pela temperatura *liquidus* e obtendo-se a derivada nesse ponto (GARCIA, 2007).

A Figura 2.10 mostra a curva \dot{T} de uma liga binária Al6%Cu em função da posição (P) de cada termopar.

Figura 2.10 – Taxa de resfriamento em função da posição a partir da interface metal/molde.



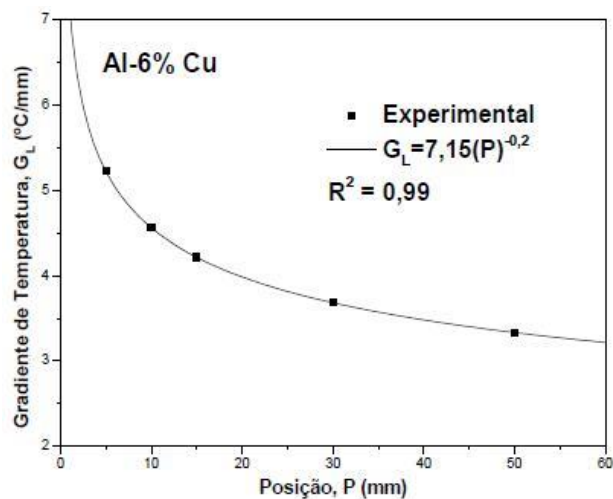
Fonte: POLA *et al*, 2013.

2.3.1.4 Gradiente de temperatura à frente da isoterma *liquidus* – G_L

É a variação da temperatura ao longo do comprimento do lingote. A existência de um gradiente de temperatura durante o processo de solidificação deve-se a diferença de quantidade de calor dissipada, pois para as regiões próximas a interface de extração de calor, o processo de solidificação se inicia primeiro com frente de solidificação a crescer ao longo do tempo, permitindo que existam simultaneamente zonas solidificadas e zonas ainda líquidas, além de zonas mistas (GARCIA, 2007).

A Figura 2.11 mostra a curva G_L de uma liga multicomponente Al6%Cu em função da posição (P) de cada termopar a partir da interface metal/molde.

Figura 2.11 – Gradientes de temperatura.



Fonte: POLA *et al*, 2013.

2.3.2 Metalografia

Metalografia é o ramo a ciência que estuda e interpreta a estrutura interna dos metais e ligas metálicas, relacionando a mesma com a composição química, propriedades físicas e mecânicas dos materiais metálicos. Amplamente utilizada para a avaliação de vazios (rechupes, microrechupes e poros), segregações, estruturas (tamanho e forma dos grãos) inclusões (tipo, tamanho, forma, distribuição), fases e constituintes, defeitos (trincas e fraturas) e extensão de tratamentos superficiais e revestimentos (COPAERT, 2008).

Para Copaert (2008) fazer uso dessa técnica é necessário se ater a alguns critérios como:

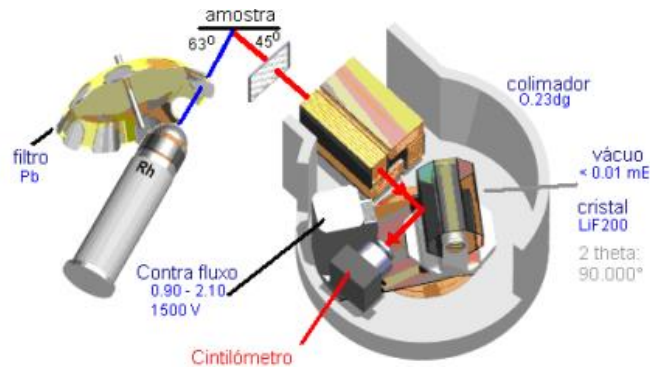
- a) seleção dos corpos de prova – a seção a ser retirada para a metalografia deve ser representativa da peça e é função dos dados e fenômenos a serem analisados. O corte poderá ser longitudinal, transversal ou oblíquo. Os principais métodos usados para o corte, classificados quanto ao grau de alteração da superfície, de forma decrescente, são: químico ou eletrolítico, eletroerosão, abrasão a seco ou a úmido, serragem, cisalhamento e maçarico;
- b) montagem – a montagem metalográfica é necessária para facilitar a preparação, pois as amostras são, em geral, muito pequenas, facilmente desagregáveis, irregulares, porosas. Na montagem devemos possuir uma padronização dos corpos de prova, realizar o lixamento e polimento com aparelhos automáticos, evitar o arredondamento de cantos ou arestas, evitar o rasgamento de lixas de panos de polimento e evitar acidentes com o metalógrafo;
- c) embutimento – é a técnica mais usada para a montagem metalográfica. Pode ser dividida em a quente com a utilização de resinas termoplásticas, acrílicos, resinas termofixas e baquelite. A frio que utiliza resinas autopolimerizantes, epóxi, poliéster e metil metacrilato;
- d) marcação e identificação – na preparação de grande número de amostras em procedimentos experimentais de mestrado e doutorado, é importante a identificação clara e não destrutível das mesmas. As maneiras mais usadas para a identificação são gravador vibratório, gravador com fresa, lápis elétrico e punção;

- e) lixamento – é o corte por grãos abrasivos. O objetivo do lixamento é a remoção de todo o material deformado na etapa de corte obtendo-se, ao final, uma superfície plana e livre de deformações. O lixamento deve ser realizado em papel abrasivo, com a rotação de 90° a cada avanço para a próxima lixa. A sequência usual de lixas é: #100, #220, #320, #400, #600, #1000 mesh;
- f) polimento – o polimento, assim como o lixamento, é o corte por grãos abrasivos. A diferença é que a granulometria dos abrasivos utilizados é menor e varia de 0,25 a 10 µm. Abrasivos: São geralmente usados abrasivos de Alumina (Al₂O₃) ou pasta de diamante. Procedimento manual: O polimento é realizado a partir da rotação da amostra sobre discos cobertos com panos (feltro ou nylon) com uma suspensão abrasiva. O lubrificante mais usado para polimento com pasta de diamante é o álcool ou álcool + 1% de glicerina. Já para polimento com alumina é usado água;
- g) ataque químico – geralmente, uma superfície metálica polida pode ser usada para avaliação de inclusões, trincas, poros e outros defeitos que possam ser identificados e distinguidos sem ataque apropriado. Microestruturas, fases presentes, normalmente precisam de um ataque específico para a sua observação adequada. Ataque: É a dissolução, coloração ou qualquer outro efeito que permita distinguir as diversas fases ou constituintes do material em estudo. O método mais comum é o ataque químico com reagentes apropriados.

2.3.3 Fluorescência de Raios-X – FRX

É uma técnica quantitativa de composição química das amostras. Baseia-se na medida da intensidade de raios-X característicos emitidos no processo de relaxação eletrônica radiativo dos elementos químicos constituintes da amostra. As linhas de raios-X característicos são específicas do número atômico da amostra e, o seu comprimento de onda ou sua energia podem ser utilizados para identificar o elemento que está emitindo a radiação. Após o processo primário de ionização eletrônica, a energia liberada pode estar em forma de fóton, na região de raios-X, ou em forma de elétron, denominado de elétron Auger. Para a medição é utilizado o equipamento de FRX, como indicado na Figura 2.12, que possui uma câmara monocristais, na qual estão posicionados até oito monocristais diferentes (GOLDSTEIN *et al.*, 1992).

