



Universidade Federal da Paraíba

Centro de Tecnologia

Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica

Doutorado



**A INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO E PRESSÃO
NAS LIGAS Al-Fe E Al-Fe-Si SOLIDIFICADAS SOB PRESSÃO:
TAXA DE RESFRIAMENTO MICROESTRUTURA, RESISTÊNCIA
MECÂNICA E CORROSÃO**

Por

Robson Andrade de Lima

Tese de Doutorado apresentada à Universidade Federal da
Paraíba para obtenção do grau de Doutor.

João Pessoa – Paraíba

Julho, 2019.

ROBSON ANDRADE DE LIMA

**A INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO E PRESSÃO
NAS LIGAS Al-Fe E Al-Fe-Si SOLIDIFICADAS SOB PRESSÃO:
TAXA DE RESFRIAMENTO MICROESTRUTURA, RESISTÊNCIA
MECÂNICA E CORROSÃO**

Tese submetida ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia
Mecânica – PPGEM – da
Universidade Federal da Paraíba,
em cumprimento às exigências para
obtenção para obtenção do título de
Doutor.

Orientadora: Prof. Dra. Danielle Guedes De Lima Cavalcante

Coorientador: Prof. Dr. Cláudio Alves de Siqueira Filho

João Pessoa – Paraíba

Julho, 2019



Universidade Federal da Paraíba

Centro de Tecnologia

Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica

Doutorado



**A INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO E PRESSÃO
NAS LIGAS Al-Fe E Al-Fe-Si SOLIDIFICADAS SOB PRESSÃO:
TAXA DE RESFRIAMENTO MICROESTRUTURA, RESISTÊNCIA
MECÂNICA E CORROSÃO**

Por

Robson Andrade de Lima

Tese de Doutorado apresentada à Universidade Federal da
Paraíba para obtenção do grau de Doutor.

João Pessoa – Paraíba

Julho, 2019.

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

L732i Lima, Robson Andrade de.

A INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO E PRESSÃO NAS
LIGAS Al-Fe E Al-Fe-Si SOLIDIFICADAS SOB PRESSÃO: TAXA
DE RESFRIAMENTO MICROESTRUTURA, RESISTÊNCIA MECÂNICA E
CORROSÃO / Robson Andrade de Lima. - João Pessoa, 2019.
116f. : il.

Orientação: Danielle Guedes De Lima Cavalcante.

Coorientação: Cláudio Alves de Siqueira Filho.

Tese (Doutorado) - UFPB/Tecnologia.

1. Solidificação Sob Pressão, Ligas Al-Fe e Al-Fe-Si.

I. Cavalcante, Danielle Guedes De Lima. II. Siqueira
Filho, Cláudio Alves de. III. Título.

UFPB/BC

**A INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO E
PRESSÃO NAS LIGAS Al-Fe E Al-Si SOLIDIFICADAS SOB
PRESSÃO: TAXA DE RESFRIAMENTO, MICROESTRUTURA,
RESISTÊNCIA MECÂNICA E CORROSÃO**

por

ROBSON ANDRADE DE LIMA

Tese aprovada em 31 de julho de 2019

Danielle Guedes de Lima Cavalcante
Prof. Dr. DANIELLE GUEDES DE LIMA CAVALCANTE

Orientadora - UFPB

Claudio Alves de Siqueira Filho
Prof. Dr. CLAUDIO ALVES DE SIQUEIRA FILHO

Coorientador

Rodinei Medeiros Gomes
Prof. Dr. RODINEI MEDEIROS GOMES

Examinador Interno - UFPB

Josinaldo Pereira Leite
Prof. Dr. JOSINALDO PEREIRA LEITE

Examinador Interno - UFPB

Tibério Andrade dos Passos
Prof. Dr. TIBÉRIO ANDRADE DOS PASSOS

Examinador Externo - UFPB

Bruno Alessandro Silva Guedes de Lima
Prof. Dr. BRUNO ALESSANDRO SILVA GUEDES DE LIMA

Examinador Externo - UFPB

Bismarck Luiz Silva
Prof. Dr. BISMARCK LUIZ SILVA

Examinador Externo - UFRN

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Francisco Solange de Lima e Hilda de Andrade de Lima, pelo apoio e incentivo em todas as horas de estudo.

Aos meus irmãos, que sempre estão ao meu lado nas eventuais dificuldades.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu pai e minha mãe, cuja fé em mim me ensinou a ter fé em mim mesmo e em Deus.

Aos meus orientadores Prof. Dr. Cláudio Alves de Siqueira Filho e Prof^a. Dr^a. Danielle Guedes De Lima Cavalcante, pela oportunidade, paciência, orientação e incentivo que tornaram possível a conclusão desta tese, principalmente ao Professor Cláudio pelos conselhos de vida.

Aos professores Prof. Dr. Bismarck Luiz Silva – UFRN e Crystopher Cardoso De Brito – UNICAMP, sem suas parcerias seria impossível a finalização desta tese.

A Mônica Rodrigues técnica administrativa do PPGEM, por sempre resolver quaisquer dificuldades enfrentadas por mim, nunca perdendo a fé em minha capacidade.

Agradeço também a todos os professores que me acompanharam durante a graduação, mestrado e doutorado em especial ao Prof. Dr. Tadeu Antônio de Azevedo Melo da UFPB-CT-Dep. Engenharia de Mecânica, Prof. Dr. Tibério Andrade Passos da UFPB-CT-Dep. Engenharia de Matérias. Prof. Dr. Ieverton Caiandre Andrade Brito da UFPB-CT-Dep. Engenharia de Matérias, Prof. Dr. Rodinei Medeiros Gomes UFPB-CT-Dep. Engenharia Mecânica.

Aos meus amigos Eduardo Reis, Fernando, Regina e Ronaldo, Alfredo, Ivanilda, Danusa, Vinícius e Rebeka, por toda ajuda que me deram durante a minha pesquisa, que Deus os abençoe.

Ao meu parceiro de doutorado Me. Diego Ferreira que colaborou para a conclusão deste trabalho.

A toda equipe do LSR-UFPB, principalmente ao David meu parceiro de estudo.

Aos técnicos dos laboratório do departamento de Engenharia de Materiais, e principalmente ao Herickson Santos pelo apoio na minha tese.

Ao Centro Nacional de Pesquisa (CNPq) e a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) , que me contribuiu com uma bolsa de doutorado, que me ajudou plenamente na minha manutenção e compra de materiais vinculados a pesquisa do meu doutorado.

A INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO E PRESSÃO NAS LIGAS Al-Fe E Al-Fe-Si SOLIDIFICADAS SOB PRESSÃO: TAXA DE RESFRIAMENTO MICROESTRUTURA, RESISTÊNCIA MECÂNICA E CORROSÃO

RESUMO

O Solidificação sob pressão é um processo que consiste em vaziar um material líquido e introduzir uma pressão no sistema, é um dos processos de fundição que pode resultar nas mais altas propriedades mecânicas atingíveis. O objetivo deste trabalho é analisar a influência da taxa de resfriamento e da pressão para o processo de solidificação sob pressão nas ligas hipoeutéticas do sistema Al-Fe, e ternárias Al-Fe-Si, e correlacionar com a microestrutura, dureza Vickers, limite de resistência a tração e corrosão. As curvas de resfriamento foram obtidas com o mapeamento experimental através de termopares devidamente inseridos tanto no metal como no molde, através destes dados podemos traçar as curvas dos perfis térmicos e taxas de resfriamento na solidificação sob pressão. O experimento foi realizado com as ligas diluídas do sistema alumínio ferro com as seguintes composições Al-1%Fe; Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e a liga ternária Al-1,0%Fe1,0%Si com as pressões variando de ambiente 50, 100 e 150 MPa. Em seguida foram realizados ensaios microestruturais, microdureza Vickers, limite de resistência a tração e corrosão onde os resultados obtidos mostraram de uma forma geral que com o aumento da pressão ocorre uma diminuição dos defeitos, um aumento da taxa de resfriamento, um aumento do limite de resistência a tração, um aumento do processo de corrosão, assim como uma estrutura basicamente celular corroborando com alguns trabalhos de ligas hipoeutéticas de Al-Fe.

Palavras-chave: Solidificação Sob Pressão, Ligas Al-Fe e Al-Fe-Si, Microestrutura, Propriedades Mecânicas.

THE INFLUENCE OF THE COMPOSITION AND PRESSURE VARIATION IN THE AL-Fe AND Al-Fe-Si ALLOYS SOLIDIFIED UNDER PRESSURE: MICRO STRUCTURE COOLING RATE, MECHANICAL RESISTANCE AND CORROSION

ABSTRACT

Squeeze Casting is a process that involves pouring a liquid material and introducing a pressure into the system, it is one of the casting processes that can result in the highest attainable mechanical properties. The objective of this work is to analyze the influence of the cooling rate and pressure for the solidification process under pressure in the al-Fe alloys and Al-Fe-Si ternary alloys, and to correlate with the microstructure, Vickers hardness, tensile strength and corrosion. The cooling curves were obtained with the experimental mapping through thermocouples duly inserted in both the metal and the mold, through these data we can trace the curves of the thermal profiles and cooling rates in the solidification under pressure. The experiment was carried out with the dilute aluminum alloy iron alloys with the following Al-1% Fe compositions; Al-1.5% Fe, Al-1.8% Fe and the ternary alloy Al-1.0% Fe-1.0% Si with pressures ranging from ambient to 50, 100 and 150 MPa. Afterwards, microstructural tests, Vickers microhardness, tensile strength and corrosion tests were carried out, in which the results obtained showed in general that a decrease in defects, an increase in the cooling rate, an increase in the tensile strength, an increase in the corrosion process, as well as a basically cellular structure corroborating some works of Al-Fe hypoeutectic alloys.

Keywords: Squeezee Casting, Al-Fe and Al-Fe-Si Alloys, Microstructure, Mechanical Properties

SUMÁRIO

CAPÍTULO I.....	01
1. INTRODUÇÃO.....	01
1.2 Objetivos Gerais Do Trabalho.....	03
1.2.1 Objetivos Específicos	03
CAPÍTULO II	04
2. REVISÕES	04
2.1. Considerações Iniciais	04
2.2 Ligas Al-Fe.....	04
2.3 Ligas Al-Fe-Si.....	06
2.3 Solidificação.....	08
2.3.1 Nucleação E Crescimento.....	11
2.4.2 Crescimento Planar, Celular E Dendrítico.....	11
2.3 Macroestrutura De Solidificação.....	13
2.4 Transferência De Calor.....	15
2.5 - Técnicas para Caracterização da Resistência à Corrosão de Ligas Metálicas	17
2.5.1 - Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS)	17
2.5.2 - Polarização	20
2.6 Solidificação sob Pressão.....	22
2.6.1 Mecanismos Do Processo Solidificação Sob Pressão.....	22
2.6.2 Parâmetros Do Processo	23
2.6.3 Defeitos e Métodos De Prevenção.....	26
CAPÍTULO III.....	28
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	28
3.1 Planejamento experimental.....	28
3.2 Equipamentos e acessórios utilizados para obtenção e análise das ligas.....	30
3.3 Acessórios E Equipamentos Para Aquisição Dos Dados Térmicos.	31
3.4 Equipamento Utilizados Para A Determinação Da Microestrutura, Microdureza.....	32
3.5 Obtenção Das Ligas.....	33

3.6 Determinação Dos Perfis Térmicos E Das Taxas De Resfriamento Da Solidificação.....	36
3.7 Procedimento Para Análise Macroscópica	37
3.8 Procedimento para Análises de Espaçamentos celulares e Microdureza Vickers.....	38
3.9 Procedimento para a Análises do Limite de Resistência a Tração (LRT)	39
3.10 Procedimento para a Análises de Corrosão.....	40
CAPÍTULO IV.....	42
4. RESULTADOS E DISCURSSÕES.....	42
4.1 Considerações Iniciais.....	42
4.3 Macroestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1,0%Fe.....	42
4.3 Macroestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1,5%Fe.....	44
4.4 Macroestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1,8%Fe.....	46
4.5 Macroestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1,0%Fe1,0%Si.....	47
4.6 Perfil Térmico Das Ligas Al-Fe.....	49
4.6.1 Ligas Al-1%Fe.....	49
4.6.2 Liga Al-1,5%Fe.....	51
4.6.3 Liga Al-1,8%Fe.....	52
4.6.4 LIGA Al-1,0%Fe-1,0%Si	53
4.7 Taxas De Resfriamento Das Ligas Al-Fe E Al-Fe-Si.....	55
4.7.1 Ligas Al-1%Fe.....	55
4.7.2 Liga Al-1,5%Fe.....	57
4.7.3 Liga Al-1,8%Fe.....	58
4.7.4 Liga Al-1,0%Fe-1,0%Si.....	59
4.8 Microestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1%Fe.....	61
4.9 Espaçamentos Celulares (λ_c)	68
4.10 Caminhos de solidificação das ligas Al-1,0%Fe Al-1,5%Fe Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe1%Si.....	74
4.11 Morfologia Microestrutural das ligas Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe Al-1,8%Fe Al-1,0%Fe-1,0%Si utilizando o MEV, DRX e EDXS.....	77
4.12 Microanálise no MET-Espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDXS).....	81

4.13 Propriedades mecânicas das ligas de Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe Al-1,0%Si solidificadas sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa.....	84
4.13.1 Microdureza Vickers Hv.....	84
4.13.2 Limite de resistência a tração das ligas Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe-1,0%Si	87
4.13.3 Análise das Fraturas dos Corpos de Prova dos Ensaios de Resistência à Tração.....	92
4.14 Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE)	98
4.14.1 Liga Al-1%Fe-1%Si.....	102
CAPÍTULO V.....	106
5.1 CONCLUSÕES	106
5.2 Sugestões Para Trabalhos Futuros	108
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	109

LISTA DE FIGURA

Figura 2.1 – Diagrama de equilíbrio Al-Fe a) Ampliado Al-1%Fe à Al-2,0%Fe b) Parcial Al-45%Fe.....	06
Figura 2.2 - Diagrama binário de equilíbrio Al-Si a), Superfície liquidus do diagrama ternário Al-Fe-Si no canto rico em Al b) e Diagrama ternário Al-Fe-Si no canto rico em Al com a quantidade de Fe fixa em 0,7% em massa c).....	08
Figura 2.3 Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal.....	09
Figura 2.4 - Curva típica de temperaturas de resfriamento.	10
Figura 2.5 – Variação na morfologia da interface sólido/líquido durante a solidificação de um líquido orgânico (succinonitrila [C ₄ H ₄ N ₂] + cumarina [C ₉ H ₆ O ₂]).	12
Figura 2.6 – Evolução morfológica da interface S/L em função da velocidade de crescimento.....	13
Figura 2.7 – Representação esquemática da zona de macroestrutura de solidificação.	14
Figura 2.8: Elementos de referência para os sistemas de solidificação radial.	17
Figura 2.8: Esquema representativo do perfil de temperatura de um elemento de volume em um sistema metal/molde cilíndrico.	18
Figura 2.9 - Gráficos de impedância para o circuito equivalente simples. Para esclarecimento, três frequências (103, 102 e 101 Hz) são demonstradas no gráfico de Nyquist.....	20
Figura 2.10 - Curva de polarização anódica e catódica e as retas de Tafel em um diagrama mono-logarítmico (Wolyneec, 2003).....	21
Figura 2.9 – Esquema do processo solidificação sob pressão: (a) fusão do metal, pré-aquecimento e lubrificação, (b) vazamento na coquilha, (c) solidificação do metal sob pressão, (d) ejeção da peça, limpeza da coquilha e recarga.....	22
Figura 3.1- Fluxograma dos procedimentos experimentais.....	29
Figura 3.1 - a) Dimensões da lingoteira, b) Lingoteira usinada.....	30

Figura 3.2- a) Dimensões do pulsão b) Pulsão usinada.....	31
Figura 3.2- Posicionamento dos termopares utilizados para monitoramento da solidificação durante o processo Solidificação sob pressão.....	32
Figura 3.4. (a) Representação esquemática da solidificação experimental de fundição por compressão (1) prensa hidráulica; (2) Pulsão; (3) molde cilíndrico; (4) termopares; (5) Registrador de Temperatura; (6) software de aquisição de computadores e dados; (7) manômetro; (8) controle de pressão hidráulica.....	32
Figura 3.5 - Posicionamento dos termopares para o acompanhamento do perfil térmico de solidificação ao longo da lingoteira e do metal líquido.....	34
Figura 3.6 – Programa AMR WinControl	36
Figura 3.7 - Gráficos das curvas de resfriamento: a) Perfis térmicos temperatura (°C/s) em função do tempo (s) , (b) Taxa de resfriamento (°C/s) em função do tempo (s).....	37
Figura 3.8 - Seccionamento do lingote longitudinalmente.....	37
Figura 3.9 - Representação esquemática do processo de obtenção do espaçamento celular.....	38
Figura 3.10 - Representação da retirada dos corpos de prova para ensaio de tração.....	39
Figura 3.11 - Representação esquemática de parte do material utilizado para o ensaio de corrosão.....	41
Figura 4.1 Macroestrutura de solidificação do sistema : a) Al-1% Fe pressão Ambiente, b) Al-1% Fe pressão de 50 MPa, c) Al-1% Fe pressão 100 MPa, (d) Al-1% Fe pressão de 150 MPa.....	43
Figura 4.2 Macroestrutura de solidificação do sistema : a) Al-1,5% Fe pressão Ambiente, b) Al-1,5% Fe pressão de 50 MPa, c) Al-1,5% Fe pressão 100 MPa, (d) Al-1,5% Fe pressão de 150 MPa.....	45
Figura 4.3 Macroestrutura de solidificação do sistema : a) Al-1,8% Fe pressão Ambiente, b) Al-1,8% Fe pressão de 50 MPa, c) Al-1,8% Fe pressão 100 MPa, (d) Al-1,8% Fe pressão de 150 MPa.....	46

Figura 4.4 Macroestrutura de solidificação do sistema : a) Al-1,0% Fe-1,0% Si pressão Ambiente, b) Al-1,0% Fe-1,0% Si pressão de 50 MPa, c) Al-1,0% Fe-1,0% Si pressão 100 MPa, (d) Al-1,0% Fe-1,0% Si pressão de 150 MPa.....	48
Figura 4.5 - Perfil térmico para a liga Al-1,0%: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 100 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.....	49
Figura 4.6 Perfil térmico para a liga Al-1,5%: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 100 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.....	51
Figura 4.7 Perfil térmico para a liga Al-1,8%: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 100 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.....	52
Figura 4.8 Perfil térmico para a liga Al-1,0Fe%-1,0Si% para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 100 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.....	54
Figura 4.9 Taxa de resfriamento para a liga Al-1,0%Fe para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 100 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.....	56
Figura 4.10 Taxa de resfriamento para a liga Al-1,5%Fe para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 100 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.....	57
Figura 4.12 Taxa de resfriamento para a liga Al-1,8Fe% para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 100 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.....	58
Figura 4.13 Taxa de resfriamento para a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 100 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.....	59
Figura 4.14 Comparativo de Taxas de resfriamento para a liga Al-1,0Fe%, Al-1,5Fe%, Al-1,8Fe%, Al-1,0Fe1,0Si%, nas pressões de 0, 50,100 e150 MPa com Al-4,0%Cu nas pressões de 0, 90 e 130 MPa (AMIN, 2012).....	60
Figura 4.15 – Evolução esquemática da transição celular/dendrítica/celular em função da velocidade de crescimento e da taxa de resfriamento; e microestruturas longitudinais típicas da Al-3Mg-1Si solidificadas direcionalmente em regimes permanente e transiente..	62