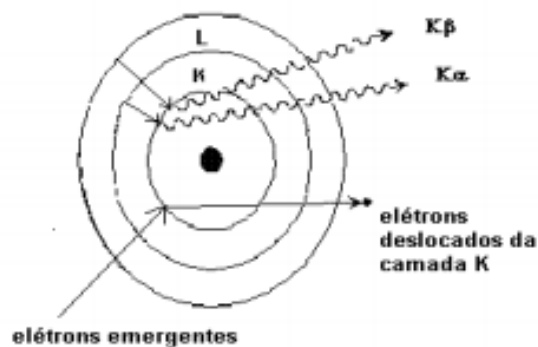
Figura 2.12 – Componentes de um Espectômetro de Fluorescência de Raios – X.



Fonte: GOLDSTEIN *et al.*,1992.

Espectros de raios-X podem ser obtidos para todos os elementos da tabela periódica, com exceção do hidrogênio. Entretanto, a emissão dos primeiros dez elementos de baixo número atômico consiste de bandas na região de baixa energia onde as perdas por absorção na amostra são grandes. Assim, elementos como carbono, oxigênio e nitrogênio são frequentemente determinados por estequiometria (CORBARI *et al.*, 2008). A Figura 2.13 mostra, de forma esquematizada, o processo de excitação de elétrons para produção de raios-X.

Figura 2.13 – Esquema de excitação de elétrons.



Fonte: GOLDSTEIN *et al.*,1992.

Esta análise será aplicada na amostra do lingote da liga de multicomponente com objetivo de confirmar a estequiometria da liga multicomponente, a amostra deverá ser de geometria circular, na faixa de 30 a 40 mm e a superfície que será examinada deverá estar lixada e polida.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Os experimentos de solidificação, caracterização metalográfica e óptica foram realizados no Laboratórios de Fundição, de Metalografia e de Microscopia óptica do bloco de Metalurgia e Engenharia de Materiais no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará – IFPA.

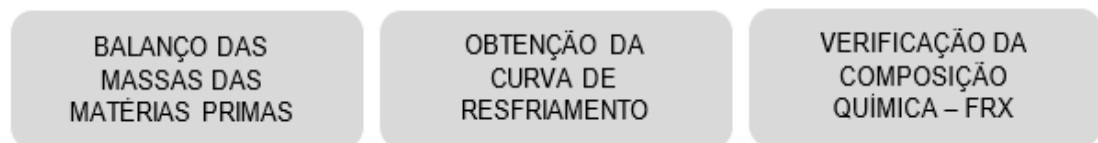
A metodologia experimental foi direcionada da seguinte forma:

- a) preparação das ligas – obtenção dos materiais, cálculo estequiométrico das massas; corte e pesagem dos materiais;
- b) preparação da lingoteira, cadinho e coletor de amostra – montagem da lingoteira, polimento da superfície da chapa molde da lingoteira, aplicação de revestimento refratário nas partes internas do cadinho, lingoteira e coletor de amostras, ajuste dos termopares (união dos condutores térmicos, disposição ao longo da lingoteira e acoplamento ao dispositivo dos registros para o monitoramento dos registros térmicos);
- c) fusão e vazamento – em um forno tipo mufla, os materiais são fundidos e homogeneizado por duas vezes, a primeira é para obtenção dos registros térmicos para a determinação da curva de solidificação da liga (a mesma é resfriada dentro do cadinho onde foi realizada a fusão, em ambiente externo ao forno, com um termopar ao centro da liga fundida) a segunda fusão é para verificação da composição da liga (uma pequena parte do líquido é vazado no coletor de amostra, que após solidificação e preparado de sua superfície, foi verificado a composição da liga por fluorescência de raios – X) e aquisição dos registros térmicos (o restante da liga fundida foi vazado no interior da lingoteira, onde sofreu um resfriamento forçado com solidificação unidirecional ascendente no dispositivo de solidificação; foi acionado o sistema de refrigeração quando o termopar mais próximo a base a ser refrigerada registrar uma temperatura 10% superior a temperatura *liquidus* (T_L); inicia-se os registros dos dados térmicos para arquivo;
- d) aquisição dos dados térmicos – obtenção dos dados térmicos para arquivo; armazenam-se em arquivo digital dos perfis de resfriamento; para destes registros térmicos para determinação das curvas relacionadas aos parâmetros térmicos;

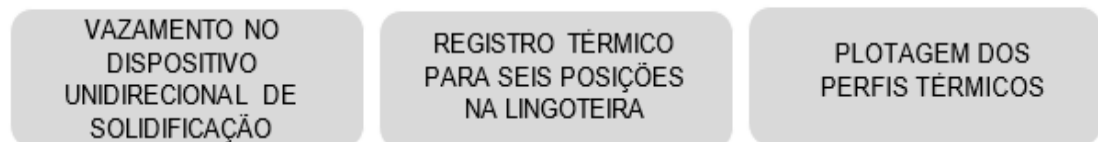
- e) desmoldagem do lingote – após o resfriamento da liga, foi feita a desmoldagem do lingote e da amostra; foi feito um corte longitudinal no lingote e preparação da superfície da face adquirida para obtenção e análise da macroestrutura;
- f) determinação dos parâmetros térmicos – foi determinada as curvas relacionadas aos parâmetros térmicos $P = f(t)$, $V_L = f(P)$, $\dot{T} = f(P)$ e $G_L = f(P)$. O fluxograma da metodologia experimental é apresentado na Figura 3.1.

Figura 3.1 – Fluxograma da metodologia.

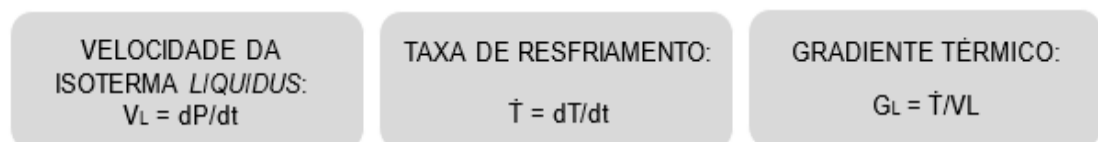
1ª Etapa – PREPARAÇÃO E VAZAMENTO DA LIGA



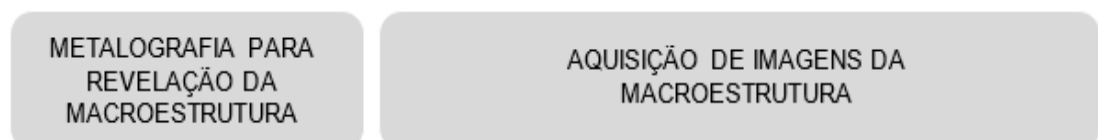
2ª Etapa – OBTENÇÃO DOS PERFIS TÉRMICOS E LINGOTE DA LIGA



3ª Etapa – DETERMINAÇÃO DAS VARIÁVEIS TÉRMICAS



4ª Etapa – CARACTERIZAÇÃO MACROESTRUTURAL

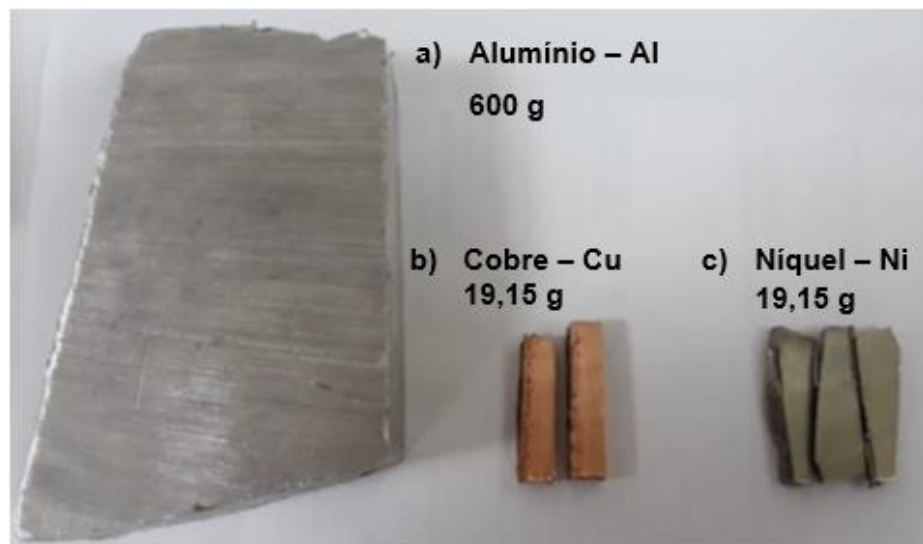


Fonte: Elaborado pelo autor.

3.1 Equipamentos e materiais utilizados

- a) matéria prima – o alumínio, Figura 3.2 (a), o cobre, Figura 3.2 (b) e níquel, Figura 3.2 (c) são materiais com pureza refinada e foram obtidos de maneira comercial no mercado;

Figura 3.2 – Matérias primas utilizadas no experimento.



Fonte: Elaborado pelo autor.

- b) serra de fita – Figura 3.3 (a), fabricada pela Franho, modelo FM 18-S, com refrigeração, para corte dos materiais da matéria prima e do lingote após solidificação do líquido fundido;
- c) balança eletrônica de precisão – Figura 3.3 (b), fabricada pela Marte, modelo BL3200H, com carga máxima 3200 g e carga mínima 0,5 g, resolução e sensibilidade de 0,01 g, utilizada para a pesagem dos materiais puros para a elaboração das ligas multicomponentes;
- d) cadinho de carbetto de silício – Figura 3.3 (c), fabricado pela Carbosil, modelo AS 6, revestido internamente com camada consistente de tinta refratária da Carborundum, modelo QF – 320, para evitar contaminação do metal líquido no processo de fundição, além de contribuir para o aumento da sua vida útil;
- e) forno elétrico tipo mufla – Figura 3.3 (d), para a fundir os materiais dentro do cadinho, fabricado pela Brasimet, com temperatura máxima 1300 °C, com controle externo de temperatura e interior revestido de placas refratárias;

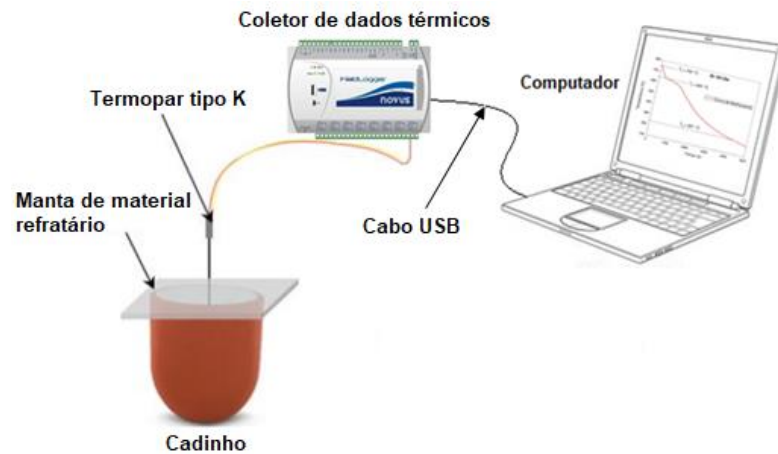
Figura 3.3. Equipamentos utilizados na preparação e fusão das matérias primas: a) Serra Elétrica de Fita; b) Balança Eletrônica de Precisão; c) Cadinho de Carboneto de Silício; d) Forno Elétrico Tipo Mufla.



Fonte: Elaborado pelo autor.

- f) termopares – as temperaturas foram registradas no centro do metal líquido, com o auxílio de termopares tipo K, com bainha em aço inox 304 de 500 mm de comprimento e diâmetro de 1,6 mm;
- g) massa e manta refratária – QF-180 da Carborundum, uma suspensão à base de alumina utilizada para revestimento interno do cadinho, lingoteira e haste, com o objetivo de evitar contaminação das ligas em elaboração. Manta refratária, com área superficial superior ao diâmetro do cadinho, para fazer o isolamento térmico na abertura do mesmo;
- h) aquisição de dados – através do dispositivo coletor de dados térmicos e software específico da fabricados pela Nova, modelo Fieldlogger, devidamente conectado aos termopares e a um notebook, foi feita aquisição dos dados térmicos com leitura direta em seis canais de entrada simultaneamente, todos com diferentes escalas. A Figura 3.4 ilustra esquema de obtenção da curva experimental da liga em estudo.

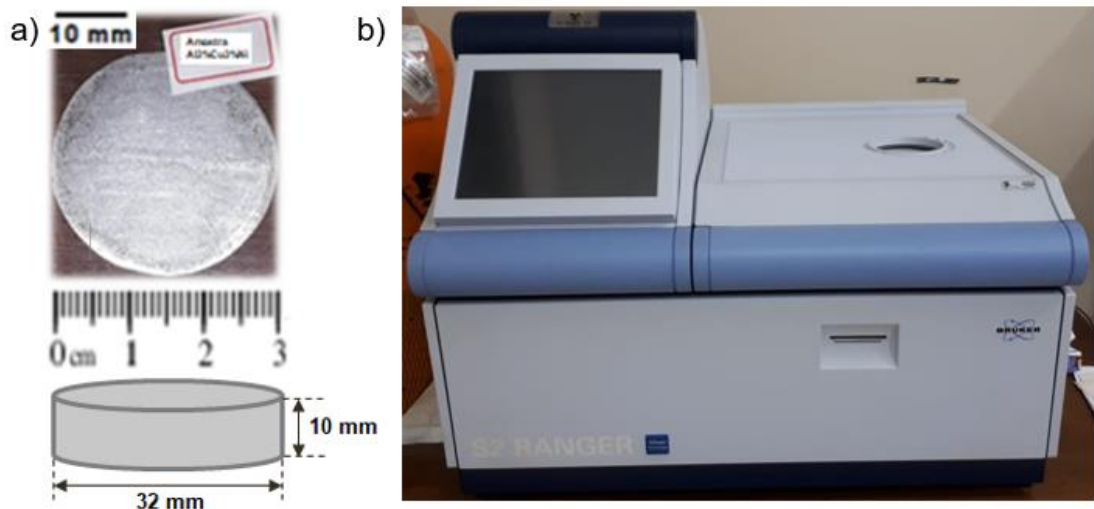
Figura 3.4 – Esquema do procedimento experimental para obtenção da curva de resfriamento da liga Al3%Cu3%Ni.



Fonte: Elaborado pelo autor.

- i) composição química – para a confirmação da composição química da liga produzida, a amostra da mesma, Figura 3.5 (a), devidamente preparada, foi analisada no Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X, fabricado pela Bruker, modelo S2 RANGER AXS GmbH, conforme mostra a Figura 3.5 (b);

Figura 3.5 – a) Amostra representativa b) Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X.