Figura 4.16 Microestrutura de solidificação do sistema Al-1,0% Fe para a posição 7: a) 0MPa, b) 50MPa, c) 100MPa e d) 150MPa.....	63
Figura 4.17 Microestrutura de solidificação do sistema Al-1,5% Fe para a posição 7: a) 0MPa, b) 50MPa, c) 100MPa e d) 150MPa.....	64
Figura 4.18 Microestrutura de solidificação do sistema Al-1,8% Fe para a posição 7: a) 0MPa, b) 50MPa, c) 100MPa e d) 150MPa.....	65
Figura 4.19 Microestrutura de solidificação do sistema Al-1,0%Fe-1,0%Si para a posição 7: a) 0MPa, b) 50MPa, c) 100MPa e d) 150MPa	67
Figura 4.20 - Representação para medidas dos espaçamentos (a) Método do triângulo e (b) Espaço entre as Estruturas dos centros celulares.....	68
Figura 4.21 Espaçamentos Celulares em função da posição para a liga Al-1,0%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa.....	69
Figura 4.22 Espaçamentos Celulares em função da posição para a liga Al-1,5%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa.....	70
Figura 4.23 Espaçamentos Celulares em função da posição para a liga Al-1,8%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa.....	71
Figura 4.24 Espaçamentos Celulares em função da posição para a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa.....	72
Figura 4.25 Comparativo Ligas de Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe e Al-1,8%Fe com Al-1,0%Fe-1,0%Si na pressão de 150 MPa.....	73
Figura 4.26 Comparativo entre processos de solidificação direcional, radial e radial sob pressão com ligas de Al-Fe.....	74
Figura 4.27 – Caminho de solidificação, calculado a partir do software de termodinâmica computacional Thermo-Calc. a) Al-1,0%Fe; b) Al-1,5%Fe e c) Al-1,8%Fe, na pressão Ambiente.....	75
Figura 4.28 – Curva de resfriamento experimental da liga Al-1,0%Fe1,0%Si na pressão Ambiente.....	76

Figura 4.29. Imagens MEV com as fases formadas durante a solidificação pelo processo de solidificação sob pressão da liga Al-Fe Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe e Al-1,8%Fe, nas pressões ambiente e 150MPa.....	78
Figura 4.30 - Morfologia da liga Al-1,8%Fe para a posição 7 microestrutura.....	80
Figura 4.31. Imagens MEV com as fases formadas durante a solidificação pelo processo de solidificação sob pressão da liga Al-1,0%Fe1,0%Si, na pressão ambiente e 150MPa.....	81
Figura 4.32 Mapeamento elementar por dispersão de raios X da liga Al-1,0%Fe-1,0%Si para a posição 7 para Pressão Ambiente.....	82
Figura 4.33 Mapeamento elementar por dispersão de raios X da liga Al-1,0%Fe-1,0%Si para a posição 7 para 150 MPa	83
Figura 4.34 Microdureza Vickers HV em função da posição para a liga Al-1,0%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa.....	84
Figura 4.35 Microdureza Vickers HV em função da posição para a liga Al-1,5%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa.....	85
Figura 4.36 Microdureza Vickers HV em função da posição para a liga Al-1,8%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa.....	86
Figura 4.37 Microdureza Vickers HV em função da posição para a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa.....	87
Figura 4.38 Comparativo de Microdureza Vickers HV por Pressão com outros autores de Solidificação sob pressão.....	88
Figura 4.39 Limite de Resistencia a Tração para as ligas: a) Al-1,0%Fe 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa, b) Al-1,5%Fe 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa, c) Al-1,8%Fe 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa, d) Al-1,0%Fe1,0%Si 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa.	90

Figura 4.40 Comparativo de LRT por Pressão com outros autores de Solidificação sob pressão	91
Figura 4.41 Superfícies das fraturas dos corpos de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,0%Fe: a) Pressão 0 MPa aumento de 200X , b) Pressão 0 MPa aumento de 2000X, c) 150 MPa aumento de 200X e (d) 150 MPa aumento de 2000X.....	92
Figura 4.42 Superfícies das fraturas dos corpos de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,5%Fe: a) Pressão 0 MPa aumento de 200X , b) Pressão 0 MPa aumento de 2000X, c) 150 MPa aumento de 200X e (d) 150 MPa aumento de 2000X.....	94
Figura 4.43 Superfícies das fraturas dos corpos de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,8%Fe: a) Pressão 0 MPa aumento de 200X , b) Pressão 0 MPa aumento de 2000X, c) 150 MPa aumento de 200X e (d) 150 MPa aumento de 2000X.....	95
Figura 4.44 Superfícies das fraturas dos corpos de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,0%Fe-1%Si: a) Pressão 0 MPa aumento de 200X , b) Pressão 0 MPa aumento de 2000X, c) 150 MPa aumento de 200X e (d) 150 MPa aumento de 2000X.....	96
Figura 4.45 Detalhes das superfícies das fendas na fratura do corpo de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,8%Fe para a pressão 0 MPa aumento de 200X.	97
Figura 4.46 Detalhes das superfícies das fendas na fratura do corpo de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,0%Fe-1%Si para a pressão 0 MPa aumento de 200X.	98
Figura 4.47 - Diagramas de impedância para a liga Al-1%Fe em solução 0,06M NaCl em diferentes pressões: Bode e Bode fase.....	100
Figura 4.48 - Diagramas de impedância para a liga Al-1%Fe em solução 0,06M NaCl em diferentes pressões resultados experimentais...	100

Figura 4.49 - Curvas de polarização potenciodinâmica exibindo densidades de corrente e potenciais de corrosão para amostras da liga Al-1%Fe em uma solução 0,06M NaCl a 25°C para: a) Pressão 0 MPa b) Pressão 100 MPa c) comparativo entre a) e b)	101
Figura 4.50 - Micrografias de amostras após ensaio de corrosão, a) Amostra 1 aumento: 200x e 1000x e b) amostra 2 aumento: 200x e 1000x.....	102
Figura 4.51 - Diagramas de impedância para a liga Al-1%Fe-1%Si em solução 0,06M NaCl em diferentes pressões: Bode e Bode fase.....	103
Figura 4.52 - Diagramas de impedância para a liga Al-1%Fe-1%Si em solução 0,06M NaCl em diferentes pressões resultados experimentais...	104
Figura 4.53 - Curvas de polarização potenciodinâmica exibindo densidades de corrente e potenciais de corrosão para amostras da liga Al-1%Fe em uma solução 0,06M NaCl a 25°C para: a) Pressão 0 MPa b) Pressão 100 MPa c) comparativo entre a) e b).....	105

LISTA DE TABELA

Tabela 3.1 - Análise química dos materiais utilizados na preparação das ligas Al-Fe.....	33
Tabela 3.2 Nomenclatura utilizada para a identificação dos lingotes obtidos após a solidificação pelo processo Solidificação sob pressão.....	35
Tabela 3.3 Dimensões do corpo de prova padronizado e corrigido.....	40
Tabela: 4.1 Temperatura Final do Processo para os termopares T5 e T6 para as ligas a) Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe1,0%Si nas pressões 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa.....	55
Tabela: 4.2 Média de Microdureza Vickers HV a) Al-1,0%Fe , Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe1,0%Si para as pressões 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa.....	88
Tabela: 4.3 Limite de Resistencia a Tração para as ligas a) Al-1,0%Fe , Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe1,0%Si para as pressões 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa.....	89

Lista de Símbolos

ΔT_R - Superesfriamento Térmico

T_F - Temperatura de Fusão

% – Porcentagem

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas

Amb - Ambiente

ASTM - American Society for Testing and Materials

C₀ – Composição nominal

DRX – Difração de Raios-X

EDS – Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva

h – Tempo em hora

HV – dureza Vickers

Kgf – Kilo grama força

KN – Kilo Newton

KW – Kilowatts

L – Calor Latente de Fusão

LRT – Limite de Resistência a Tração

LSR – Laboratório de Solidificação Rápida

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

mg – Massa em miligrama

min – Tempo em minuto

ml - mililitros

mm – milímetro

MPa – MegaPascal

NBR - Norma Brasileira Regulamentadora

nº – Número

Ø - Diâmetro

°C – Graus Celsius

P - Pressão aplicada

Pa - Pascal

Po - Pressão de referência

s – Segundos

SC – Solidificação sob pressão

SRC – Super-resfriamento Constitucional

t – Tempo

$\dot{T}$ ou $\dot{T}_L$ - Taxa de resfriamento

T- Temperatura

T_E – Temperatura eutética

T_L –Temperatura Líquidos

T_S – Temperatura solidus

TV – Temperatura de

σ – Tensão

$\sigma_{\text{máx}}$ – Limite de Tensão

CAPÍTULO I

1.1 INTRODUÇÃO

O objetivo fundamental da fundição é o de dar a forma específica ao metal, vertendo-o em estado líquido dentro da cavidade de um molde com os contornos desejado, o que consiste essencialmente na aplicação pura e simples do princípio clássico de Arquimedes de que “o líquido toma a forma do vaso que o contém”; o próprio molde retira calor do metal líquido provocando sua solidificação e fixando sua forma inicial (VILAR, 2015).

É fato conhecido que as microestruturas, bem como suas propriedades mecânicas e metalúrgicas, dependem fortemente das condições de solidificação, desde o início do processo com o metal ainda no estado líquido até sua completa solidificação, que por sua vez, dependem dos parâmetros térmicos do processo. Assim, importantes estudos, na área de solidificação como [HUNT-LU, 1996; BOUCHARD, 1997; SIQUEIRA, 2002; ROCHA, 2003; FERREIRA 2004; SPINELLI 2005; BOEIRA, 2006; CANTÉ, 2009; GOULART, 2010; MOUTINHO, 2012, BRITO, 2016]

Vale destacar que a maioria dos resultados experimentais, envolvendo aspecto macro e microestruturais resultantes do processo de solidificação, presentes na literatura, utilizam condições estacionárias de troca de calor. Entretanto, a maioria dos processos industriais ocorre em condições transitórias de fluxo de calor, tomemos como exemplos a aplicação em processos industriais de fundição como lingotamento, lingotamento contínuo e fundição sob pressão (Solidificação sob pressão), que são difíceis cálculos termodinâmicos precisos para previsão de fases e distribuição de soluto na microestrutura (GOULART, 2010).

Na literatura há uma escassez de trabalhos científicos que enfatizem a solidificação em condições transitórias de extração de calor pelo processo Solidificação sob pressão, e a correlação entre o parâmetro térmico taxa de resfriamento com os espaçamentos celulares/dendríticos e propriedades mecânicas. Partindo disto este trabalho consiste em fazer um mapeamento

térmico do processo, através de uma bateria de termopares distribuídos em diferentes posições e monitorado por um sistema de aquisição de dados em tempo real. Logo com esses registros de temperaturas durante a solidificação permite que sejam mensuradas as taxas de resfriamento para uma correlação com os espaçamentos e propriedades mecânicas.

A fundição sob pressão tem como benefícios baixa porosidade, alta densidade, refinamento de microestrutura, propriedades mecânicas aprimoradas e estrutura equiaxial em comparação com os métodos convencionais de fundição relatados por (ABOU e EL-KHAIR, 2005), como demonstrado por Franklin e (DAS,1984) e (GHOMASHCHI e VIKHROV, 2000), a qualidade das peças fundidas é determinada pela temperatura de vazamento, pressão aplicada, temperatura de pré-aquecimento do molde e superaquecimento de metais. Em altas pressões impostas, o coeficiente de transferência de calor aumenta para cerca de 10 vezes mais do que o de processos sem pressão, como relatado por (LEE et al, 2002) e (POSTEK et al, 2005).

A maior parte dos materiais no processo de fundição sob pressão, são de ligas leves, como ligas de alumínio, ligas de Al-F e são utilizadas em chapas para estampagem profunda, folhas para proteção de alimentos, condutores elétricos etc (GOULART 2010), já as ligas de Al-Si são amplamente utilizados na indústria automotiva, aeroespacial e de transporte devido sua baixa densidade, alta resistência e excelente resistência à corrosão. (LIN 2019); (SOUZA, 2012).

Normalmente o ferro e o silício impurezas ou elementos residuais, mas dependendo das quantidades eles podem ser benéficos, aumentando suas propriedades, logo analisaremos ligas diluídas Al-Fe e AL-Fe-Si, para sabermos se esses elementos considerados impurezas ou elementos residuais por vezes, são benéficos ou maléficos em processos de fundição sob pressão.

1.2 Objetivos Gerais Do Trabalho

Este trabalho tem como objetivo contribuir para um maior entendimento das correlações entre a variável térmica taxa de resfriamento com parâmetros estruturais e propriedades mecânicas de ligas diluídas do sistema Al-Fe e Al-Fe-Si solidificadas sob pressão.

1.2.1 Objetivos Específicos

Para que o objetivo geral seja alcançado os principais objetivos específicos foram seguidos:

1. Caracterização da macroestrutura, da microestrutura, e a medição dos espaçamentos microestruturais (dendríticos e/ou celulares);
2. Analisar a influência da variação da pressão (0 MPa, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa) na macroestrutura e microestrutura de solidificação de ligas do sistema Al-1%Fe, Al-1,5%Fe, e Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe1,0%Si, através do processo Squeeze Casting.
3. Analisar as curvas de resfriamento e correlacionar as taxas de resfriamento com espaçamentos celulares e/ou dendríticos, bem como a Microdureza Vickers e o Limite de Resistência a Tração das referidas ligas e suas variações de pressão.
4. Correlacionar as propriedades mecânicas da Microdureza Vickers e Limite de Resistência a Tração com a microestrutura obtida através do processo solidificação sob pressão.
5. Correlacionar os resultados com trabalhos de ligas de Al-Fe e Al-Fe-Si, e com o processo de solidificação sob pressão.

2. REVISÕES BIBLIOGRÁFICAS

2.1. Considerações Iniciais

Neste capítulo abordamos de forma resumida, os fenômenos da solidificação, desde a nucleação até sua macroestrutura final, transferência de calor na solidificação corrosão, características do processo de Solidificação sob pressão, bem como trabalhos realizados com ligas de Al-Fe e Al-Fe-Si de ligas de alumínio ferro.

2.2 Ligas Al-Fe

Entre as propriedades impressionantes do alumínio está a sua versatilidade. A faixa de propriedades físicas e mecânicas que podem ser desenvolvidas desde o alumínio de alta pureza até as ligas mais complexas é notável, mais de trezentas composições de ligas são reconhecidas no geral, além de muitas variações desenvolvidas intencionalmente (VILAR, 2015).

As propriedades do alumínio fazem com que esse metal e suas ligas sejam mais econômicos e atrativos para uma ampla variedade de aplicações são seu peso leve, propriedades físicas, propriedades mecânicas e resistência à corrosão. O alumínio possui densidade de $2,7 \text{ g/cm}^3$ centímetro cúbico que é aproximadamente um terço do aço ($7,83 \text{ g/cm}^3$) do cobre ($8,93 \text{ g/cm}^3$) ou do latão ($8,53 \text{ g/cm}^3$). Apresenta uma excelente resistência à corrosão na maioria dos ambientes, inclusive a atmosfera, a água (incluindo água salgada), petroquímicos e muitos sistemas químicos.(VILAR, 2015).

O ferro é normalmente considerado como uma impureza em ligas de alumínio, e sua solubilidade é muito baixa cerca de 0.03-0,05% em peso, na temperatura eutética, ele está sempre presente nas ligas de alumínio comerciais ou mais puras, devido à contaminação pelo uso de ferramentas de aço durante a sua fabricação e também pela sua presença em sucata ou materiais utilizados na fusão. (Liang, 2019 et al; Wang, 1995). No entanto, o ferro é adicionado deliberadamente em algumas ligas de alumínio para aumentar as propriedades mecânicas à alta temperatura no caso de fundição em moldes de aço (Die Casting), o teor de ferro é mantido acima de 1% para melhorar a vida dos moldes

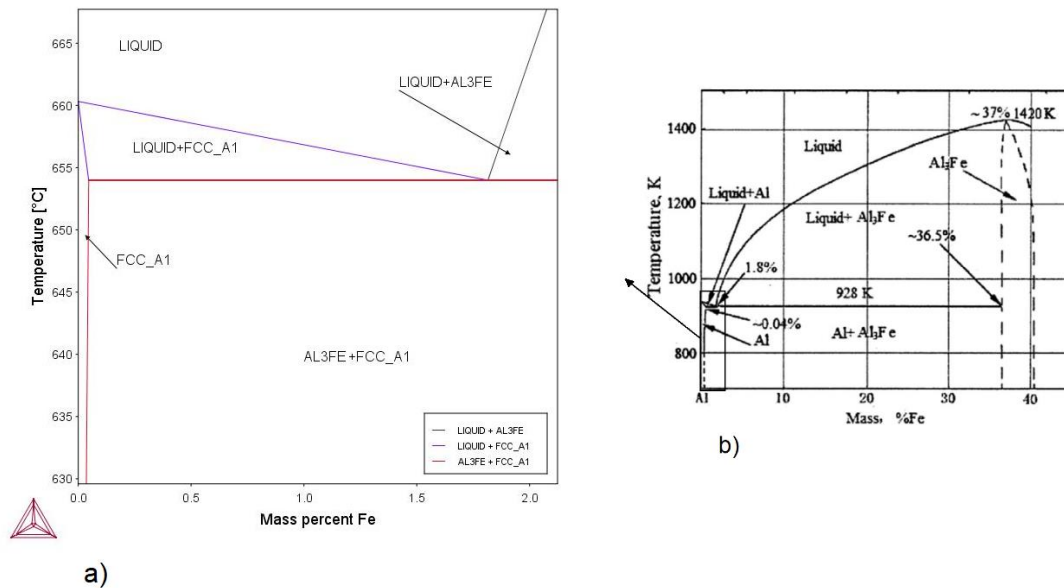
através da redução do ataque do alumínio à superfície dos mesmos e também usado como elemento de liga para alguns produtos especiais, tais como: chapas para estampagem profunda, folhas para proteção de alimentos, condutores elétricos etc (GOULART 2010).

Alguns pesquisadores constataram que os intermetálicos de Al-Fe pode aumentar a força e alta resistência à temperatura do material. Portanto, Fe pode ser usado como um elemento de liga barato, especialmente quando está presente, estruturas eutéticas finas. Ligas de alumínio da série 8XXX contendo 0,3 e 2,0% em peso de Fe são caracterizados por uma combinação interessante de força e temperatura elevada (LENTZ, 2016; ENGLER, 2013). Assim, as pesquisas atualmente concentraram-se principalmente na redução do tamanho dos intermetálicos e mudança em sua morfologia e distribuição, onde a contribuição dos nossos estudos será, como a fundição sob pressão vai interagir com os intermetálicos.

Para as ligas de Al com teores de Fe de até 40% em peso, em condições de solidificação em equilíbrio] e taxas de resfriamento ($\dot{T}$) $\leq 0,015$ °C/s, todo o ferro presente na liga além do seu limite de solubilidade, forma um eutético simples com a fase intermetálica estável Al_3Fe (4,5 % em volume de intermetálico a aproximadamente 1,8 % em peso de Fe e em torno de 652°C), conforme mostra o diagrama parcial e ampliado Al-Fe da Figura 2.1 letras a) e b), respectivamente.

Em condições de solidificação fora do equilíbrio (solidificação transitória), pode ocorrer uma ampla faixa de fases Al-Fe termodinamicamente metaestáveis, em função de apresentarem menores valores de super-resfriamento do que a fase Al_3Fe nas etapas de nucleação e crescimento. Consequentemente, em peças fundidas/lingotadas de ligas Al-Fe a combinação de taxa de resfriamento e composição química local, pode levar à obtenção de regiões com diferentes arranjos microestruturais, constituídas por fases de equilíbrio e intermetálicos metaestáveis (GOULART, 2010).

Figura 2.1 – Diagrama de equilíbrio Al-Fe a) Ampliado Al-1%Fe à Al-2,0%Fe b) Parcial Al-45%Fe



(Fonte: Lima 2019).