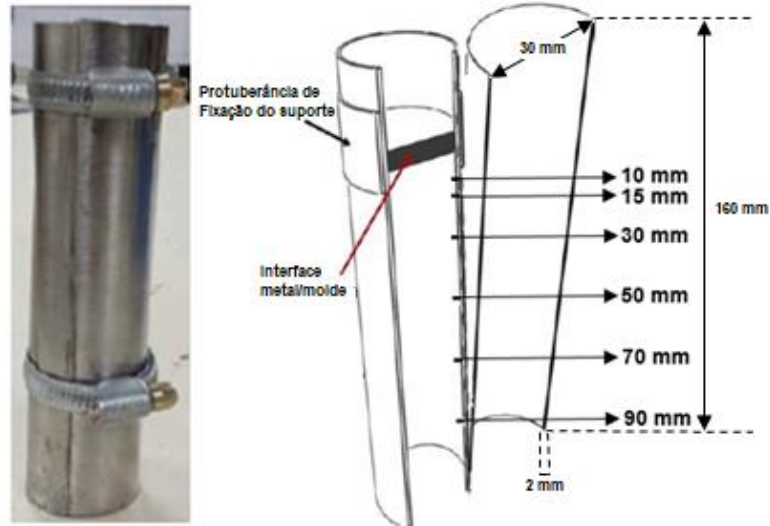


Fonte: Elaborado pelo autor.

- j) lingoteira partida – a lingoteira de aço inoxidável AISI 304, medindo 30 mm de diâmetro interno, altura de 160 mm e 3 mm de espessura da parede, com 06 (seis) pontos para monitoramento da temperatura nas posições 10; 15; 30; 50;

70 e 90 mm. A Figura 3.6 mostra a lingoteira e o seu desenho esquemático com suas descrições

Figura 3.6 – Lingoteira bipartida com seis pontos de monitoramento.



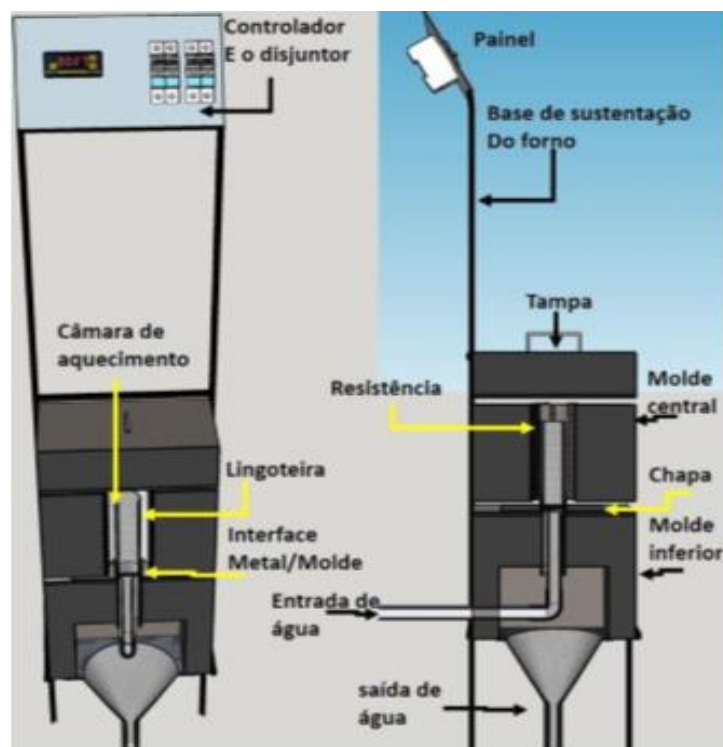
Fonte: Equipe de Pesquisa de Engenharia de Materiais do IFPA.

O metal líquido é monitorizado termicamente, padronizando-se o acionamento do sistema de refrigeração a água. Quando se atinge o superaquecimento de 10 % em relação à temperatura *liquidus* da liga, no termopar mais próximo a base, ou seja, o da posição 10 mm, a refrigeração é acionada. A fonte extratora de calor está fixada na base da lingoteira e possui 3 mm de espessura, serve de meio material para separar a liga metálica do fluido de refrigeração. O sistema completo utilizado no processo de solidificação ascendente deste trabalho encontra-se esquematizado na Figura 2.3 acima;

- k) haste e coletor de amostra em aço – utensílios revestidos com suspensão à base de alumina, a haste para homogeneização, por agitação, da liga fundida e o coletor de amostra para retenção do metal líquido e a solidificação de uma amostra da liga;
- l) lixadeira e lixas – utilização de uma poltriz metalográfica, lixadeira rotativa, de velocidade variável fabricada pela Teclago, modelo PVV e lixas de granulometria #100, #220, #320, #400, #600, e #1200 mesh, utilizados na metalografia do lingote e na preparação da superfície da amostra;

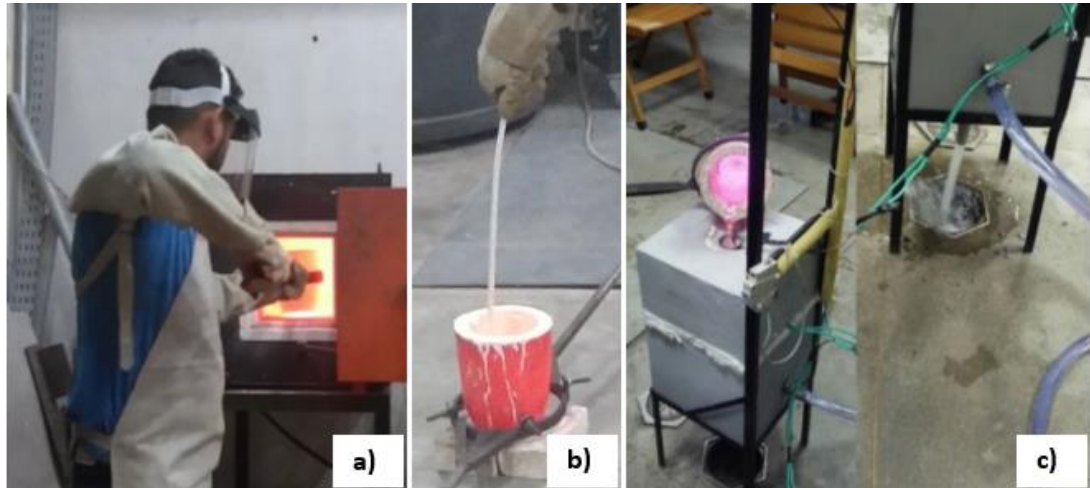
- m) solução de Keller – utilização da solução aquosa ácida com a seguinte composição química: 15 ml HNO_3 , 10 ml HCl , 05 ml HF e 70 ml H_2O , para realizar o ataque químico na superfície do lingote;
- n) luvas e algodão – utilização de luvas plásticas descartáveis para a proteção das mãos durante a aplicação da solução ácida e algodão para aplicar a solução de Keller na face do lingote;
- o) garra metálica – utilizada para introduzir e/ou retirar o cadinho de dentro do forno durante as operações de fusão e vazamento do metal;
- p) dispositivo de solidificação unidirecional ascendente vertical – constituído de resistência elétrica, montadas em uma peça refratária cilíndrica, com potência controlada, para a realização de um processo de solidificação unidirecional vertical no sentido ascendente. A Figura 3.7 ilustra o desenho esquemático do dispositivo, a Figura 3.8 (a) mostra a remoção do cadinho do forno, utilizando-se a garra metálica, com material fundido a uma temperatura de 850 °C. A Figura 3.8 (b) mostra o momento da homogeneização por agitação da liga fundida e a Figura 3.8 (c) mostra o vazamento do metal líquido. A Figura 3.9 ilustra o esquema para obtenção dos dados térmicos durante o processo de solidificação

Figura 3.7 – Desenho esquemático do dispositivo solidificação.



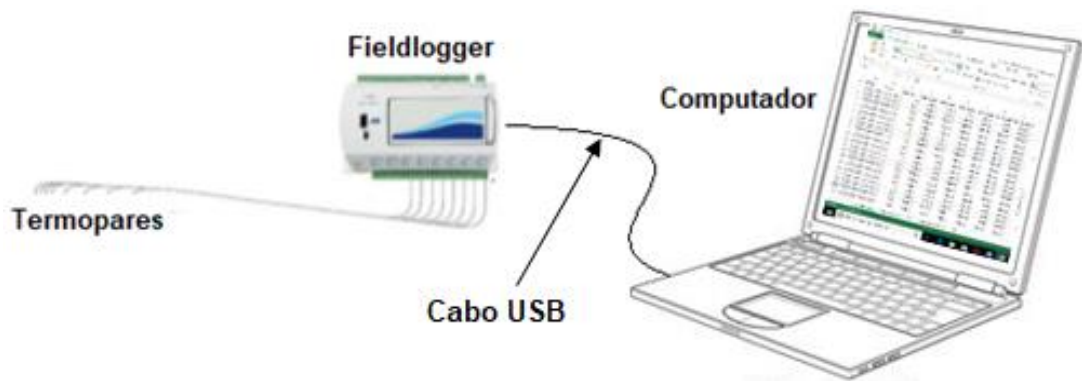
Fonte: Equipe de Pesquisa de Engenharia de Materiais do IFPA.

Figura 3.8 – Etapas do vazamento: a) Remoção do cadinho; b) homogeneização; c) Vazamento da liga Al₃Cu₃Ni



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 3.9 – Esquema para aquisição dos dados térmico, durante a solidificação da liga Al₃Cu₃Ni.

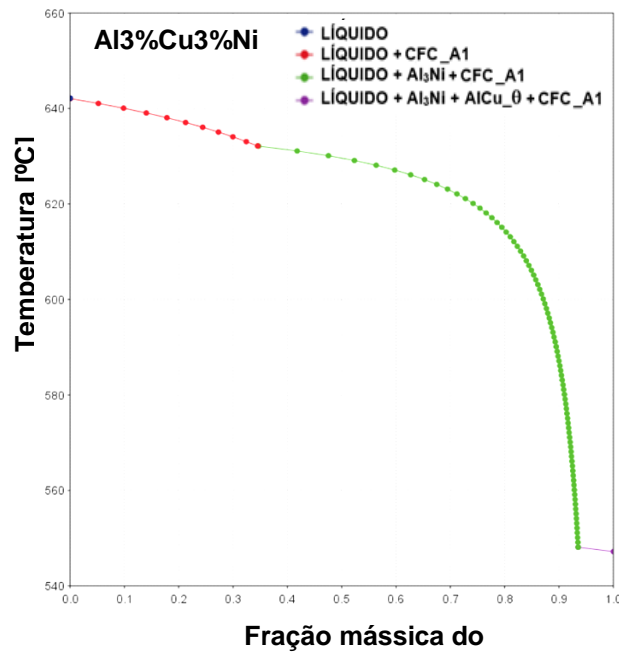


Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2 Caminho da solidificação e diagrama de fases Al-Cu-Ni

A curva de resfriamento teórica, ilustrada na Figura 3.10, caminho da solidificação da liga multicomponente, objeto do estudo, foi determinada pelo software ThermoCalc para condições fora do equilíbrio. A linha do gráfico, onde se inicia a solidificação, temperatura *liquidus* (T_L), possui um valor determinado de 642,3 °C e nas temperaturas 632 °C e 547 °C formam-se fases intermetálicas como Al₃Ni e Al₃Ni.AiCu-θ respectivamente.

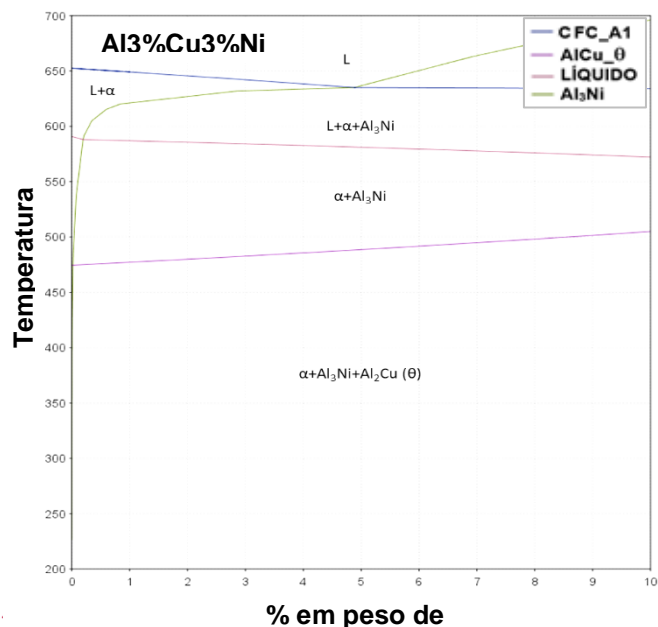
Figura 3.10 – Curva de resfriamento teórica da liga em estudo.



Fonte: Software ThermoCalc.

O diagrama de fases pseudo-binário (Al-Cu) em função do Ni, também determinado pelo termo ThermoCalc, Figura 3.11, mostra as fases que se formam dentro das faixas de temperatura, bem como, o incremento de Ni na composição da liga.

Figura 3.11 – Diagrama de fases pseudo-binário (Al-Cu) em função do Ni.



Fonte: Software ThermoCalc.

3.3 Determinação experimental das variáveis térmicas de solidificação

As variáveis térmicas de solidificação foram determinadas experimentalmente de acordo com os seguintes procedimentos:

- a) a velocidade experimental da isoterma *liquidus* (V_L), foi determinada através da derivada das função $P = f(t)$, ou seja, $V_L = dP/dt$. A função $P = f(t)$ indica o tempo de passagem da isoterma *liquidus* e foram obtidas experimentalmente a partir das interseções da reta da temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares, obtendo-se o tempo correspondente.
- b) a taxa de resfriamento (\dot{T}), foi obtida experimentalmente a partir das interseções das retas de cada temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares, e pelo resultado da derivada de equação obtida através da leitura direta do quociente das temperaturas imediatamente antes e depois da T_L e dos tempos correspondentes, isto é, $\dot{T} = dT/dt$;
- c) o gradiente térmico (G_L), foi obtido pelo quociente da taxa de resfriamento (\dot{T}) e a velocidade experimental da isoterma *liquidus* (V_L), isto é, $G_L = \dot{T}/V_L$.

3.4 Caracterização macroestrutural

Após o resfriamento do lingote, foi feita a desmoldagem mesmo da lingoteira, em seguida efetua-se o seccionamento longitudinal a fim de obter a macroestrutura do lingote. Pode-se afirmar que o experimento de solidificação unidirecional ascendente ocorre adequadamente, quando é obtido a macroestrutura do lingote produzido. A Figura 3.12 mostra o lingote desmoldado da liga Al3%Cu3%Ni.