(Adaptado de ZHOU 2017).

Na literatura, há alguns estudos com ligas de alumínio ferro (LIANG E JONES, 1992; ALLEN, 1998; GOULART, 2010, ZHOU 2017), todos sendo desenvolvidos em condições estacionárias de solidificação, através da técnica Bridgman de crescimento ou em casos de solidificação direcional em regime transiente, mas temos poucas pesquisas envolvendo processos de solidificação sob pressão.

Neste trabalho iremos confrontar os resultados dos estudos desenvolvidos em regime de extração de calor transiente direcional, com os resultados obtidos em condições de transitórias de extração de calor do processo solidificação sob pressão.

2.3 Ligas Al-Fe-Si

As ligas do sistema Al-Fe-Si em comparação com os alumínios comercialmente puros, apresenta resistência mecânica superior e resistência à corrosão similar às ligas mencionadas. Embora haja muitas aplicações para a liga AA4006, ela é, relativamente, pouco pesquisada. Por exemplo, um levantamento bibliográfico recente, realizado nas bases de dados Scopus e Web

of Science, revelou apenas um artigo (Yeung & Lee, 1998) sobre a microestrutura da liga AA4006 (SOUZA, 2012).

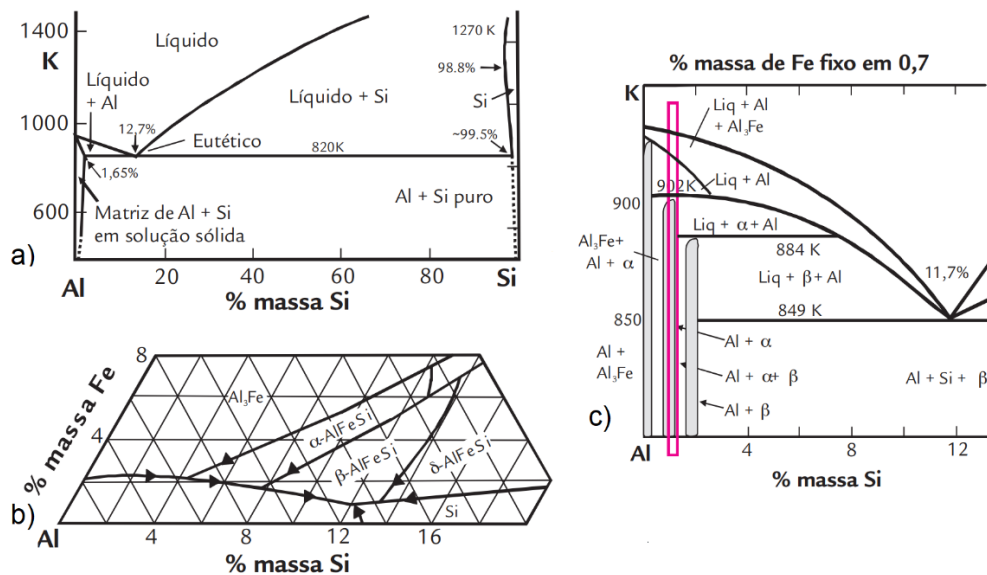
Na indústria automotiva, ligas de Al-Si são amplamente utilizadas devido à sua boa condutibilidade, alto limite de resistência, baixo coeficiente de expansão e excelente resistência ao desgaste. Isto é um material ideal para a produção de pistões, blocos de motor e camisas de cilindro. Com o aumento de velocidade e potência do motor, as cargas mecânicas e térmicas que os pistões suportam aumentaram significativamente. Portanto, as indústrias necessitam de mais elevado desempenho de temperatura dos pistões. Adicionar o elemento Fe às ligas de Al-Si pode melhorar a estabilidade térmica das ligas. No entanto, Fe pode combinar com Al e Si para formar intermetálicos grosseiros em forma de placas ou agulha, o que é prejudicial às propriedades de temperatura dessas ligas. (LIN, 2019). Assim, estudos recentes tem se dedicado à modificação dos intermetálicos afim de ter um efeito benéfico em suas propriedades desejadas.

Até agora, o principal método de alteração desses intermetálicos é a solidificação rápida, mais também temos, a adição de elementos neutralizadores (Mn, Cr), ultra-som e vibração. Logo este trabalho visa contribuir como a solidificação sob pressão vai influenciar esses intermetálicos.

Os diagramas de fases ternário Al-Fe-Si e binário Al-Si podem ser utilizados para estudar, controlar e localizar diferentes fases sólidas com a combinação de seus respectivos elementos em equilíbrio termodinâmico. Neste contexto, as ligas com composições próximas de 100% de alumínio e localizadas na região da borda do Al podem apresentar diferentes fases em suas microestruturas (SOUZA 2012).

Como exemplo dos tipos de fases e intermetálicos temos na Figura 2.2, o diagrama ternário Al-Fe-Si com a quantidade de Fe em massa fixa em 0,7%, quantidade muito próxima a nossa liga de Al-1%Si1%Fe, a região marcada com um contorno na cor vermelha, na Figura 2.2.C, sugere uma possível região com as composições da liga AA4006, onde as fases intermetálicas citadas podem ocorrer, caso o resfriamento ocorra em equilíbrio. O Si pode estar dissolvido na matriz de Al em temperaturas por volta de 600°C em composições próximas de até 1,65% em massa de Si, como pode ser visto na Figura 2.2 a) (JACOBS, 1999).

Figura 2.2 - Diagrama binário de equilíbrio Al-Si a), Superfície liquidus do diagrama ternário Al-Fe-Si no canto rico em Al b) e Diagrama ternário Al-Fe-Si no canto rico em Al com a quantidade de Fe fixa em 0,7% em massa c).



(Adaptado: MONDOLFO, 1976; ALLEN, 1998; JACOBS, 1999)

A energia de ativação, para difundir o ferro, na matriz de alumínio, em relação à energia de ativação de difusão do silício, no Al, é diminuída de 1,65 eV, em uma liga pura de Al-Fe, para o valor de 1,35 eV com 0,12% de silício nessa liga. Dessa forma, a difusão do silício é muito mais rápida do que a do ferro, isto é, num tratamento térmico de homogeneização, a difusão e o equilíbrio do Si podem ser alcançados, porém há pouca ou quase ausência de movimentação dos átomos de ferro (SOUZA, 2012 ET AL; GHOSH, 1992).

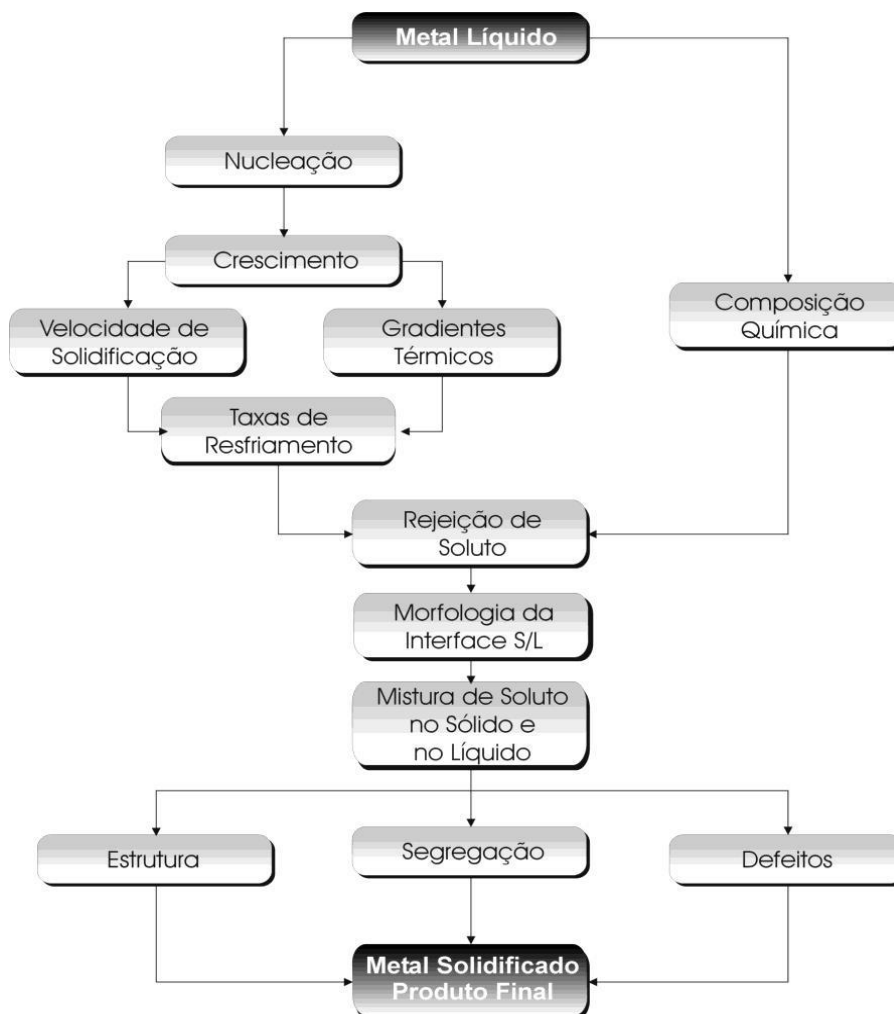
2.3 Solidificação

A solidificação é um fenômeno de transformação de fases bastante familiar e é associado à nossa rotina diária, desde a simples produção de cubos de gelo até o manuseio de utensílio e componentes, os quais, quase que invariavelmente passaram por um estágio de solidificação durante a sua fabricação. Sendo assim, qualquer processo baseado na solidificação de um metal com o objetivo de produzir-se uma peça sólida deve atender certas exigências, que dependem de sua aplicação futura, e que decorrem de aspectos estruturais e geométricos. É de suma importância compreender que as

propriedades finais do fundido dependerão da estrutura solidificada, por consequência dos diversos fatores de processo que controlam, como o fluxo de calor do metal líquido, propriedades químicas e termo físicas do metal em estudo, condições de vazamento e propriedade do sistema de solidificação (GARCIA, 2001).

O fluxograma abaixo da Figura 2.3 nos mostra uma sequência das etapas que do processo de solidificação do metal, desde líquido até totalmente solidificado.

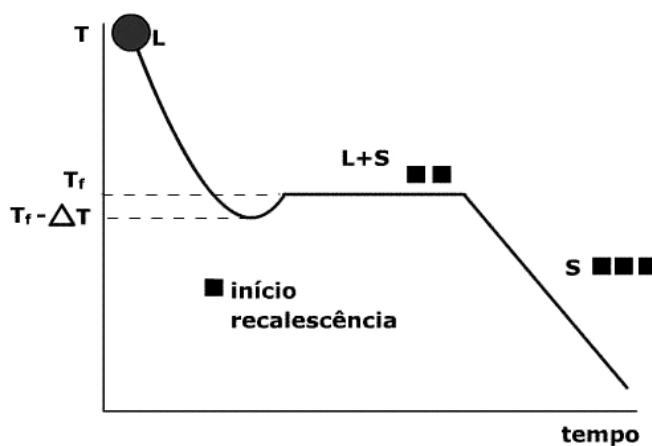
Figura 2.3 Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal



(GARCIA, 2017)

O estudo de solidificação envolve duas abordagens distintas. Na abordagem termodinâmica analisa-se as energias envolvidas na solidificação, enquanto que na abordagem cinética, analisa-se a velocidade com que os processos de nucleação e crescimento acontecem. A solidificação é composta dos processos de nucleação e crescimento de cristais a partir de um líquido e ocorre no resfriamento, conforme a curva de temperatura na Figura 2.4 (LIMA, 2017).

Figura 2.4 - Curva típica de temperaturas de resfriamento.



BESKOW (2008)

Na região L (estado líquido), a temperatura diminui por efeito de transmissão de calor através do molde. A temperatura aumenta a partir de $T_f - \Delta T$ pelo efeito de recalescência, ΔT representa o grau de superresfriamento. Inicia-se a solidificação, através do aparecimento dos primeiros núcleos sólidos. No patamar L + S há a coexistência dos estados líquidos e sólidos. Ao final do patamar toda a massa está solidificada. (início da região S). A nucleação, o crescimento, o superresfriamento, a estabilidade da interface, e a partição do soluto, são aspectos abordados nos estudos da solidificação de materiais do ponto de vista desse fenômeno.

2.3.1 Nucleação E Crescimento

Durante a transformação líquido/sólido, inicialmente os átomos do metal no estado líquido, apresentam maior energia cinética e um intenso movimento atômico, sendo um verdadeiro desafio fixá-los em um ponto centralizado na rede. Após este metal atingir o seu ponto de solidificação, os seus átomos começam a se envolver em um processo de ordenamento, onde assumem posições fixas, adotando um arranjo em uma ordem de longo alcance. Nestas condições o movimento atômico se resume ao vibratório em torno de sua posição de equilíbrio eletrônico (GARCIA, 2010).

Assim sendo, o termo nucleação traduz o modo pela qual a fase sólida surge de forma estável no seio da fase líquida, sob a forma de pequenos núcleos cristalinos. Por outro lado, o termo crescimento traduz o modo pelo qual os núcleos crescem sob a forma de cristais ou grãos cristalinos. (VILAR, 2015 et al. GARCIA, 2001):

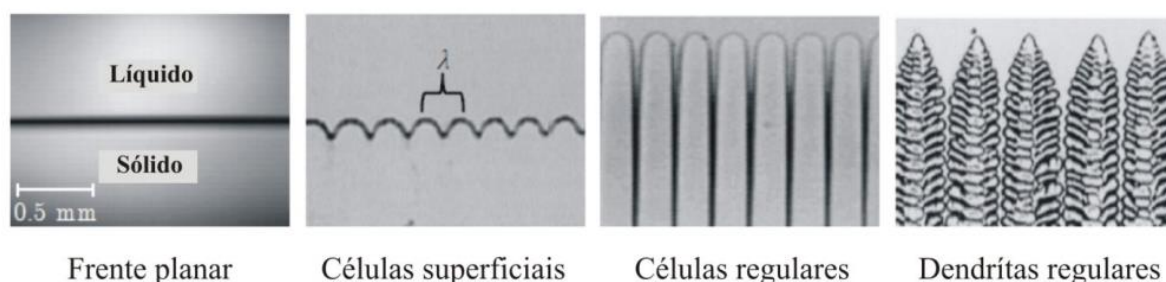
A nucleação pode processar-se sob duas condições, como todas as transformações de fases, a solidificação se processa em duas etapas sucessivas de nucleação e crescimento, a nucleação homogênea a qual a fase sólida nucleia em meio à fase líquida, sem que haja interferência ou contribuição energética de elementos ou agentes estranhos, e a nucleação heterogênea a qual a fase sólida nucleia em meio à fase líquida, com a contribuição energética de elementos ou agentes estranhos.

2.4.2 Crescimento Planar, Celular E Dendrítico

Para melhor compreender como ocorre o crescimento da microestrutura de um material desde o estado líquido, através do processo de solidificação, podemos dar o exemplo de sistemas que solidificam em regime estacionário. Fixando o gradiente térmico G para uma composição nominal C_0 , e fazendo variar a velocidade de crescimento, tem-se que, para baixas velocidades a interface S/L será planar, seguindo a forma da isoterma; entretanto, ao passo que a velocidade aumenta, acima da velocidade crítica, a frente de solidificação começa a apresentar protuberâncias, que podem formar um padrão periódico conhecido como crescimento celular e crescimento dendrítico (com as ramificações secundárias tornando-se definidas). Este comportamento e

evolução da interface S/L em função da variação da velocidade de crescimento é observado em líquidos orgânicos como mostra a Figura 2.5. (BRITO, 2016).

Figura 2.5 – Variação na morfologia da interface sólido/líquido durante a solidificação de um líquido orgânico (succinonitrila $[C_4H_4N_2]$ + cumarina $[C_9H_6O_2]$).

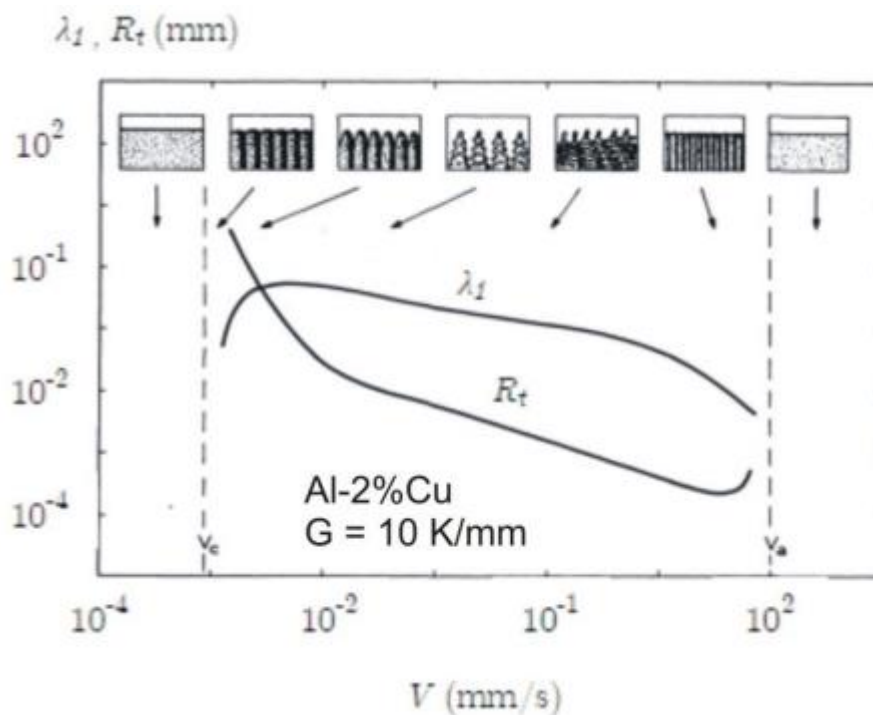


(Adaptado de BRITO, 2016)

Durante a solidificação de ligas metálicas em condições transientes de extração de calor, os parâmetros térmicos de solidificação associados à composição do sistema, podem proporcionar o crescimento celular para sistemas multicomponentes, conforme mostrado por Goulart em que foram observados apenas microestruturas celulares para faixas de taxas de resfriamento que variaram entre 1 K/s e 40 K/s (CANTÉ et al., 2013 GOULART et al., 2010).

Os processos de solidificação podem-se obter dois tipos de regime de crescimento dendrítico: direcional colunar e equiaxial. Vários modelos foram desenvolvidos para tentar compreender melhor como ocorre o crescimento dendrítico, para o caso da solidificação direcional de ligas binárias em regime permanente, a evolução do raio da ponta da dendrita, a temperatura da ponta da dendrita e o espaçamento primário em função da taxa de crescimento (velocidade de avanço da interface S/L), onde mostram que, para velocidades extremamente baixas ($V < V_c$) a interface permanece planar, com aparecimento de células e dendritas para maiores valores V . Estas estruturas tornam-se cada vez mais refinadas, até que células sejam novamente desenvolvidas para velocidades mais elevadas. Por fim, uma interface planar deve prevalecer quando $V > V_a$, conforme mostra a Figura 2.6, (BRITO, 2016)

Figura 2.6 – Evolução morfológica da interface S/L em função da velocidade de crescimento.