Figura 3.12 – Lingote produzido e desmoldado da liga Al3%Cu3%Ni.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Com a utilização da serra elétrica de fita, o lingote foi seccionado longitudinalmente ao meio, sendo uma das partes utilizada para caracterização macroestrutural. Para a esta investigação, foi necessário o lixamento da superfície da face adquirida pelo seccionamento e da amostra, com lixas de granulometria #100, #220, #320, #400, #600 mesh, nessa ordem, na lixadeira rotativa. Na troca de lixa, o sentido de lixamento foi rotacionado em 90° em relação aos riscos deixados pela lixa anterior, até alcançar superfície lisa uniforme em todas as etapas de lixamento. Na preparação da amostra para verificação da composição química da liga, o procedimento foi análogo ao da caracterização macroestrutural, adicionando mais uma etapa de lixamento com lixa de granulometria de #1200 mesh.

A superfície lisa do lingote recebeu um ataque químico através de solução de Keller. O tempo de ataque foi de aproximadamente 30". O resultado foi a revelação da macroestrutura, utilizada para conferir a direcionalidade da solidificação, a morfologia estrutural e, principalmente, a verificação da transição colunar/equiaxial (TCE). A Figura 3.13 (a) mostra o corte longitudinal do lingote, a Figura 3.13 (b) o lixamento da face obtida e a Figura 3.13 (c) o ataque químico na face lisa.

Figura 3.13 – Etapas da metalografia: a) Corte longitudinal do lingote, b) Lixamento da face obtida do seccionamento, c) Ataque químico na superfície lisa do lingote.



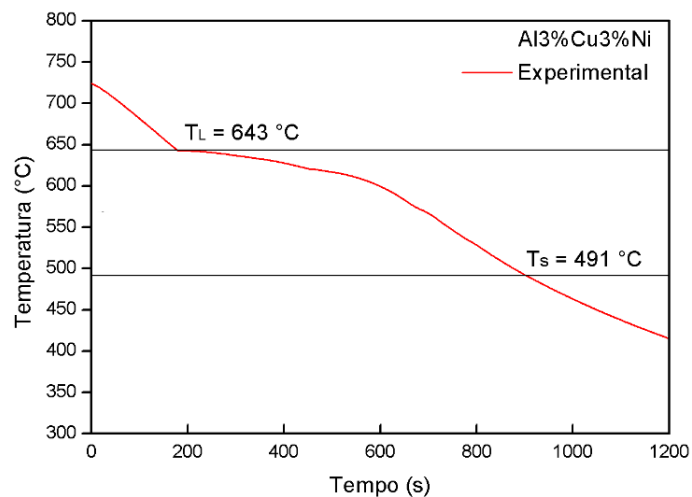
Fonte: Elaborado pelo autor.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Curva de resfriamento experimental

A curva experimental obtida, Figura 4.1, foi possível comparar os valores das temperaturas *liquidus* e *solidus*, T_L e T_S , respectivamente da liga Al3%Cu3%Ni, com aquelas especificadas pela curva de resfriamento teórica, Figura 3.10 acima.

Figura 4.2 – Curva de resfriamento experimental da liga Al3%Cu3%Ni.



Fonte: Elaborado pelo autor.

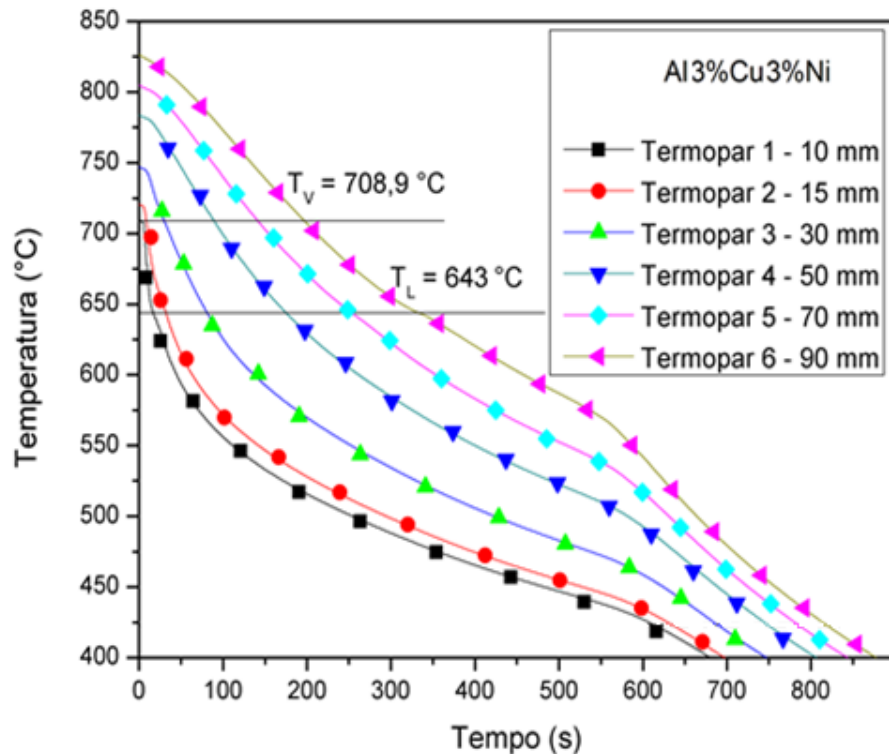
A temperatura *liquidus* (T_L) da liga Al3%Cu3%Ni foi de 643 °C no procedimento experimental, houve acréscimo de 0,7 °C em relação a T_L teórica, porém a temperatura *solidus* (T_S) foi de 491 °C, houve um acréscimo de 10 °C em relação T_S teórica. Os resultados experimentais aproximaram-se dos teóricos, isto indica, que os procedimentos de preparação das massas das matérias primas e a fusão dos mesmos foram executadas com precisão.

4.2 Perfis da solidificação

Durante a solidificação unidirecional vertical ascendente com refrigeração forçada foram registrados temperaturas distintas por cada termopar, posicionados ao longo do lingote, nas posições 10, 15, 30, 50, 70 e 90 mm, distantes da chapa/molde, com estes registros foram feitos os perfis deste tipo de solidificação, em função do tempo e temperatura, bem como, foi determinada a temperatura de vazamento (T_V) de 708,9 °C, 10 % acima da temperatura que se inicia a mudança de estado líquido

para o sólido ($T_L = 643 \text{ }^\circ\text{C}$), com registros de T_s no termopar 1 de $425 \text{ }^\circ\text{C}$ e termopar 6 de $481 \text{ }^\circ\text{C}$, mostrados na Figura 4.3.

Figura 4.3 – Perfis da solidificação da liga Al3%Cu3%Ni.

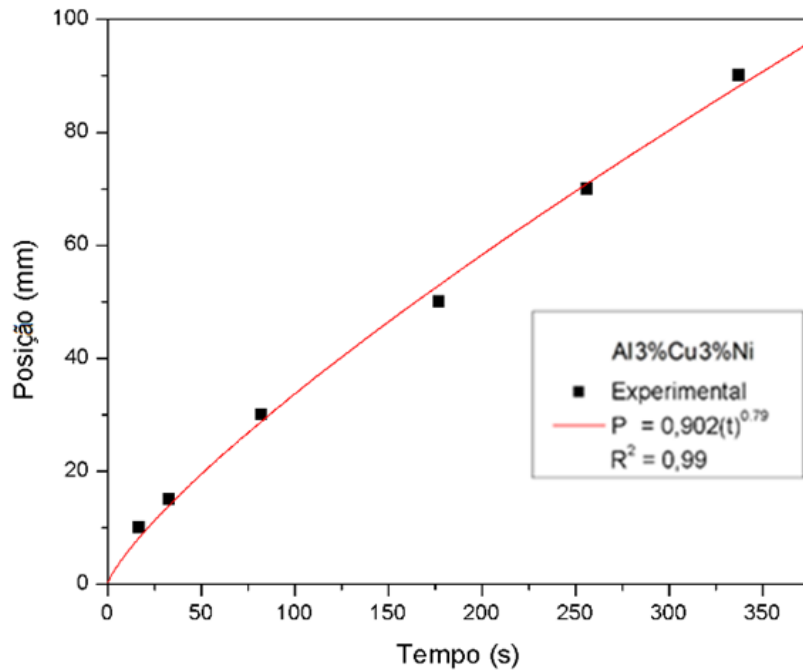


Fonte: Elaborado pelo Autor.

4.3 Velocidade da isoterma *liquidus* (V_L)

A velocidade da isoterma *liquidus* experimental (V_L) no processo de solidificação unidirecional vertical ascendente da liga Al3%Cu3%Ni, foi determinada derivando-se a função $P = f(t)$, obtida experimentalmente através dos registros térmicos registrados, em cada termopar, no momento em que a curva de resfriamento ultrapassa a T_L da liga Al3%Cu3%Ni, isto é, $V_L = dP/dt$. A Figura 4.4 mostra os instantes que ocorreu essa ultrapassagem.

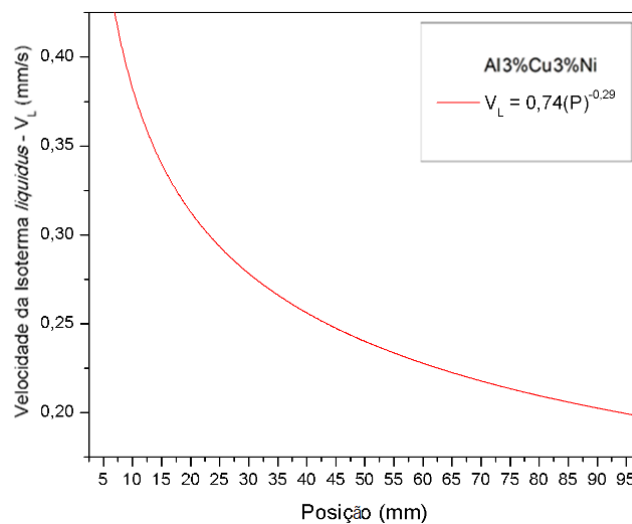
Figura 4.4 – Instantes em que as curvas do resfriamento da liga estudada ultrapassam a T_L .



Fonte: Elaborado pelo Autor.

Há uma diminuição da velocidade da isoterma *liquidus* para as posições mais distantes da base, onde ocorreu o arrefecimento forçado. A função experimental da $V_L = f(P)$ foi determinada através da obtenção da relação funcional, a qual descreve a posição e a velocidade da isoterma *liquidus* com o tempo. No gráfico da Figura 4.5, verifica-se que os instantes iniciais exercem um papel fundamental na cinética do processo de solidificação.

Figura 4.5 – Velocidade da isoterma *liquidus* (V_L) da liga Al3%Cu3%Ni.

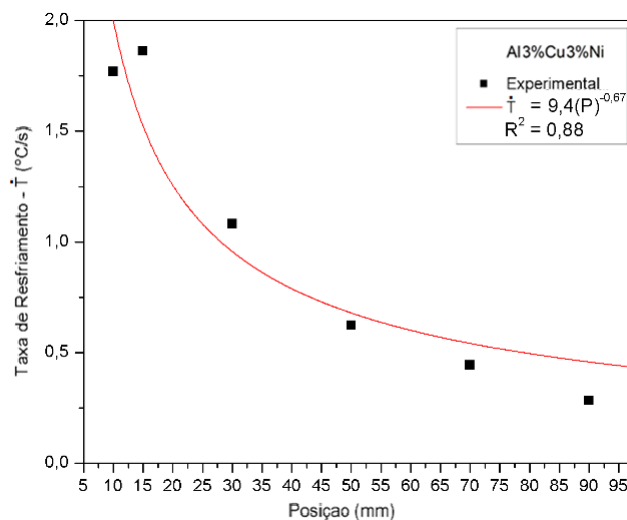


Fonte: Elaborado pelo Autor.

4.4 Taxa de resfriamento (\dot{T})

Obtidas experimentalmente nas posições 10, 15, 30, 50, 70 e 90 mm, determinadas pelo cálculo da inclinação das curvas de resfriamento ao transpassar a isoterma *liquidus* (T_L) e dos tempos correspondentes, isto é, $\dot{T} = dT/dt$. A relação funcional que descreve a evolução da taxa de resfriamento no momento de passagem da isoterma *liquidus* com a posição para a liga Al3%Cu3%Ni, a tendência de estabilização com uma diminuição progressiva dessa variável acima de 50 mm da interface metal/molde e valores dos instantes iniciais, que são relevantes para a caracterização da cinética de solidificação, são mostrados no gráfico da Figura 4.6.

Figura 4.6 – Taxas de resfriamento da liga Al3%Cu3%Ni.



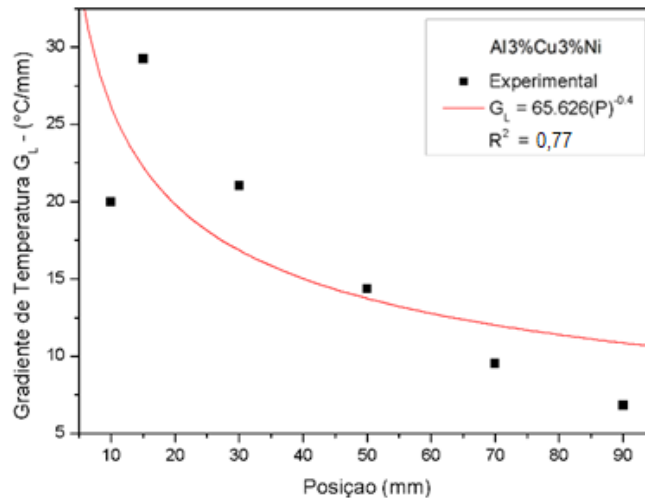
Fonte: Elaborado pelo Autor.

4.5 Determinação do gradiente de temperatura (G_L)

O gradiente térmico no líquido junto a isoterma *liquidus*, ou seja, o gradiente de temperatura (G_L) é o avanço da interface da frente de solidificação em direção ao líquido. O G_L foi obtido a partir da relação teórica das funções das velocidades e das taxas de resfriamento experimentais da liga Al3%Cu3%Ni, ou seja, $G_L = \dot{T}/V_L$. Os resultados obtidos mostram valores elevados de velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* e de taxa de resfriamento mais próximos a chapa/molde, com diminuição progressiva em direção ao topo do lingote, isto ocorre porque, durante a evolução da solidificação da liga, há um aumento gradativo da resistência térmica. No

gráfico da Figura 4.7, podemos observar que a interface da frente de solidificação em direção ao líquido diminui à medida que se distancia da base refrigerada do lingote da liga Al3%Cu3%Ni, solidificada no dispositivo unidirecional vertical ascendente.

Figura 4.7 – Gradiente de temperatura ao longo do lingote da liga Al3%Cu3%Ni.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

4.6 Composição química da liga e análise de sua macroestrutura

Durante o processo o de vazamento da liga multicomponente Al3%Cu3%Ni, foi retirada, em um dispositivo coletor, uma amostra medindo 32 mm de diâmetro e 10 mm de altura, em que uma de suas faces foi devidamente preparada, conforme descrito no subtópico 3.4.2, para verificação da composição química da liga via espectrometria por fluorescência de raios-X. A amostra da liga deve ser protegida com filme plástico, para que não seja contaminada, o que poderia interferir nos resultados da análise. A Tabela 4.1 mostra os resultados obtidos da composição química da liga Al3%Cu3%Ni.