(Adaptado de BRITO, 2016)

2.3 Macroestrutura De Solidificação

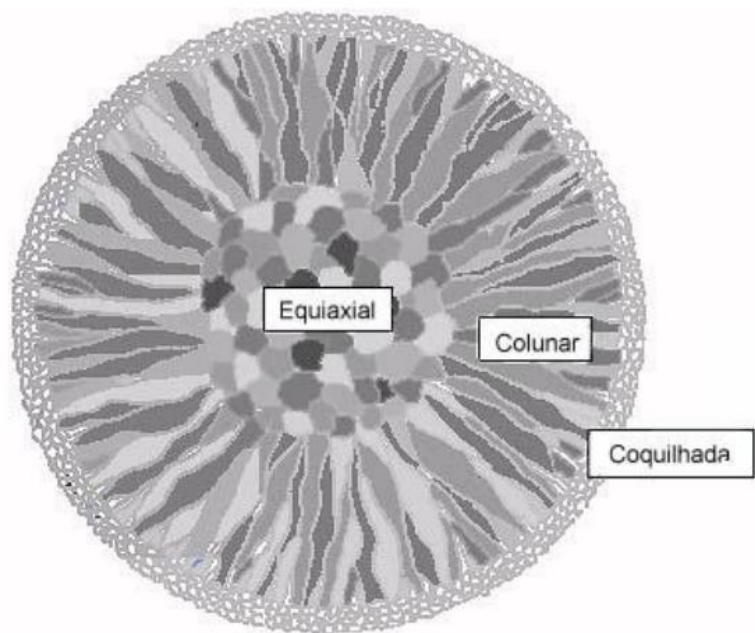
A solidificação se processa a partir da formação, no líquido, de núcleos sólidos que crescem em função das condições locais de resfriamento. Define-se então, a macroestrutura de um metal solidificado pela caracterização da morfologia dos grãos cristalinos, suas dimensões e orientação cristalográfica. O aspecto mais importante da formação da macroestrutura de um metal fundido está ligado à sua correlação com as propriedades mecânicas (PERES, 2005; CRUZ, 2008).

Outro aspecto é que a macroestrutura pode se apresentar em três diferentes morfologias: coquilhada, colunar e equiaxial, sendo mais comum a ocorrência de estruturas colunar e equiaxial, com uma região de transição abrupta entre elas conforme ilustrado na Figura 2.7 (SIQUEIRA, 2003).

ZONA COQUILHADA

A zona coquilhada é formada por uma camada de pequenos grãos cristalinos finamente dispersos e localizada na superfície do lingote, onde ocorre uma nucleação intensa de orientação aleatória. O tamanho desse grão é influenciado pelas propriedades material do molde, coeficiente de transferência de calor e a temperatura de vazamento do metal, Este tipo de macroestrutura está localizada na região do contato entre o metal líquido e a chapa molde fria. As altas taxas de resfriamento obtidas irão provocar uma rápida diminuição local da temperatura e favorecer uma nucleação intensa desses grãos (CARVALHO, 2016).

Figura 2.7 – Representação esquemática da zona de macroestrutura de solidificação.



(Adaptado de BERTELLI, 2012)

ZONA COLUNAR

Após a formação da região coquilhada, inicia-se a construção da zona colunar, onde os grãos estão crescendo a partir das paredes do molde em direção a massa de metal líquido. Esses grãos são 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 do calor, ou seja, o metal líquido, no centro da lingoteira, encontra-se em temperaturas acima da temperatura de transformação, evitando a formação de grãos nessa região nos instantes iniciais. Os grãos assim formados são alongados e de dimensões bem maiores que os grãos da zona coquilhada, apresentando ainda direções cristalográficas fortemente orientadas (GARCIA, 2001; CANTÉ, 2009; PEIXOTO, 2009).

ZONA EQUIAXIAL

Formada por grãos equiaxiais de orientação cristalográfica aleatória. É a zona mais complexa da macroestrutura de fundição. Nela, os grãos são equiaxiais na forma, mas apresentam-se geralmente grandes em tamanho. A formação da zona equiaxial central é favorecida por altos teores de elementos de liga e por baixos sobreaquecimentos de vazamento. À medida que a temperatura de superaquecimento aumenta, diminui a tendência para a formação de grãos equiaxiais, uma vez que o comprimento da zona colunar é maior. Por outro lado, os grãos equiaxiais que ainda se formam são de maior dimensão, (MAGER, 2008).

2.4 Transferência De Calor

A utilização da técnica de solidificação unidirecional ascendente ou descendente faz parte dos estudos experimentais e numéricos dos fenômenos envolvidos no processo de solidificação de ligas metálicas no Grupo de Pesquisa em Solidificação da Unicamp, há mais de 35 anos. Essa técnica tem sido bastante utilizada para a caracterização de parâmetros térmicos, dentre eles o coeficiente global de transferência de calor na interface metal/molde, evolução da frente de solidificação, gradientes térmicos e taxas de resfriamento [Garcia, 2011]. Outros parâmetros estruturais caracterizados são: macroestruturas e microestruturas de solidificação, transição microestrutural celular/dendrítica [Moura et al, 2012], segregação de soluto em níveis macro e microscópicos [Brito et al, 2012], caracterização de porosidade [Gomes et al, 2011], além de propriedades mecânicas e resistências ao desgaste e à corrosão em função de espaçamentos celulares/dendríticos [Osório et al, 2012; Osório et al, 2011; Cruz et al, 2010]. Os estudos unidirecionais do processo de solidificação podem ser

divididos em duas categorias: aqueles que tratam da solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor e os que abordam a solidificação com o fluxo de calor em regime transitório. Na primeira situação, o gradiente de temperatura no líquido e a velocidade da isoterma de transformação são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do experimento, como constatamos com a técnica Bridgman/Stockbarger [Garcia, 2007]. Na segunda, tanto o gradiente de temperatura quanto a velocidade de crescimento variam livremente com o tempo e com a posição dentro do metal. Esta caracterização é de fundamental importância, uma vez que esta classe de fluxo de calor inclui a maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação (BERTELLI, 2012).

A transferência de calor em um sistema de solidificação ocorre por três mecanismos básicos: condução térmica, convecção e radiação. Durante o processo, todos os modos de transferência de calor podem ocorrer, conforme citado a seguir, desde a temperatura de vazamento até a temperatura externa do molde em relação ao ambiente [Medeiros, 1979; Viskanta, 1988; Poirier, 1994]:

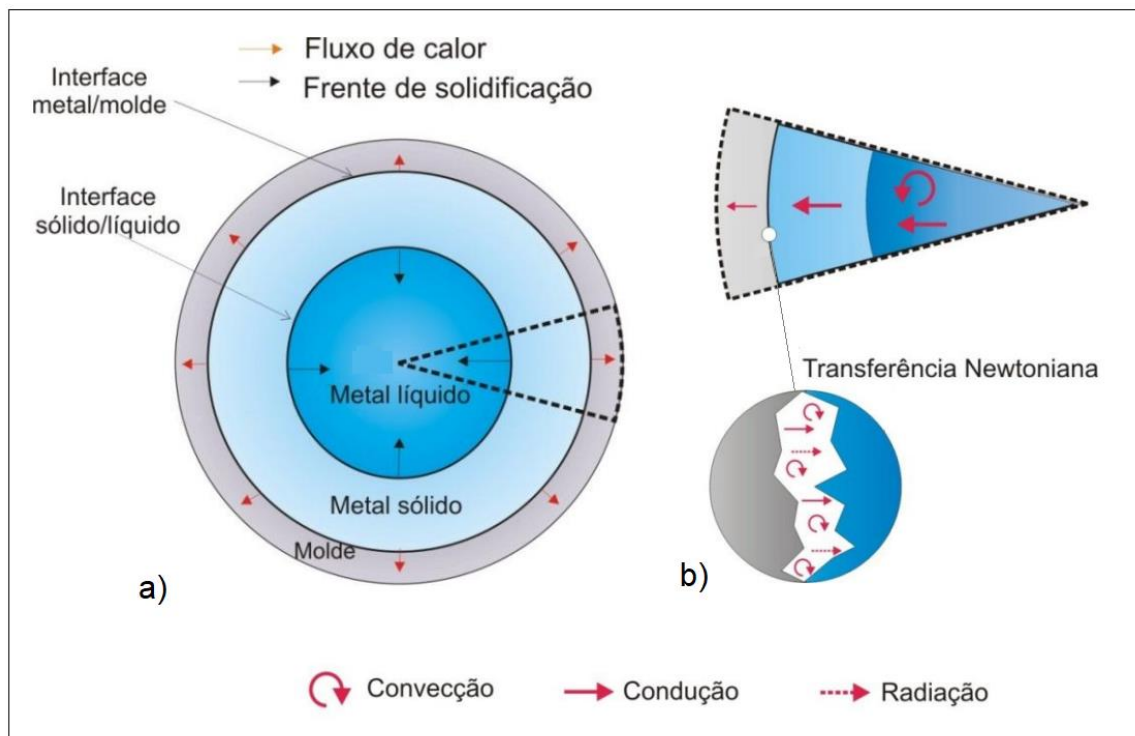
- Convecção e condução no metal líquido, enquanto há superaquecimento;
- Condução na camada de metal solidificada;
- Convecção, radiação e condução na interface metal/molde traduzidas por meio de um coeficiente de transferência de calor metal/molde (Transferência newtoniana);
- Condução através das paredes do molde;
- Convecção e condução na água, mantida à temperatura ambiente, utilizada na refrigeração das paredes do molde.

A partir do preenchimento do molde com o metal líquido a uma determinada temperatura de vazamento, os mecanismos de convecção e condução atuam no meio fluido até atingir a temperatura de fusão do metal ou a temperatura liquidus da liga. Com a liberação do calor latente de fusão e formação do sólido, a extração de calor se dá por meio de condução até a interface metal/molde. Nesta interface começa a atuação da transferência

newtoniana de calor, que ocorre por conta do contato térmico imperfeito e da contração do metal em relação ao molde. O mecanismo de condução volta a atuar unicamente quando o fluxo de calor atravessa as paredes do molde, e passando posteriormente para o meio ambiente na forma de condução, convecção e radiação. (BERTELLI, 2012).

Os elementos de referência representativos dos sistemas com extração de calor pela parte interna do lingote através de um tubo/molde com extração de calor na região da periferia, por meio de um molde externo refrigerado a ambiente, são apresentados na Figura 2.8 a) e b).

Figura 2.8: Elementos de referência para os sistemas de solidificação radial.



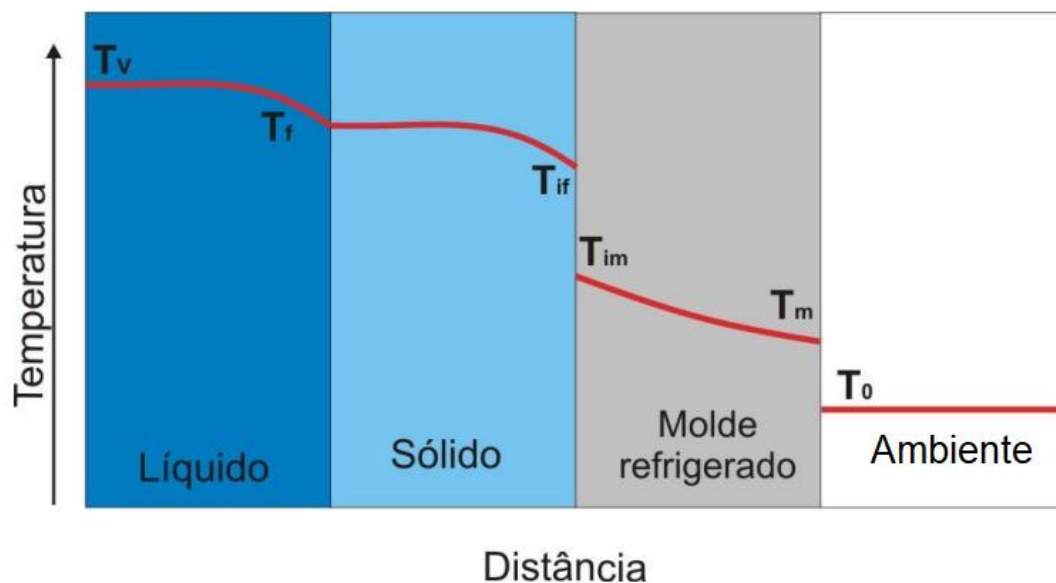
(Adaptado de BERTELLI, 2012)

A Figura 2.9 mostra o elemento de volume representativo do sistema metal/molde refrigerado durante a solidificação, evidenciando os perfis térmicos desde a temperatura de vazamento até a temperatura do fluido de refrigeração, onde:

- T_v = temperatura de vazamento;

- T_f = temperatura de fusão;
- T_{if} = temperatura do metal na interface metal/molde; T_{im} = temperatura do molde na interface metal/molde;
- T_m = temperatura do molde na interface molde/fluído de refrigeração;
- T_0 = temperatura do fluído de refrigeração.

Figura 2.8: Esquema representativo do perfil de temperatura de um elemento de volume em um sistema metal/molde cilíndrico.



(Adaptado de BERTELLI, 2012)

A existência de um gradiente térmico entre o metal fundido e o meio de absorção de calor, propicia condições termodinâmicas para transferência de calor, do meio mais quente para o mais frio. A transformação do metal líquido em um sólido envolve a remoção do superaquecimento do líquido, do calor latente de fusão devido à transformação líquido/sólido e do calor sensível. As propriedades térmicas do metal, as características do molde, juntamente com as condições de interface e as condições do meio, determinam o comportamento de extração de calor durante o processo. (BERTELLI, 2012). A fundição sob pressão faz com que o gap de ar formado entre a fina camada de metal solidificado e o molde diminua de tamanho, ocorrendo assim maior área de contato aumentando a transferência de calor newtoniana, conforme relatados em estudos de (AMIN, 2012; JAHANGIRI, 2017; LI, 2017).

2.5 - Técnicas para Caracterização da Resistência à Corrosão de Ligas Metálicas

2.5.1 - Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS)

Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS) é uma poderosa ferramenta de diagnóstico para caracterizar limitações e melhorar o desempenho de materiais. Entre outros fatores, a EIS é uma técnica experimental que pode ser usada para aplicação de modelos de circuitos equivalentes e ajuda a diagnosticar processos físico-químicos que são representados por uma rede de resistores, capacitores e indutores, dos quais se extraem informações qualitativas e quantitativas significativas sobre as fontes de impedância, sendo extremamente útil para pesquisa e desenvolvimento de novos materiais e eletrodos. Durante uma medição de impedância, é utilizado um analisador de resposta em frequência (FRA) para uma determinada amplitude (AC). A tensão (AC) e voltagem são analisadas pelo FRA para determinar o comportamento resistivo, capacitivo e indutivo da liga. (VERISSIMO, 2017).

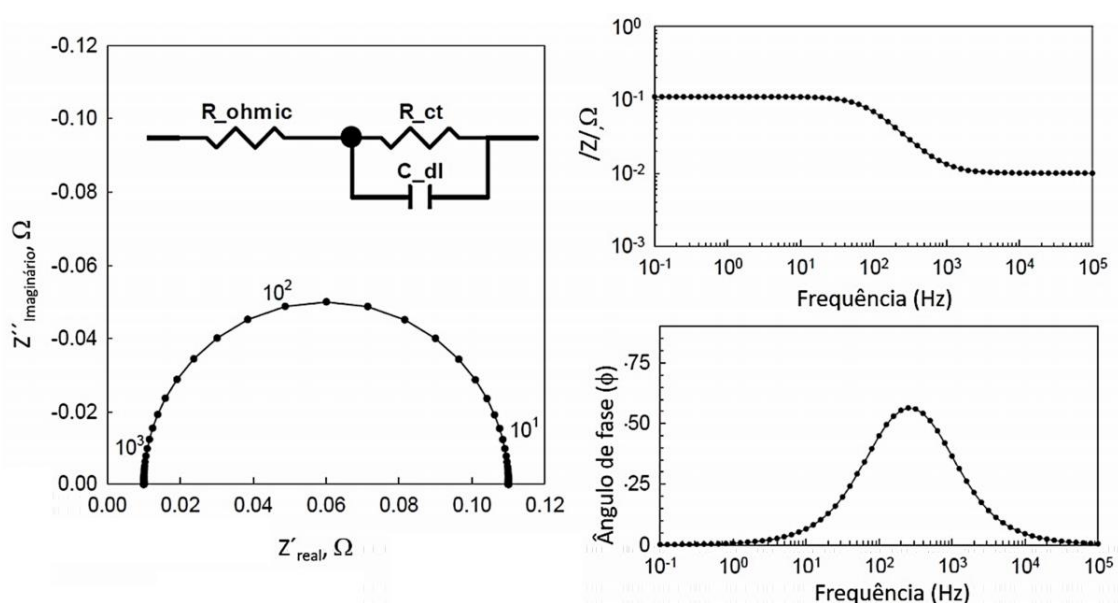
Os processos físico-químicos que ocorrem durante a análise, como transporte de elétrons e íons, e de reagentes em fase gasosa e sólida, reações heterogêneas apresentam constantes de tempo, características diferentes e, portanto, são exibidos em diferentes frequências (AC). Quando submetida a uma gama grande de frequências, a espectroscopia de impedância pode ser utilizada para identificar e quantificar a impedância associada a processos químicos (Barsoukov, 2005), (Orazem, 2008), (Ivers-Tiffée, 2003). A modelagem de circuitos equivalentes, obtidos pelos dados de EIS é utilizada para extrair propriedades do sistema eletroquímico, modelando os dados de impedância em termos de um circuito, como resistências ideais (R), capacitores (C) e indutores (L). Como se trata de sistemas reais, muitas vezes, circuitos equivalentes incluem a constante generalizada (CPE) e o elemento de Warburg (ZW) (que é utilizado para difusão ou transporte de massa) (Barsoukov, 2005), (Orazem, 2008).

As resistências representam caminhos condutores para transferência de íons e elétrons, ou a resistência de um material para o transporte de eletrólitos para íons ou ainda a resistência de um condutor ao transporte de elétrons.

Resistores também são usados para representar a resistência ao processo de transferência de carga na superfície do eletrodo. Condensadores e indutores estão associados a regiões de polarização de carga espacial, tais como, a formação de dupla camada elétrica e processos de adsorção que ocorrem na superfície do eletrodo (Barsoukov, 2005), (Orazem, 2008), (Ivers-Tiffée, 2003).

Os gráficos de Bode referem-se à representação da magnitude da impedância ou componentes imaginários da impedância (Z'' imaginário e Z' real) e ângulo de fase (ϕ) em função da frequência (Hz). Tanto a impedância como a frequência geralmente medem ordens de grandeza, e são frequentemente plotadas em uma escala logarítmica. Os gráficos de Bode mostram explicitamente a dependência da impedância do dispositivo em teste (Barsoukov, 2005), (Orazem, 2008). Um plano complexo ou diagrama de Nyquist representa a impedância imaginária (Z'' imaginário), que é indicativa na Figura 2.9, como uma célula capacitiva e indutiva versus a impedância real (Z' real) da célula. Diagramas de Nyquist têm a vantagem de mostrar com clareza processos controlados por ativação, as quais aparecem com constantes de tempo distintas como arcos de impedância únicos (VERISSIMO, 2017).

Figura 2.9 - Gráficos de impedância para o circuito equivalente simples. Para esclarecimento, três frequências (10^3 , 10^2 e 10^1 Hz) são demonstradas no gráfico de Nyquist.



(Adaptado de FEITOSA, 2013)

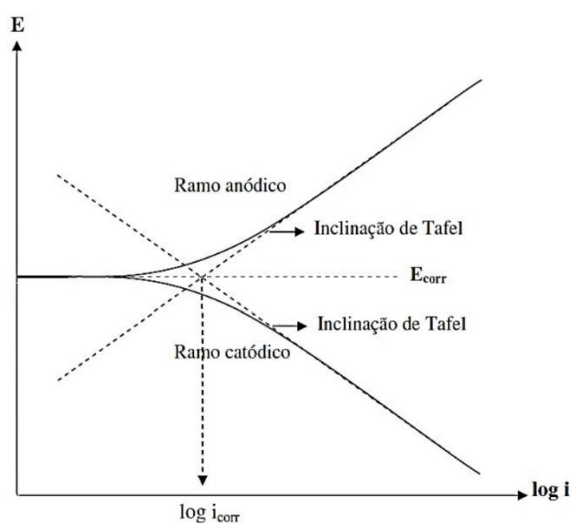
No entanto, este formato de representação de dados de impedância tem a desvantagem de que a frequência está implícita, portanto, a frequência de AC de pontos de dados selecionados deve ser indicada nos diagramas. Como ambos os formatos de dados têm suas vantagens, geralmente é melhor apresentar tanto os diagramas de Bode e de Nyquist juntos (Barsoukov, 2005), (Orazem, 2008).

2.5.2 - Polarização

A polarização é um método baseado em conceitos eletroquímicos que permite determinar a taxa de corrosão e a susceptibilidade à corrosão de materiais específicos em diferentes meios eletrolíticos (MASCAGANI, 2009).

A relação entre a corrente e a sobretensão de ativação foi verificada empiricamente por Tafel. A partir da extrapolação das retas de Tafel de uma curva de polarização (Figura 2.10), é possível encontrar o potencial de corrosão (E_{corr}) e a corrente de corrosão (i_{corr}). A partir do valor de E_{corr} é possível avaliar se o material é nobre, ou seja, se apresenta uma tendência de não reagir com o meio e atuar como uma camada passiva. Já a partir da i_{corr} é possível analisar a intensidade da permeação de espécies corrosivas no material (FEITOSA, 2013 et al., WOLYNEC, 2003).

Figura 2.10 - Curva de polarização anódica e catódica e as retas de Tafel em um diagrama mono-logarítmico (Woly nec, 2003)



(Adaptado de FEITOSA, 2013)

2.6 Solidificação sob Pressão

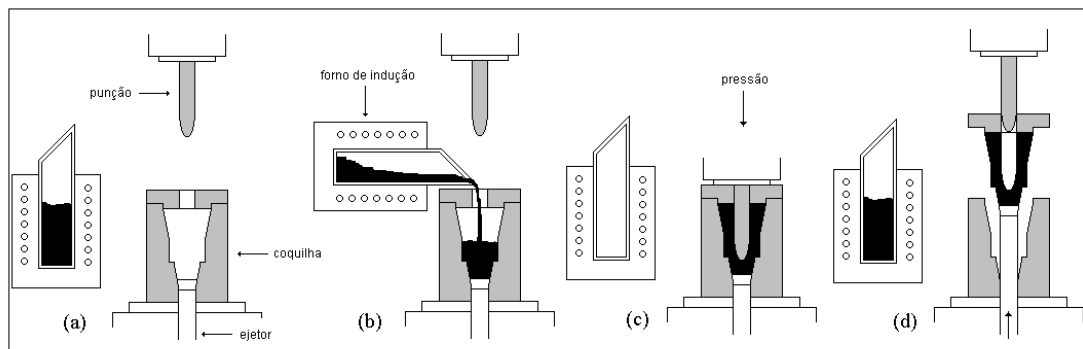
Processo proposto inicialmente por Chernov 1878 na Rússia, onde o mesmo aplicou uma pressão em um metal líquido até a sua completa solidificação, mas, só em 1931 Welter detalhou os estudos desse processo visando relacionar as propriedades mecânicas, e em 1960 o processo começou a ser mais difundido na Europa.

Diante dessas vantagens, o processo solidificação sob pressão tem sido aplicado extensivamente em componentes confeccionados com ligas leves na última década, principalmente motivadas pela necessidade das indústrias em conseguir componentes mecânicos, fabricados com materiais cada vez mais leves e resistentes, objetivando a minimização de peso e a diminuição no consumo de combustíveis (Y.GAO, ZHU ET AL., 1998).

2.6.1 Mecanismos Do Processo Solidificação Sob Pressão

No processo solidificação sob pressão o metal, após fusão e vazamento, solidifica sob pressão dentro de um molde permanente posicionado entre as placas de uma prensa hidráulica. O processo é mostrado esquematicamente na Figura 2.9 e pode ser dividido em quatro etapas (SILVA, 2014 et. al HU, 1998).

Figura 2.9 – Esquema do processo solidificação sob pressão: (a) fusão do metal, pré-aquecimento e lubrificação, (b) vazamento na coquilha, (c) solidificação do metal sob pressão, (d) ejeção da peça, limpeza da coquilha e recarga.



(Adaptado de GHOMASHCH, 2014)

a) Uma coquilha ou molde de aço apropriada é instalada sobre a base de uma prensa hidráulica. Geralmente o conjunto é pré-aquecido até a temperatura de trabalho desejada. Durante o pré-aquecimento a coquilha é revestida com material refratário ou grafite para facilitar a desmoldagem.

b) Uma quantidade exata de metal fundido é vazada dentro do molde.

Após o vazamento, o punção, é abaixado entrando em contato com o metal líquido;

c) A pressão é aplicada sob o metal fundido e é mantida até que todo o metal esteja solidificado;

d) O punção retorna para sua posição original e a peça fundida é ejetada.

Dois vertentes do processo podem ser destacadas, são elas: fundição com compressão direta e fundição com compressão indireta. Os processos diferem pela forma como a pressão é aplicada ao elemento. No processo solidificação sob pressão por via direta, o metal é solidificado sob a ação de um punção que lhe aplica uma pressão suficientemente elevada para evitar a formação de porosidades, originadas por gases aprisionados ou por porosidades do tipo shrinkage, Ademais, o elevado nível de pressão aplicado elimina a formação de uma camada de ar existente entre o metal fundido e as paredes do molde, o que implica numa maior taxa de transferência de calor e consequentemente uma estrutura mais refinada. Utilizada com grande frequência na obtenção de compósitos de matrizes metálicas e componentes com elevada integridade estrutural (BRITO et al; Yang, 2003).

Contudo, uma desvantagem importante a ser levada em consideração é o fato de que, o processo requer a aplicação de uma quantidade bastante próxima da massa final do componente que é vazada em um molde pré-aquecido (Horynovãj, Zapletal et al.). Haja visto que uma quantidade inferior à necessária para o total preenchimento do molde pode implicar em peças defeituosas, assim como o excesso de material pode provocar danos ao conjunto molde/punção.

No processo solidificação sob pressão por via indireta, o metal é injetado no interior do molde por meio de um pequeno pistão que encontra-se mergulhado no banho metálico, uma vantagem desse processo, é que o equipamento

utilizado permite dosar a quantidade de material necessário por meio de uma câmara localizada geralmente abaixo do molde (Horynovãj, Zapletal et al.), duas grandes desvantagens são, a necessidade de máquinas mais complexas além de ser extremamente difícil de se obter ligas com elevada resistência

O processo solidificação sob pressão por via direta é mais restrito, devido as características do molde que limitam a massa máxima do componente em cerca de 10kg. Já o processo por via indireta é mais viável industrialmente, por que é capaz de produzir geometrias mais complexas e de maior massa como rodas para a indústria automobilística. (GHOMASHCHI E VIKHROV, 2000).

2.6.2 Parâmetros Do Processo

Vários parâmetros influenciam no processo de Solidificação sob pressão, como o volume de metal fundido, superaquecimento, temperatura das ferramentas, tempo de espera para pressurização, tempo de duração da aplicação da pressão (MATER, 1998, DORCIC, 1988). Mas a pressão aplicada é, sem dúvida, o parâmetro que tem mais efeito sobre a peça fundida porque, principalmente, ela modifica a temperatura de solidificação da liga e aumenta a taxa de transferência de calor na interface metal-molde. Por sua vez, estas modificações afetam a microestrutura e as propriedades mecânicas do material (GHOMASHCHI, 1998).

É sabido que a aplicação de pressão, no processo de fundição, promove uma diminuição significativa da porosidade, aumento da densidade, diminuição de defeitos devido à contração e diminuição do tamanho de grão, como mencionado por (Boschetto, Costanza *et al.*, 2007) e (Yang, 2003).

Neste último caso, observa-se que o tamanho de grão está intrinsecamente ligado à taxa de resfriamento durante a solidificação. De fato, a combinação de elevadas pressões e as propriedades térmicas do material do molde podem promover elevadíssimos coeficientes de transferência de calor que resultam em microestruturas bem mais refinadas, assim como tenacidade maior que os materiais produzidos por fundição por gravidade. Contudo, Chadwick e

Yue (1996) tem proposto que a pressão não tem efeito no refinamento de grão. A fina estrutura refinada observada, provém, principalmente, do coeficiente de transferência de calor, isto é, enormes taxas de resfriamento para a liga solidificada devido à redução ou eliminação na camada de ar existente entre o metal fundido e as paredes do molde, permitindo maior contato para a transferência de calor (BRITO, 2015 et al.).

A elevada pressão aplicada, em torno de 70 MPa, é suficiente para evitar a formação de porosidade; além disso, a tendência à formação de poros é limitada pelo uso de um superaquecimento mínimo, este último é possível porque na fundição sob pressão a fluidez do metal líquido, que requer altas temperaturas de vazamento, não é necessária para o preenchimento da coquilha, o qual é obtido pela aplicação da pressão. Nas seções mais espessas da peça, onde existe maior probabilidade de aparecimento de porosidade, a pressão faz com que o metal líquido que se encontra nos pontos mais quentes seja deslocado para preencher os poros que estão se formando, impedindo com isso seu desenvolvimento. Este mecanismo é bastante satisfatório em ligas com grande intervalo de solidificação, obtendo-se peças muito homogêneas sem a necessidade de pressões muito altas (acima de 100 MPa) (SILVA 2014 et al DORIC, 1988).

Convém notar que em alguns casos, o processo solidificação sob pressão requer a aplicação de pressões extremamente elevadas, como aquelas adotadas para as ligas AA7010 (Yue, 1997). Não obstante, a pressão aplicada só garante melhorias nas propriedades mecânicas como um todo até determinados valores, ou seja, não é viável se alterar demasiadamente os níveis de pressão aplicados, uma vez que a partir de determinado ponto a relação da resistência à tração torna-se assintótica em relação à pressão aplicada (Dai, Wu et al.). Em trabalho realizado por Wu et al. (2010), constata-se que a partir de 75MPa não é mais possível detectar mudanças significativas nas propriedades mecânicas da liga Al-Cu-Mn-Ti.

2.6.3 Defeitos e Métodos De Prevenção

A qualidade e a reprodutibilidade das peças produzidas por solidificação sob pressão, depende da manutenção das variáveis otimizadas do processo. Desvios das condições ótimas de operação podem causar os seguintes defeitos:

- Porosidade – Porosidades podem ocorrer quando a pressão aplicada é insuficiente.
- Inclusões de óxidos – resultam de uma limpeza deficiente dos sistemas de fusão e vazamento. Para diminuir a possibilidade de inclusões devem existir filtros ou redução da turbulência durante o vazamento.
- Segregação por extrusão – a micro-segregação que ocorre em solidificação sob pressão é muito inferior aos valores obtidos por outros processos. Entretanto, as zonas preenchidas por extrusão inversa são ricas em soluto e as últimas a se solidificar. Isto pode levar a variações locais nas propriedades mecânicas e de corrosão.
- Segregação pela linha central – defeito habitualmente encontrado em ligas forjadas de alumínio com soluto de baixo ponto de fusão. O soluto fica em geral retido no centro das partes mais maciças da peça, que é a última a se solidificar. O defeito é evitado tomando-se as mesmas medidas sugeridas para o caso acima. Às vezes é necessária a escolha de uma liga alternativa.
- Poros superficiais – O ar ou gás presente no banho pode formar bolhas na superfície quando a pressão é retirada ou em tratamentos térmicos posteriores. Este problema é resolvido através de degaseificação antes do vazamento, uso de menor velocidade no fechamento da coquilha, aumento da ventilação ou redução da temperatura de vazamento.
- Trincas a frio – são causadas quando o metal líquido recobre camadas já solidificadas. Para evitar este problema deve-se aumentar à temperatura de vazamento e/ou a temperatura da coquilha.
- Trincas a quente – ocorrem em ligas com grande intervalo de solidificação. A contração da fase sólida em torno da superfície do molde pode iniciar rupturas em zonas já parcialmente solidificadas. Neste

caso deve-se reduzir a temperatura de vazamento e da coquilha, aumentar o tempo de pressurização e aumentar os ângulos de extração da peça.

- Aderência – se o ciclo de produção for muito rápido as ferramentas não tem tempo para resfriar e, assim, uma camada fina adere à superfície do molde em alguns pontos, devido à micro-soldagem. Diminuir a temperatura de vazamento minimiza o problema embora a redução da temperatura da coquilha seja mais recomendável.

CAPÍTULO III

3. MATERIAIS E MÉTODOS

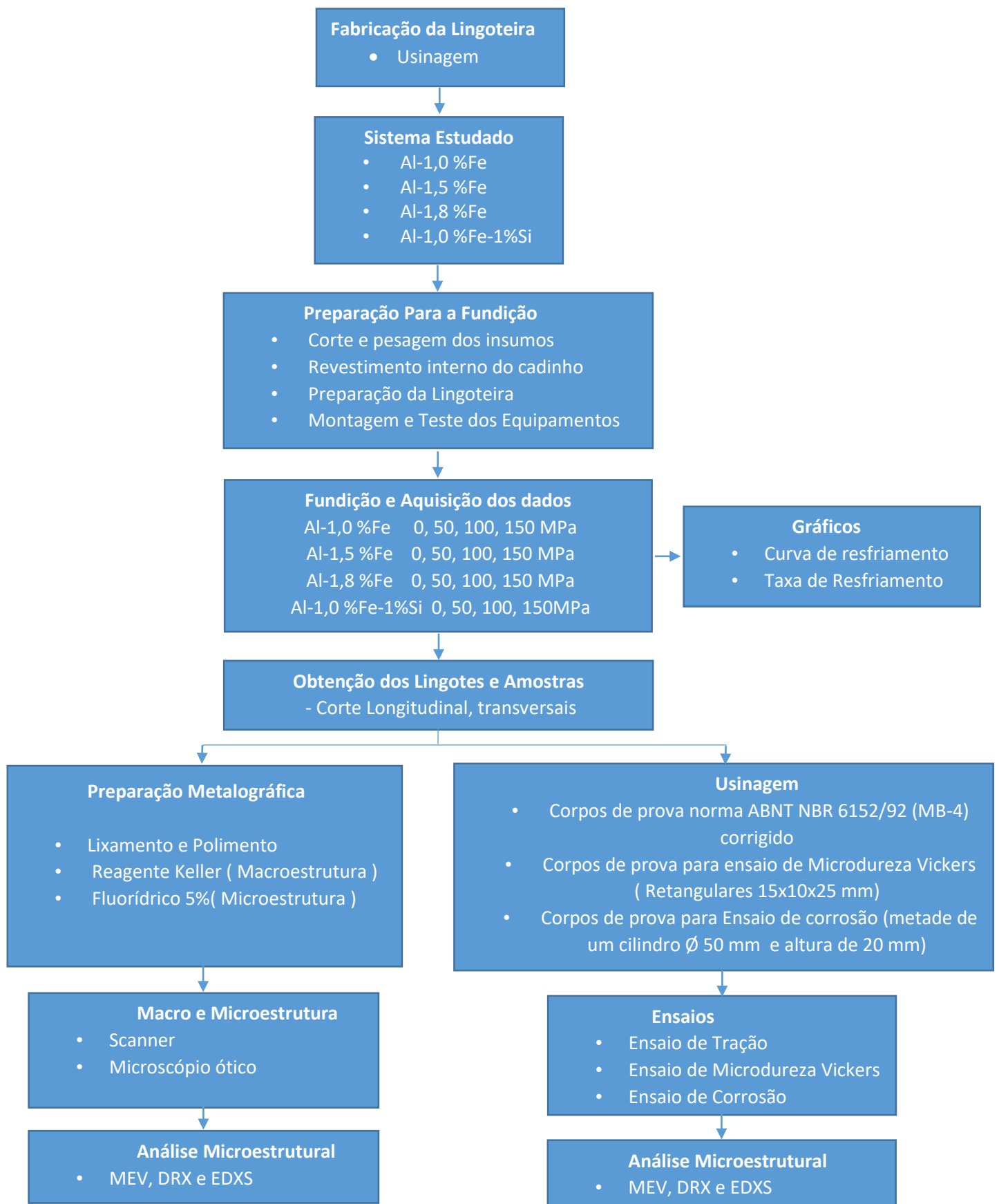
3.1 Planejamento experimental

Neste capítulo, são apresentadas as etapas do processo experimental utilizado, assim como os materiais e equipamentos necessários à realização deste trabalho:

1. Obtenção das ligas Al-Fe e Al-Fe-Si;
2. Obtenção dos lingotes solidificados pelo processo de solidificação sob pressão;
3. Registro das curvas experimentais de resfriamento das ligas;
4. Determinação da variável térmica experimental (Taxa de resfriamento) das ligas.
5. Análise macroestrutural;
6. Análise microestrutural;
7. Realização de análises no MEV com o objetivo de identificar os intermetálicos Al_6Fe ou Al_3Fe ;
8. Ensaio de tração para determinar o (LRT);
9. Ensaio de Microdureza Vickers;
10. Ensaio de Corrosão.

Na Figura 3.1 baixo temos o fluxograma representando as etapas acima citadas:

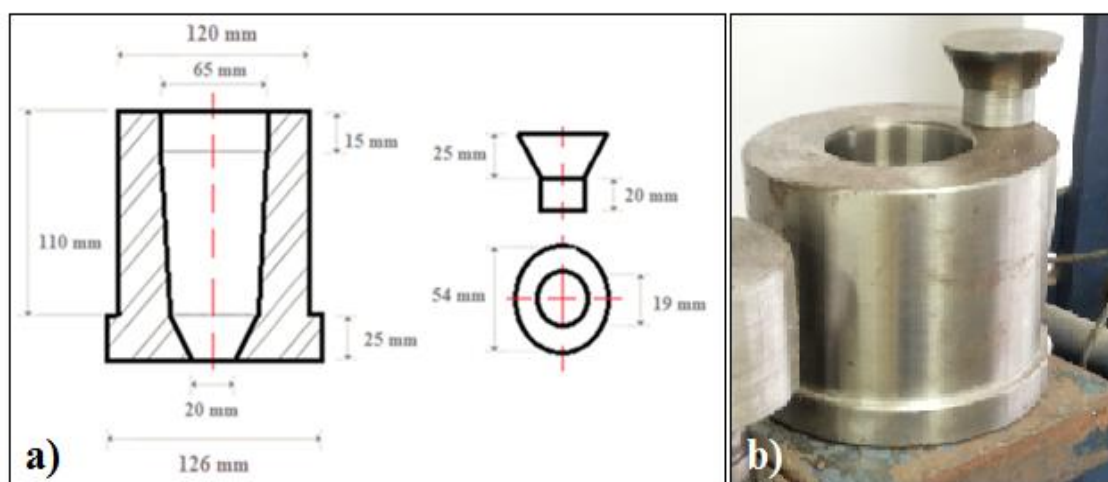
Figura 3.1- Fluxograma dos procedimentos experimentais



3.2 Equipamentos e acessórios utilizados para obtenção e análise das ligas

Lingoteira em aço AISI 1020, conforme as dimensões da Figura 3.1 (a) e já usinada na Figura 3.1 (b). Para o monitoramento dos perfis térmicos foram realizados furos na parede da lingoteira para a colocação dos termopares conforme a Figura 3.3 para obtenção das curvas de resfriamento durante o processo de solidificação sob pressão.