Tabela 4.1 – Composição química da liga Al3%Cu3%Ni após solidificação unidirecional vertical ascendente.

Liga	Elementos de Liga [%p]			
	Al	Fe	Cu	Ni
0,94Al - 0,03Cu - 0,03Ni	0,93717	0,001421	0,030839	0,03057

Fonte: Elaborado pelo Autor.

Os valores obtidos estão coerentes com os valores estabelecidos neste projeto, embora, se tenha evidenciado um teor de ferro, o mesmo é justificado durante a produção do lingote de alumínio, uma das matérias primas deste trabalho.

Após procedimentos metalográficos, com obtenção da macroestrutura da liga Al3%Cu3%Ni, foi possível confirmar a direção do deslocamento da isoterma *liquidus*, a unidirecionalidade de extração de calor a partir da base refrigerada, por meio da verificação do crescimento de grãos colunares, a partir da base refrigerada, bastante refinados e que são predominantes ao longo do comprimento da face de todo o lingote, porém, sem ocorrência da Transição Colunar/Equiaxial (TCE). Na Figura 4.9, podemos observar ausência da TCE, mas também, as ausências de grãos equiaxiais e da zona coquilhada próximo a superfície do lingote, região de contato com a lingoteira onde geralmente ocorre o surgimento desta zona.

Figura 4.9 – Macroestrutura do lingote da liga Al3%Cu3%Ni.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

5 CONCLUSÕES

As solidificações da liga multicomponente Al3%Cu3%Ni, uma com resfriamento natural e a outra unidirecional vertical ascendente, com refrigeração forçada à água, vazada com um superaquecimento na lingoteira do dispositivo deste tipo de solidificação, foram realizadas com precisão, haja vista, que no primeiro resfriamento foi obtido o caminho da solidificação da liga possui coerência com a curva teórica desta liga, no segundo resfriamento em que a transferência de calor foi exclusivamente por condução térmica, foi possível obter registros térmicos do processo, fundamentais para a determinação dos parâmetros térmicos da liga em estudo, bem como, foi possível a produção de um lingote cilíndrico, medindo 30 mm de diâmetro e 135 mm de comprimento.

Dos registros térmicos foram obtidos os parâmetros térmicos V_L , \dot{T} e G_L , nos pontos 10, 15, 30, 50, 70 e 90 mm e as funções das curvas de tendência destes parâmetros como a velocidade da isoterma *liquidus* [$V_L = 0,757(P)^{-0,37}$], taxa de resfriamento [$\dot{T} = 35,37(P)^{-0,65}$] e o gradiente de temperatura [$G_L = 65,626(P)^{-0,65}$] da liga Al3%Cu3%Ni.

Os parâmetros térmicos V_L e \dot{T} diminuem com o avanço da isoterma *liquidus*, em razão do aumento da resistência térmica imposta pelo avanço da interface sólido/líquido, contudo, o uso do fluido de refrigeração impõe elevados valores destes parâmetros no início da solidificação, próximo à base refrigerada, o que favoreceu a formação de grãos colunares de direções cristalográficas bem definidas ao longo do comprimento da face de todo o lingote em detrimento dos grãos equiaxiais. Não houve a presença de grãos coquilhados na macroestrutura da liga multicomponente Al3%Cu3%Ni, bem como, a não ocorrência da Transição Colunar/Equiaxial (TCE).

REFERÊNCIAS

BARROS, A. S. **Solidificação horizontal das ligas Al-3%Cu e Al-3%Cu-0,5%Mg: estrutura dendrítica, microdureza, resistência à corrosão e aplicação do tratamento térmico t6 na liga ternária.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Pará, Belém, Pará, 2018.

CALLISTER, W. **Ciência e Engenharia de Materiais - uma introdução.** 8 Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CAMPOS FILHO, M.P.; DAVIES, G.J. **Solidificação e fundição de metais e suas ligas.** Rio de Janeiro: Livros técnicos e científicos, 1978. 129 p.

CANTÉ, M. V, **Solidificação transitória, microestrutura e propriedades de ligas Al-Ni.** Tese (doutorado) - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns.** 4ª Edição, Editora Edgard Blücher Ltda, São Paulo – 2008.

DANTAS, P. P. **Caracterização de Ligas Hipereutéticas de Al-Ni Solidificadas Unidirecionalmente.** Dissertação de Mestrado. Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama – Brasília – 2014.

GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações.** São Paulo: Unicamp, 2001.

GARCIA, A. **Influência das variáveis térmicas de solidificação na formação da macroestrutura e da microestrutura e correlação com propriedades decorrentes.** São Paulo: Unicamp, Projeções, v.23, p. 13-32, jan / dez, 2005.

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações.** São Paulo: Unicamp, 2007.

GOLDSTEIN, J. I.; NEWBURY, D. E.; ECHIL P; JOY, D. C.; ROMIG JR, A. D.; LYMAN, C. E.; FIORI, C.; LIFSHIN, E. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. New York: Plenum Press; 1992.

GOULART, P. R. **Variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas hipoeutéticas Al-Si**. Tese (Doutorado) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

KUBASKI, E.; CINTHO, O.; CAPOCCHI, J. **Formação de nial promovida por meio de moagem de alta energia**. São Paulo, v.4, n.4, p. 27-31, 2008.

NASCIMENTO, L.G. **Estudo das Propriedades Mecânicas de Ligas Hipoeutéticas Al-Ni Solidificadas Unidirecionalmente em Condições Transitórias de Fluxo de Calor**. Dissertação de mestrado, Instituto de Tecnologia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará, Belém – 2011.

OSÓRIO, W. R. et al. **Mechanical Properties as Function of Thermal Parameters and Microstructure of Zn-Al Castings**. Journal of Materials Processing Technology, v. 143, p. 703-709, 2003.

PERES, M. D. **Desenvolvimento da Macroestrutura e Microestrutura na Solidificação Unidirecional Transitória de Ligas Al-Si**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade de Campinas, Campinas, 2005.

POLA, A.; MONTESANO, L.; GELFI, M.; ROBERTI, R. **Semisolid processing of Al-Sn-Cu alloys for bearing applications**. Solid State Phenomena Vols. 192-193, p. 562-568, 2013.

QUARESMA, J. M. V.; SANTOS, C. A.; GARCIA, A. **Correlation between unsteady-state solidification conditions, dendrite spacings and mechanical properties**. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 31A, p.3167-3178, 2000.

ROCHA, O. F. L. **Análise Teórico-Experimental da Transição Celular/Dendrítica e da Evolução da Morfologia Dendrítica na Solidificação Unidirecional em Condições de Fluxo de Calor Transitório.** Tese (Doutorado) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2003.

SANTOS, R. G. **Transformação de fases em materiais metálicos.** Campinas, SP: Editora da Unicamp, 432 p, 2006.

SIQUEIRA, C. A. **Influência de parâmetros térmicos de solidificação na transição colunar/ equiaxial,** 2002. Tese (Doutorado) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002.

SPINELLI, J E. **Influência da Convecção no Líquido nas Variáveis Térmicas e Estruturais na Solidificação Descendente de Ligas Sn-Pb.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade de Campinas, Campinas, 2005.