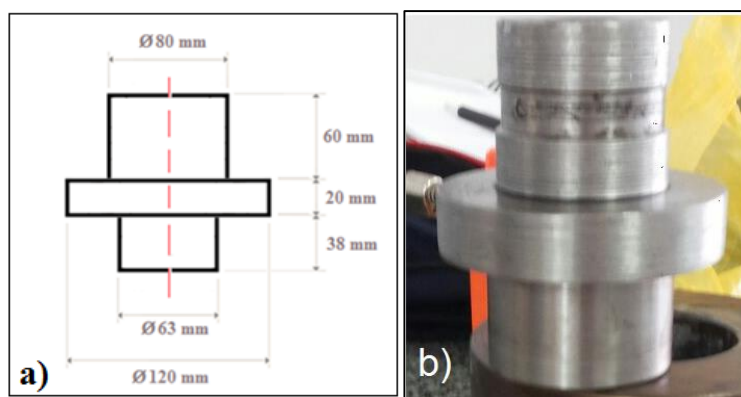
Figura 3.1 - a) Dimensões da lingoteira, b) Lingoteira usinada



(Fonte: Lima 2019)

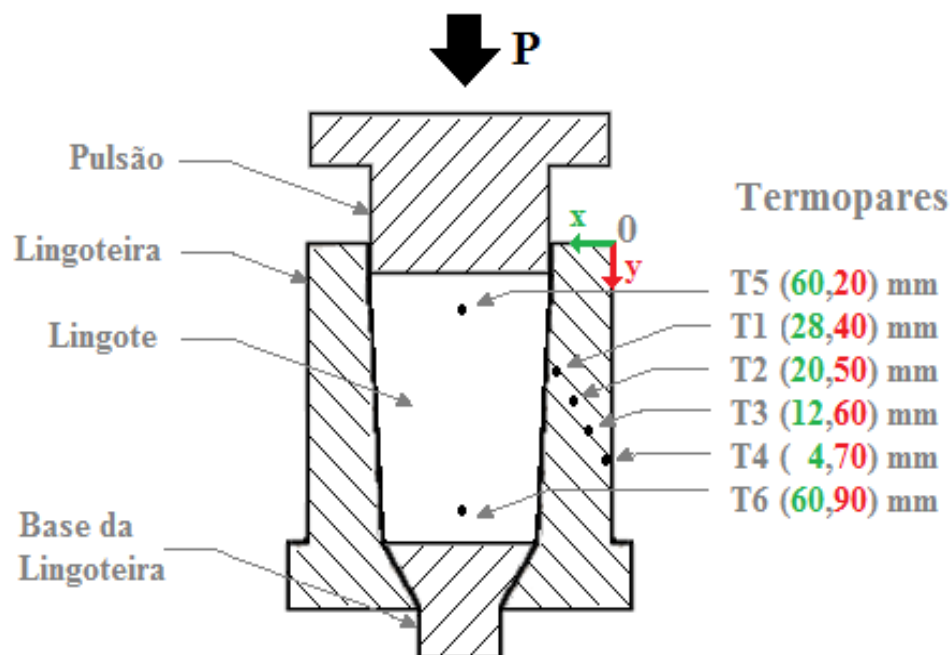
Pulsão em aço AISI 1020, conforme as dimensões da Figura 3.2

Figura 3.2- a) Dimensões do pulsão b) Pulsão usinada



(Fonte: Lima 2019)

Figura 3.2- Posicionamento dos termopares utilizados para monitoramento da solidificação durante o processo Solidificação sob pressão



(Fonte: Lima 2019)

Balança de precisão SHIMADZU com capacidade máxima de 6,2 Kg modelo UX6200H.

Forno Tipo Mufla com resistência de saída de 6 KW fabricado pela Fornos JUNG.

Cadinho de carvão de silício revestido internamente por uma camada protetora de Alumina, para evitar a contaminação da liga estudada

Prensa hidráulica com capacidade de 60 toneladas semiautomática da marca Hidraumax.

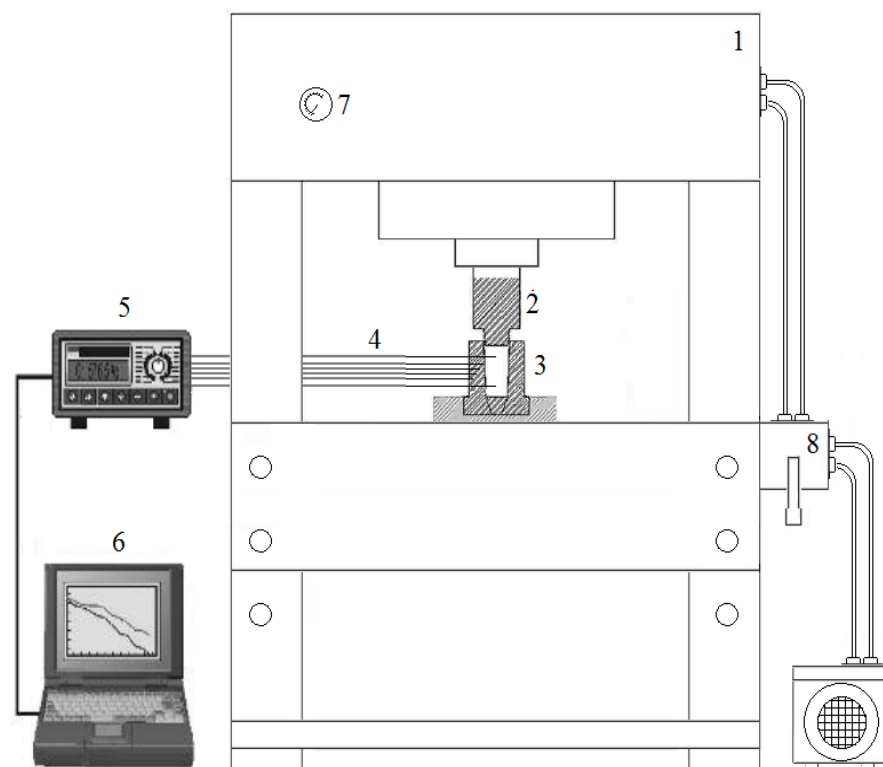
Serra de fita modelo SBS 1018-S da AGRA.

3.3 Acessórios E Equipamentos Para Aquisição Dos Dados Térmicos

Termopares o termopar escolhido foi tipo K, com sua faixa de utilização que é de -270 °C a 1200 °C, com diâmetro de 1,6 mm.

Sistema de aquisição de dados é composto por um computador conectado a um registrador de temperatura associado com seis termopares, juntamente com uma prensa hidráulica para variarmos a pressão no processo de solidificação. As temperaturas de vazamento, a temperatura da lingoteira e os perfis térmicos são monitoradas desde o início do vazamento até a completa solidificação, na Figura 3.4 temos o esquema experimental completo do processo de solidificação sob pressão.

Figura 3.4. (a) Representação esquemática da solidificação experimental de fundição por compressão (1) prensa hidráulica; (2) Pulsão; (3) molde cilíndrico; (4) termopares; (5) Registrador de Temperatura; (6) software de aquisição de computadores e dados; (7) manômetro; (8) controle de pressão hidráulica.



(Fonte: Lima 2019)

3.4 Equipamento Utilizados Para A Determinação Da Microestrutura, Micro dureza.

Microscópio ótico marca OLYMPUS BX 51 com interface com um computador.

Potenciostato/galvanostato, marca Autolab, modelo: PGSTAT 128N. Para registro e interpretação dos dados, utilizou-se um sistema de aquisição de dados NOVA.

Microdurômetro. modelo ISH DV 1000 com interface com um computador.

3.5 Obtenção Das Ligas

As ligas foram elaboradas com proporções relativas das seguintes composições Al-1%Fe; Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe-1,0%Si (% em peso), utilizou-se matérias-primas consideradas comercialmente puras, com os resultados das análises químicas conforme a Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Análise química dos materiais utilizados na preparação das ligas Al-Fe

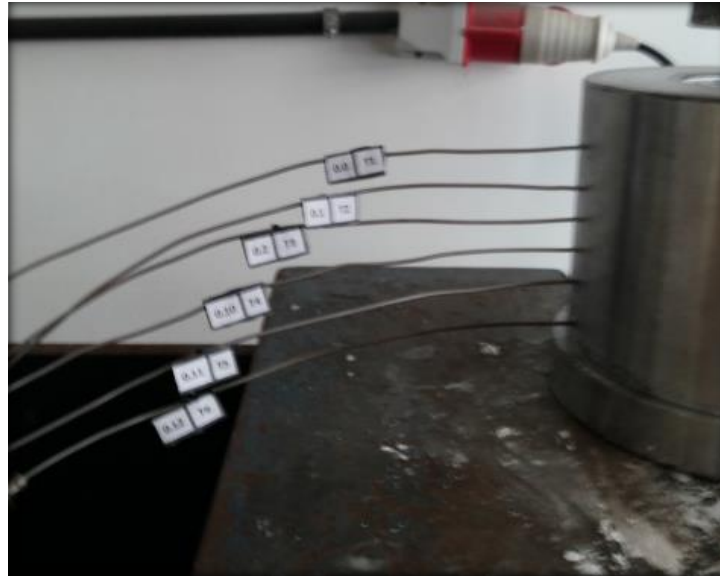
Metais	Composição Química [% em peso]						
	Al	Fe	Ni	Si	Ti	P	Cu
Al	Balanço	0,03	-	0,03	0,01	-	0,01
Fe	-	Balanço	0,01	0,01	-	-	0,01
Si	-	0,01	0,01	Balanço	-	0,01	-

TED Metais LTDA, (Fonte: Lima 2019)

Depois de pesado o material para a preparação de um lingote, o que corresponde a 700g, o alumínio e ferro foram colocados em um cadinho de carbetto de silício, revestido com alumina para evitar a contaminação da liga fundida, e levado ao forno tipo mufla, depois de fundido os materiais, o banho metálico foi homogeneizado de 30 em 30 minutos permanecendo cerca de 1,5 horas no forno. A lingoteira foi inserida no forno para o seu aquecimento a qual foi devidamente monitorada através de termopares até atingir 200°C.

Em seguida a lingoteira foi retirada do forno e posicionada na prensa, onde os 6 termopares foram devidamente ajustados e numerados conforme mostra a Figura 3.5

Figura 3.5 - Posicionamento dos termopares para o acompanhamento do perfil térmico de solidificação ao longo da lingoteira e do metal líquido.



(Fonte: Lima 2019)

Após a montagem dos termopares na lingoteira e alcançada a temperatura de vazamento, as ligas foram retiradas do forno, e vazadas com um superaquecimento de 15%, acima da temperatura líquida de cada liga.

Após o vazamento e ainda com o metal no estado líquido, aplica-se a pressão durante um tempo de 15 segundos, as pressões variam de ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa. Logo após cessada a pressurização retira-se o lingote já solidificado, utilizou-se a seguinte nomenclatura para os corpos de prova, experimentais obtidos após o processo de solidificação.

Tabela 3.2 Nomenclatura utilizada para a identificação dos lingotes obtidos após a solidificação pelo processo Solidificação sob pressão.

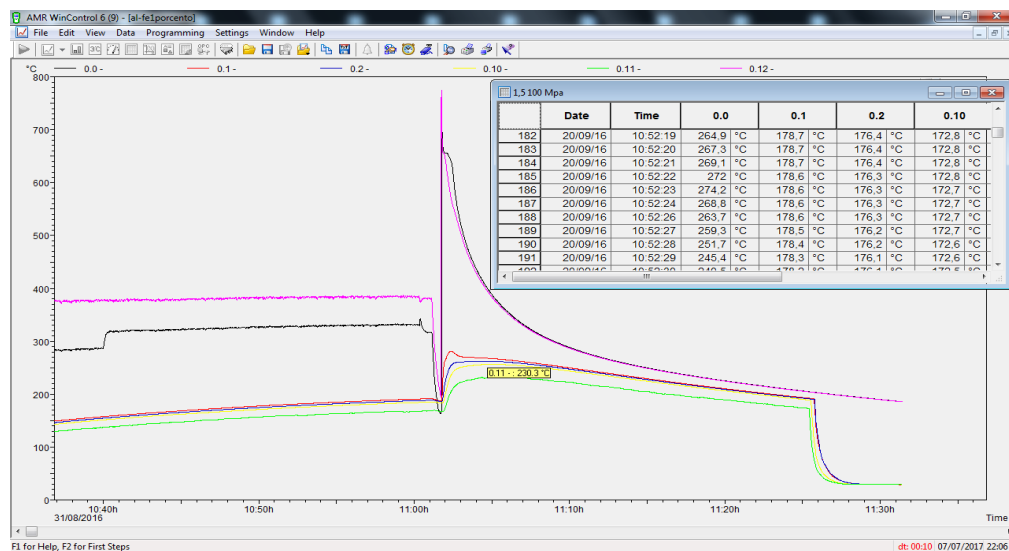
Lingotes	Nomenclatura	Composição	Pressão (MPa)
1	L ₁	Al-1%Fe	0
2	L ₂	Al-1%Fe	50
3	L ₃	Al-1%Fe	100
4	L ₄	Al-1%Fe	150
5	L ₅	Al-1,5% Fe	0
6	L ₆	Al-1,5% Fe	50
7	L ₇	Al-1,5% Fe	100
8	L ₈	Al-1,5% Fe	150
9	L ₉	Al-1,8% Fe	0
10	L ₁₀	Al-1,8% Fe	50
11	L ₁₁	Al-1,8% Fe	100
12	L ₁₂	Al-1,8% Fe	150
13	L ₁₃	Al-1,0% Fe-1,0% Si	0
14	L ₁₄	Al-1,0% Fe-1,0% Si	50
15	L ₁₅	Al-1,0% Fe-1,0% Si	100
16	L ₁₆	Al-1,0% Fe-1,0% Si	150

(Fonte: Lima 2019)

3.6 Determinação Dos Perfis Térmicos E Das Taxas De Resfriamento Da Solidificação

Ao término da solidificação, os dados experimentais foram obtidos por meio de um sistema de aquisição de dados e plotados em um gráfico de temperatura versus tempo ao longo do processo de solidificação. Este sistema de aquisição de dados é composto por um controlador da marca AMEMO 2890-9 da AHLBORN, com seis termopares tipo k acoplados e um computador, conforme a Figura 3.4, onde os sinais em (mV) dos termopares são convertidos em códigos binários pelo programa AMRWincontrol. na figura 3.6 temos um exemplo desse monitoramento durante todo o processo de solidificação.

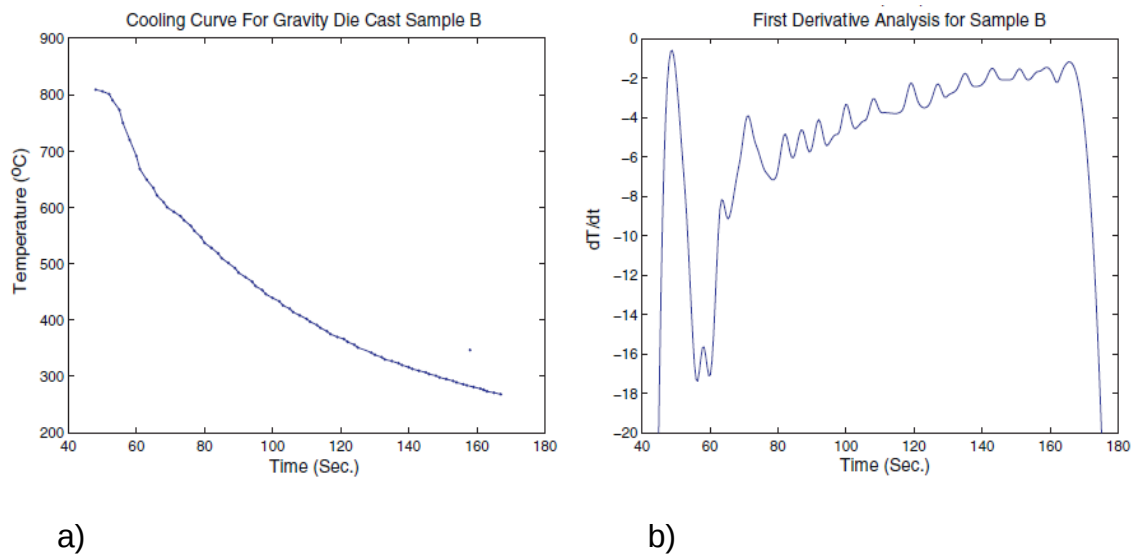
. Figura 3.6 – Programa AMR WinControl



(Fonte: Lima 2019)

A partir das curvas de resfriamentos obtidas usou-se a abordagem proposta por AMIN, 2012 com ligas de Al-4,0%Cu, para quantificar a taxa de extração de calor, que consiste em plotar o gráfico $\dot{T} = DT/Dt$ (°C/s) em função do tempo, ao longo de todo o processo de solidificação no Solidificação sob pressão, conforme mostra a Figura 3.7.

Figura 3.7 Gráficos das curvas de resfriamento: a) Perfis térmicos temperatura ($^{\circ}\text{C/s}$) em função do tempo (s) , (b) Taxa de resfriamento ($^{\circ}\text{C/s}$) em função do tempo (s)

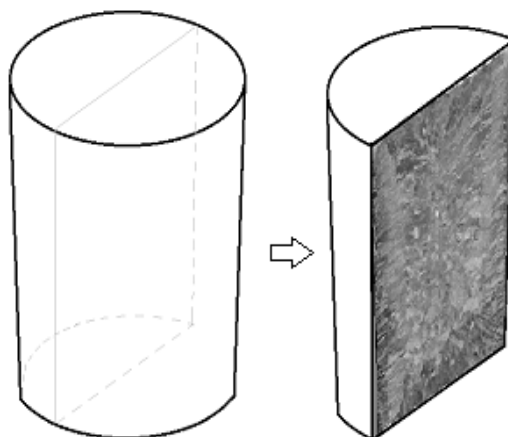


(Fonte: AMIN, 2012)

3.7 Procedimento Para Análise Macroscópica

Para a análise macroscópica os lingotes foram seccionados longitudinalmente conforme mostra a Figura 3.8, para visualizarmos como se apresenta a macroestrutura em todo o lingote.

Figura 3.8 Seccionamento do lingote longitudinalmente

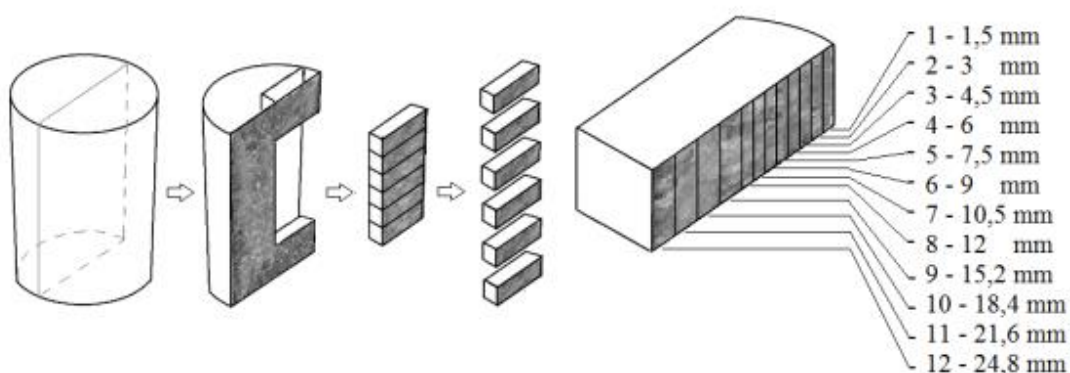


(Fonte: Lima 2019)

Em seguida realizou-se o lixamento na Politriz, refrigerada a água, com a seguinte sequência de granulação de lixas: 60, 180, 320, 400 e 600 *mesh*, com o objetivo de preparar a superfície para o ataque químico. Depois de lixada realizamos o ataque químico para a revelação da macroestrutura, o reagente utilizado foi o reagente Keller (uma solução de 10 ml de Ácido Fluorídrico, 15 ml de Ácido Clorídrico, 25ml de Ácido Nítrico e 50ml de Água), posteriormente as foram peças digitalizadas.

Após a revelação das macroestrutura, dividiu-se a parte seccionada longitudinalmente em 6 partes conforme a Figura 3.9 para a análise da microestrutura, em seguida lixou-se as amostras com as lixas de granulometria de, lixas variando de 100 até 1200 *mesh*, em seguida realizou-se o polimento com alumina e pasta de diamante de $\frac{1}{4}$ μm , com as peças devidamente polidas, foram submetidas ao ataque químico, para a obtenção das microestruturas com um solução contendo 5%Hf em água durante 30s.

Figura 3.9 - Representação esquemática do processo de obtenção do espaçamento celular



(Fonte: Lima 2019)

3.8 Procedimento para Análises de Espaçamentos celulares e Microdureza Vickers

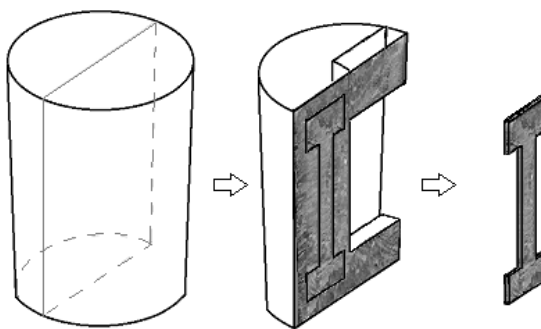
Para a medição dos espaçamentos celulares e microdureza vickers foi realizado primeiramente uma divisão de 12 partes em cada amostra, sendo a primeira posição localizada a 1,5mm da parede externa (interface metal/molde), a segunda a 3 mm da parede, com espaçamento de 1,5 entre as posições até a

oitava posição, a partir da nona posição até a décima segunda os espaços entre as posições são de 3,2 mm conforme mostra a Figura 3.9, os valores de λ_c foram medidos perpendicularmente ao fluxo de calor do corpo de prova, utilizando o método de centro a centro e dos triângulo (GOULART, 2010), os resultados obtidos foram as médias de 10 valores para cada posição selecionada, obtendo assim uma média com intervalo de dispersão, para todas as peças atacadas e medidas, foram realizados os ensaios de microdureza vickers utilizando as mesmas posições dos espaçamentos, com uma carga de 100gf e tempo equivalente a 10 segundos.

3.9 Procedimento para a Análises do Limite de Resistência a Tração (LRT)

Para aproveitamento máximo do lingote e devido as limitações da quantidade de material, os corpos de prova utilizados para o ensaio de tração foram retirados da mesma seção longitudinal do lingote, conforme se apresenta a Figura 3.10.

Figura 3.10 - Representação da retirada dos corpos de prova para ensaio de tração

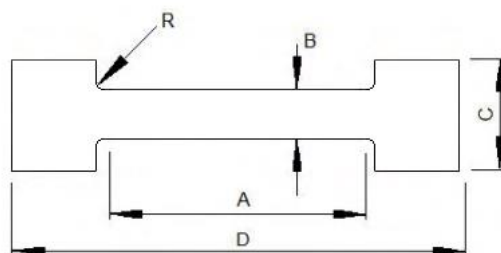


(Fonte: Lima 2019)

Os corpos de prova a serem utilizados no ensaio de tração foram usinados na máquina de eletroerosão a fio CNC EDM AR 1300, a norma base para os corpos de prova foi a ABNT NBR-6152/92 (MB-4) as dimensões foram corrigidas para adequação ao tamanho do corpo de prova, de acordo com a Tabela 3.3.

Tabela 3.3 Dimensões do corpo de prova padronizado e corrigido

	A (mm)	B (mm)	C (mm)	D (mm)	R (mm)
ABNT	75	12,5	20	200	20
Corrigido	40	8	18	76	3



(Fonte: Lima 2019)

A realização dos ensaios a temperatura ambiente se deu em uma máquina servo-hidráulica modelo Servo Pulser EHF Shimadzu, equipada com uma célula de carga de 10 kN e velocidade 2 milímetros por minuto. Após a realização dos ensaios, foram feitas imagens da superfície de fratura, através do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), que juntamente com os gráficos de tensão x deformação auxiliou-se para um maior entendimento do comportamento das ligas estudadas

3.10 Procedimento para a Análises de Corrosão

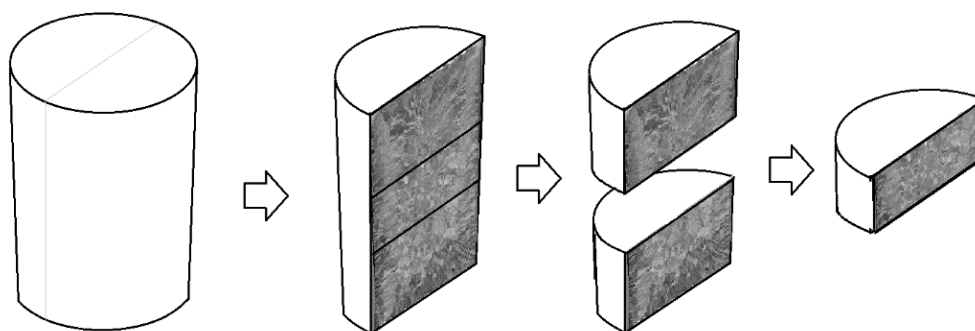
A técnica de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) e o método de polarização Tafel foram os escolhidos, pois, dependendo da situação os testes como salt spray podem mascarar o comportamento do material estudado (BRITO, 2016).

Os ensaios foram realizados com a ajuda do Professor Dr. Crystopher Cardoso De Brito na UNICAMP. As amostras foram usinadas conforme mostra a Figura 3.11.

Os testes de corrosão (EIE e polarização) foram conduzidos em solução aquosa de 3% NaCl, em temperatura ambiente, os ensaios de EIE foram realizados utilizando-se de um potenciostato da EG & G Princeton Applied Research, conjugado a um analisador de frequência, Solartron 1250, célula eletroquímica de vidro contendo o eletrodo de trabalho, lâmina de platina como

contra-eletródo e eletródo de referência padrão (SCE), conforme sugestões da ASTM G3/89. Todos os testes de polarização foram realizados, utilizando-se todos os componentes anteriormente mencionados, exceto o analisador de frequência. Os testes de polarização foram realizados com taxa de varredura de 0,2mV/s de -250mV para +250mV em relação ao potencial em circuito-aberto. As curvas de polarização são expressas como função da densidade de corrente e potencial de eletródo, determinando-se densidade ou taxa de corrosão (I_{Corr}) e potencial de corrosão (E_{Corr}). Os testes de EIE também conduzidos no eletrólito constituído por solução aquosa de 3% NaCl, com o campo de frequência entre 50kHz e 10mHz e amplitude de 10mV, também em relação ao potencial em circuito aberto. Os tempos médios de duração de cada foram de 40 e 15 minutos, respectivamente para Polarização e EIE. O volume do eletrólito foi mantido o mesmo para cada um dos ensaios (500 mL). O eletrólito foi trocado sempre no início de cada novo ensaio, com intuito de manutenção dos valores iniciais do pH da solução, ficando na faixa de 6,3 a 6,7, na faixa de temperaturas de 24 a 26°C.

Figura 3.11 - Representação esquemática de parte do material utilizado para o ensaio de corrosão



(Fonte: Lima 2019)

CAPÍTULO IV

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Considerações Iniciais

Neste capítulo são apresentadas as análises da macroestrutura e microestrutura, perfis térmicos, taxas de resfriamento, e as propriedades mecânicas de limite de resistência a tração e microdureza vickers, obtidas durante a solidificação de ligas diluídas do sistema Al-1%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1%Fe-1%Si durante o processo de solidificação sob pressão.

4.2 Macroestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1%Fe

A Figura 4.1(a), (b), (c) e (d) apresentam a macroestrutura de solidificação obtida para a liga Al-1%Fe, solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa respectivamente.

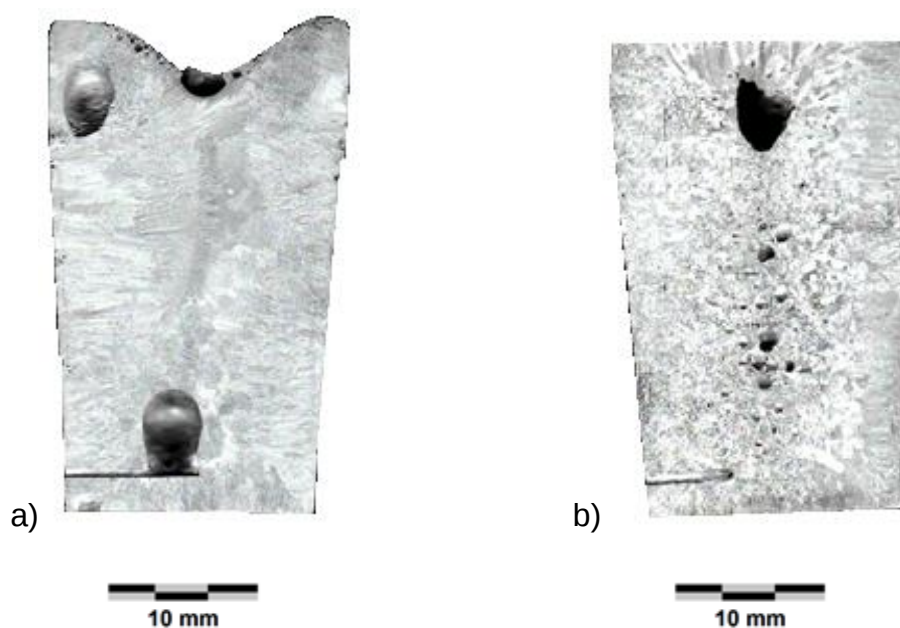
Para a liga Al-1%Fe à pressão ambiente, observamos uma estrutura composta de grande parte de grãos colunar ao longo do lingote, orientados segundo a extração de calor radialmente e alguns grãos equiaxiais grosseiros ao centro, verifica-se também que temos dois defeitos de solidificação; o rechupe que é considerado um defeito vinculado a contração que o metal líquido sofre na passagem do estado líquido para sólido (GARCIA, 2007), e também o defeito de bolhas, que são originadas de 3 razões. A primeira, são reações químicas que ocorrem no metal líquido, a segunda é o aprisionamento de ar pela velocidade de enchimento e geração ação de gás, e a terceira são reações do metal líquido com as paredes do molde (BALDAM e VIEIRA, 2014) ou no nosso caso os termopares.

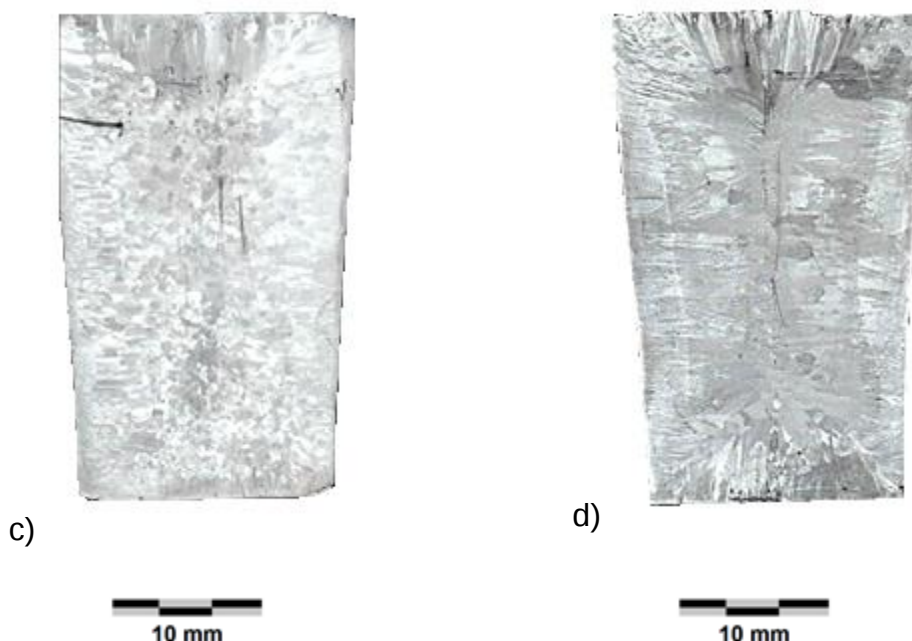
Para a pressão de 50 MPa observamos uma predominância de grãos equiaxiais na região central e uma região colunar ao longo das paredes do lingote, observa-se a formação de uma zona colunar na parte superior do lingote, oriundos da extração de calor do pulsão, nesta peça temos o surgimento do defeito de shrinkage que é um defeito de solidificação proveniente do processo de aprisionamento dos gases durante o processo Solidificação sob pressão, além deste defeito nota-se também o aparecimento de porosidade que são

pequenas bolhas de dimensões variadas, ligeiramente esféricas, exterior, observamos que com o aumento da pressão os defeitos desaparecem na estrutura. Para a pressão de 100 MPa não notamos uma diferença muito grande com relação aos tamanhos das zonas colunares e equiaxiais, e observamos que, com o aumento da pressão os defeitos de bolhas desapareceram

Para a última pressão de 150 MPa vimos a predominância de grãos colunares e alguns grãos equiaxiais em meio a zona colunar, segundo (SIQUEIRA, 2002) taxas de resfriamento mais elevada favorecem o aumento da zona colunar

Figura 4.1 Macroestrutura de solidificação do sistema a) Al-1% Fe pressão Ambiente, b) Al-1% Fe pressão de 50 MPa, c) Al-1% Fe pressão 100 MPa, (d) Al-1% Fe pressão de 150 MPa





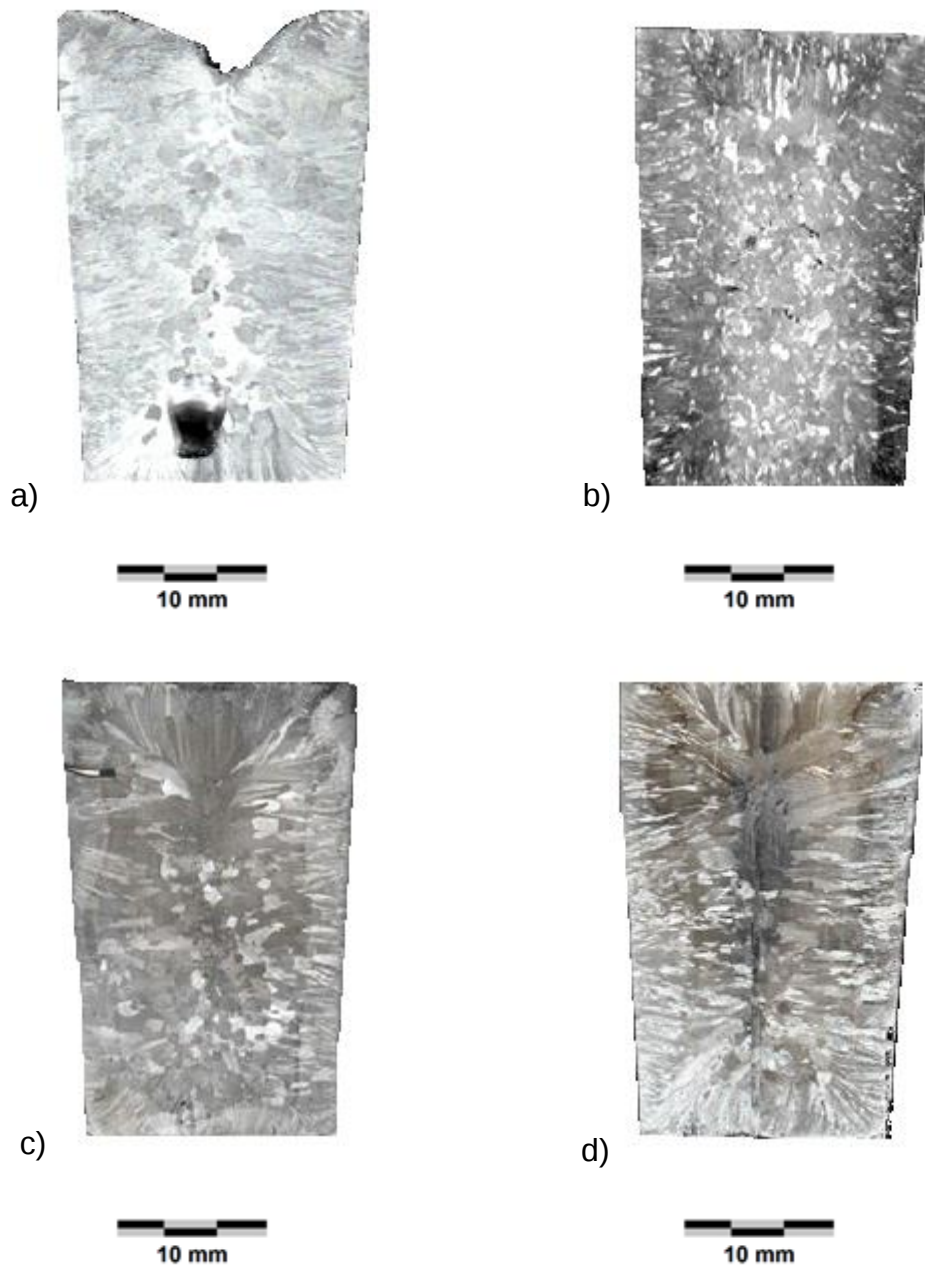
(Fonte: Lima 2019)

4.3 Macroestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1,5%Fe

A Figura 4.2 a), b), c) e d) mostram a macroestrutura obtida para a liga Al-1,5%Fe, solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa. Observa-se que para a pressão ambiente, ocorre a presença de grãos equiaxiais grosseiros no centro do lingote, contudo verifica-se uma predominância de grãos colunares orientados a extração de calor, nota-se também o defeito de shrinkage na base do lingote.

Para pressão de 50 MPa observamos uma diminuição da zona colunar e um aumento dos grãos equiaxiais, e novamente para os lingotes sob pressão, observa-se a formação de uma zona colunar na parte superior do lingote, oriundos da extração de calor do pulsão. Observa-se também alguns defeitos de macrosegregação no centro do lingote, já para a pressão de 100 MPa volta-se a observar um aumento de grãos colunares e uma diminuição de grãos equiaxiais, por fim para a pressão de 150 MPa observamos uma predominância de grãos colunares e poucos grãos equiaxiais e novamente também não se observa defeito de solidificação.

Figura 4.2 Macroestrutura de solidificação do sistema : a) Al-1,5% Fe pressão Ambiente, b) Al-1,5% Fe pressão de 50 MPa, c) Al-1,5% Fe pressão 100 MPa, (d) Al-1,5% Fe pressão de 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

4.4 Macroestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1,8%Fe

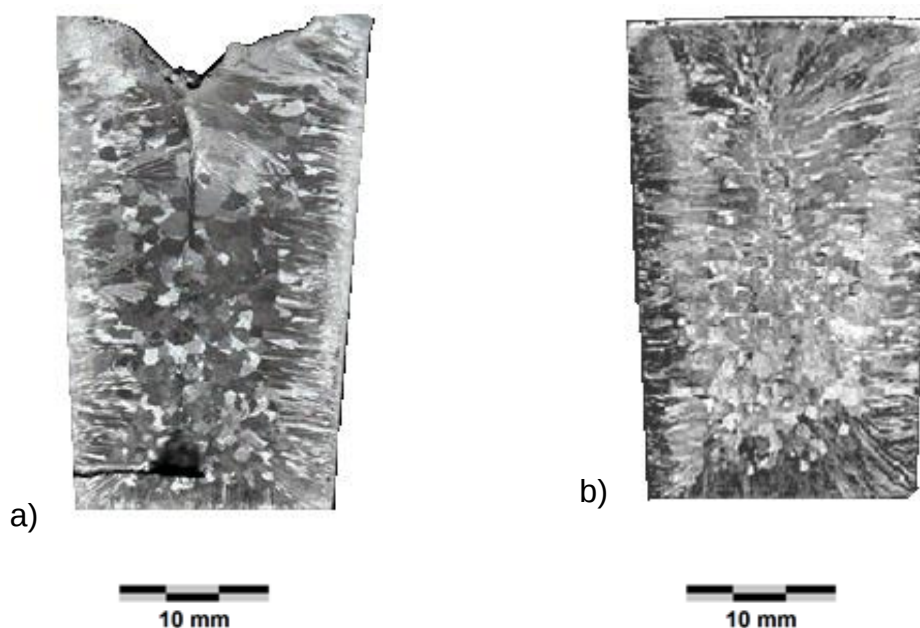
A Figura 4.3 a), b), c) e d) mostram a macroestrutura obtida para a liga Al-1,8%Fe, solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa.

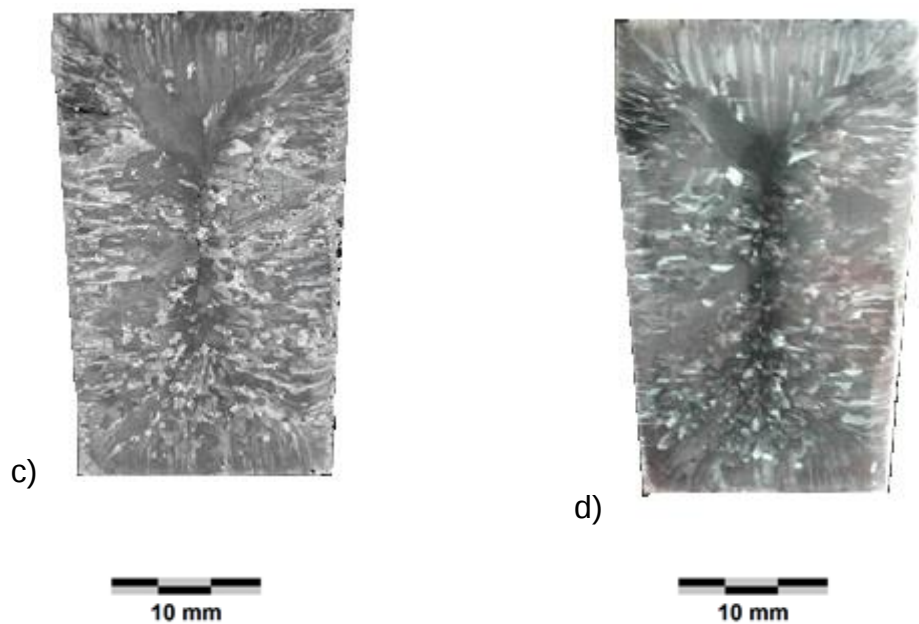
Na pressão ambiente observa-se uma estrutura colunar ao longo da interface metal/molde do lingote e alguns grãos orientados equiaxiais grosseiros localizados no centro do lingote, também observa-se um pequeno defeito de shrinkage na base do mesmo, provavelmente ao terceiro tipo de aprisionamento de ar devido a reações que ocorrem entre o metal líquido com as paredes do molde (BALDAM e VIEIRA, 2014) ou no nosso caso os termopares.

Para a pressão de 50 MPa verifica-se um refino maior da zona equiaxial, nota-se que não há muita diferença de tamanho da zona colunar e equiaxial, percebe-se também a formação de uma zona colunar na parte superior do lingote, oriundos da extração de calor do pulsão, entretanto a zona colunar parece ser maior em extensão que para as outras ligas estudadas

Notamos de maneira geral que para as pressões de 100 MPa e 150 MPa surgem alguns grãos equiaxiais em meio uma matriz de grãos colunares.

Figura 4.3 Macroestrutura de solidificação do sistema : a) Al-1,8% Fe pressão Ambiente, b) Al-1,8% Fe pressão de 50 MPa, c) Al-1,8% Fe pressão 100 MPa, (d) Al-1,8% Fe pressão de 150 MPa





(Fonte: Lima 2019)

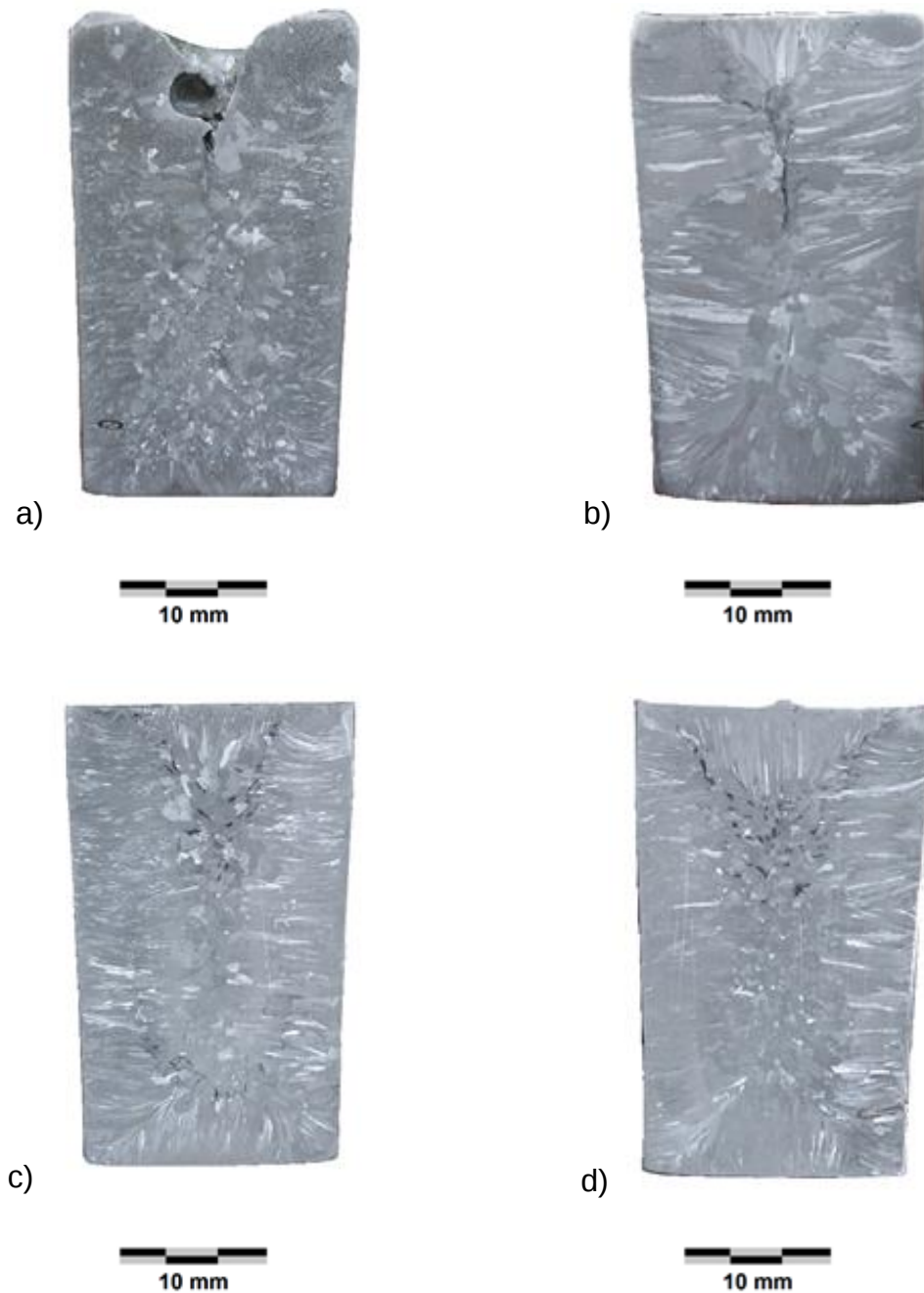
4.5 Macroestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1,0%Fe1,0%Si

A Figura 4.4 a), b), c) e d) mostram a macroestrutura obtida para a liga Al-1,0%Fe1,0%Si, solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa.

Para a liga Al-1%Fe-1%Si à pressão ambiente observamos uma estrutura composta de parte de grãos equiaxiais localizados no centro do lingote e uma estrutura colunar entorno do lingote, orientados segundo a extração de calor radialmente, verifica-se também que temos um aprisionamento de gases junto ao defeito de rechupe. Para a pressão de 50 MPa observamos uma predominância de grãos colunares centrais e consequentemente uma diminuição da zona equiaxial, observamos que com o aumento da pressão os defeitos desaparecem na estrutura.

Para a pressão de 100 MPa e 150 MPa notamos um aumento dos grãos equiaxiais em meio a matriz colunar, para os lingotes sob pressão, novamente, observa-se a formação de uma zona colunar na parte superior do lingote, oriundos da extração de calor do pulsão.

Figura 4.4 Macroestrutura de solidificação do sistema : a) Al-1,0% Fe-1,0% Si pressão Ambiente, b) Al-1,0% Fe-1,0% Si pressão de 50 MPa, c) Al-1,0% Fe-1,0% Si pressão 100 MPa, (d) Al-1,0% Fe-1,0% Si pressão de 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

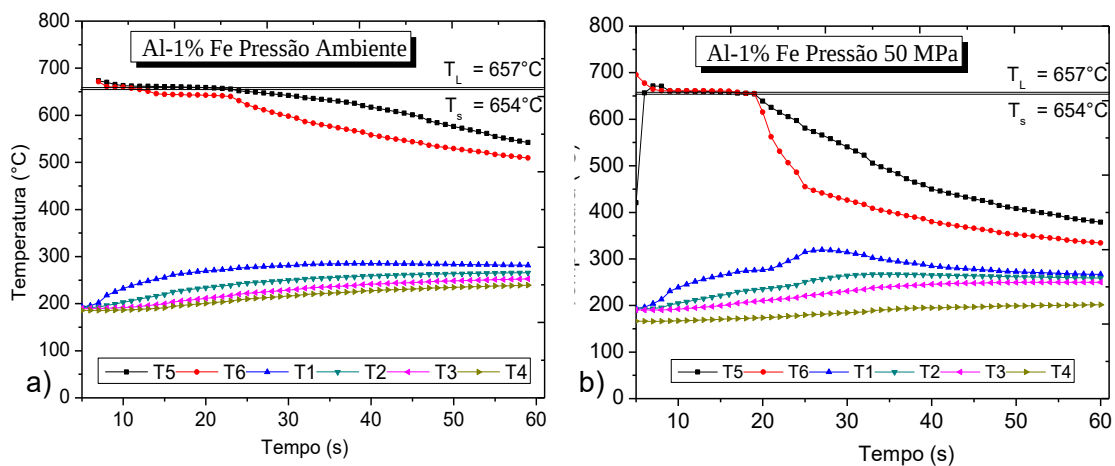
4.6 Perfil Térmico Das Ligas Al-Fe

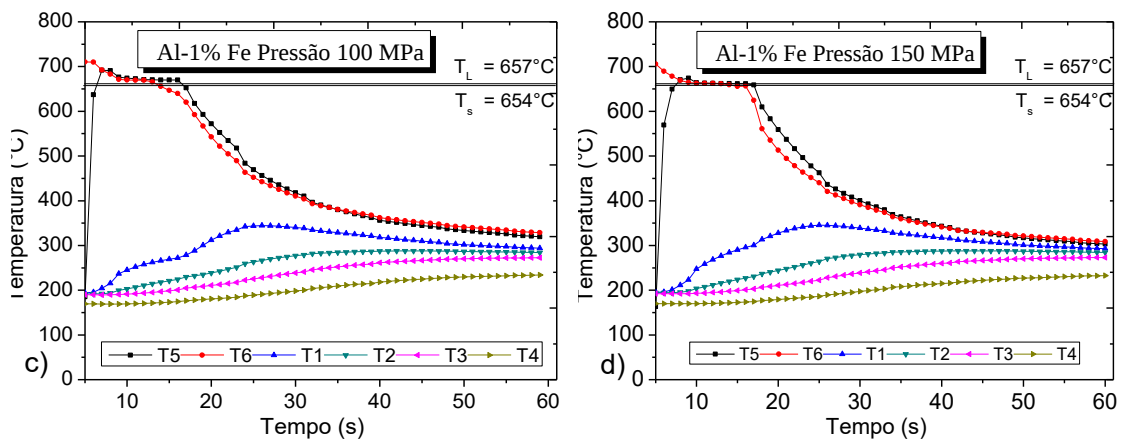
4.6.1 Ligas Al-1%Fe

A Figura 4.5 a), b), c) e d), mostra os perfis térmicos das liga Al-1%Fe solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100MPa e 150 MPa, onde os perfis são as curvas de temperaturas registradas pelos termopares T1, T2, T3, T4, T5 e T6, onde T5 e T6 estão localizados no topo e na base do lingote respectivamente, e os termopares T1 a T4 estão localizados ao longo da parede da lingoteira, observamos os instantes iniciais de vazamento, passando pelas linhas liquidus - T_L e solidus - T_s , até a completa solidificação, devido a pequena variação entre $T_L - T_s$, foi padronizado 60 segundos em todos os gráficos, conforme ilustra a Figura 4.5, 4.6, 4.7 e 4.8.

A Figura 4.5 nos mostra T5 (preto) e T6 (vermelho) na parte superior, onde temos uma região prolongada de resfriamento desde o completo vazamento e estabilizando a temperatura entorno de 670°C, essa estabilização se dá devido a troca de calor nos instantes iniciais de preenchimento do molde, passando por $T_L = 657^\circ\text{C}$ e $T_s = 654^\circ\text{C}$ e depois de 60s temos a completa solidificação onde temos $T5 = 540^\circ\text{C}$ e $T6 = 510^\circ\text{C}$, também mostrado na Tabela 4.1.

Figura 4.5 - Perfil térmico para a liga Al-1,0%: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa





(Fonte: Lima 2019) 32454641

Para a pressão de 50MPa Figura (b) antes de se aplicar a pressão, ocorre a estabilização, que se dá devido a troca de calor nos instantes iniciais de preenchimento do molde igualmente na pressão ambiente, mas entorno de 18 segundos, quando se inicia a aplicação da pressão de 50 MPa, neste instante as curvas de resfriamento mudam de declividade, passando por T_L e depois de 60 segundos temos a completa solidificação onde temos $T5 = 382,8^{\circ}\text{C}$ e $T6 = 338,3^{\circ}\text{C}$, que são temperaturas bem menores do que aquelas para o caso da solidificação sem pressão de acordo com a Tabela 4.1, indicando um resfriamento bem mais rápido deste processo, de forma análoga esse comportamento também é observado nas Figuras 4.5 c) e d).

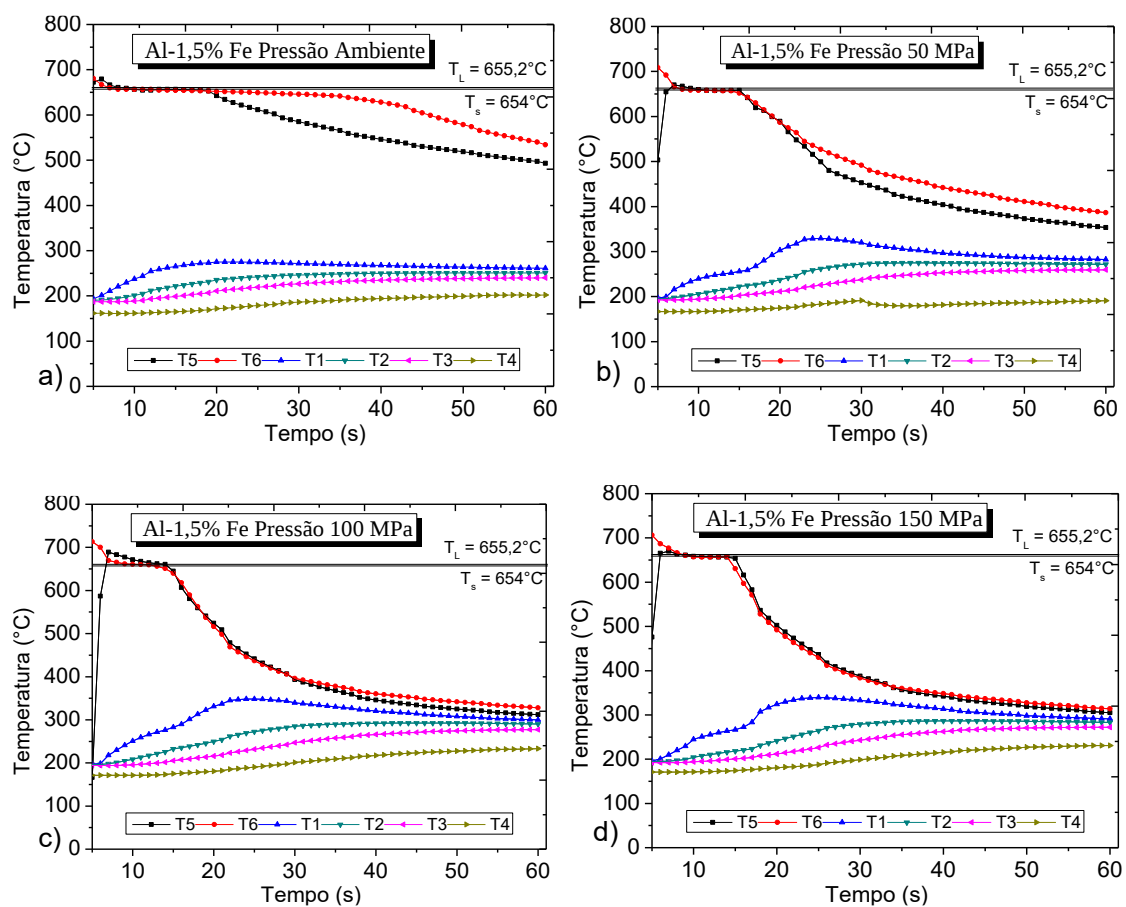
Verifica-se de maneira geral que com o aumento da pressão temos uma troca de calor mais eficiente, devido a diminuição do gap de ar entre o lingote e a lingoteira, implicando em um resfriamento mais rápido, podendo ser verificado com as temperaturas T5 e T6 finais do processo nas Figuras 4.5 a), b), c) e d) e na Tabela 4.1, esse decaimento de temperatura pode ser observado nos estudos de (AMIN 2012, MOREIRA 2011).

Com relação a temperatura da lingoteira, temos as curvas de resfriamento registradas pelos termopares T1, T2, T3 e T4, onde observa-se um aumento maior de temperatura na parede interna correspondente a T1, em seguida dos termopares T2, T3 e T4 localizado mais externos à lingoteira, esse comportamento foi o mesmo em comparação com liga de alumínio fundido de (AWEDA, 2008, SANTOS 2001).

4.6.2 Liga Al-1,5%Fe

A Figura 4.6 a), nos mostra novamente de forma análoga a Figura 4.5 a), a estabilização dos valores de temperatura dos termopares T5 e T6, em seguida observamos um resfriamento lento passando por $T_L = 655,2^\circ\text{C}$ e $T_s = 654^\circ\text{C}$ onde temos uma diferença entre as curvas T5 e T6, o que nos indica que provavelmente os defeitos de solidificação implicam em pequenas alterações de resfriamento, e após 60s T5 a 493°C e T6 a $533,8^\circ\text{C}$.

Figura 4.6 Perfil térmico para a liga Al-1,5%: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

Com a adição de 0,5% de ferro, de uma forma geral, não observamos uma diferença significativa nos perfis térmicos, a não ser pelas menores temperaturas finais do processo, provavelmente esse processo se dá pela variação da fluidez da liga com adição do ferro em ligas hipoeutéticas de Al-Fe (GOULART, 2010), que normalmente aumenta à medida que a composição se aproxima de um eutético, o que concorda com a tendência observada em outros sistemas

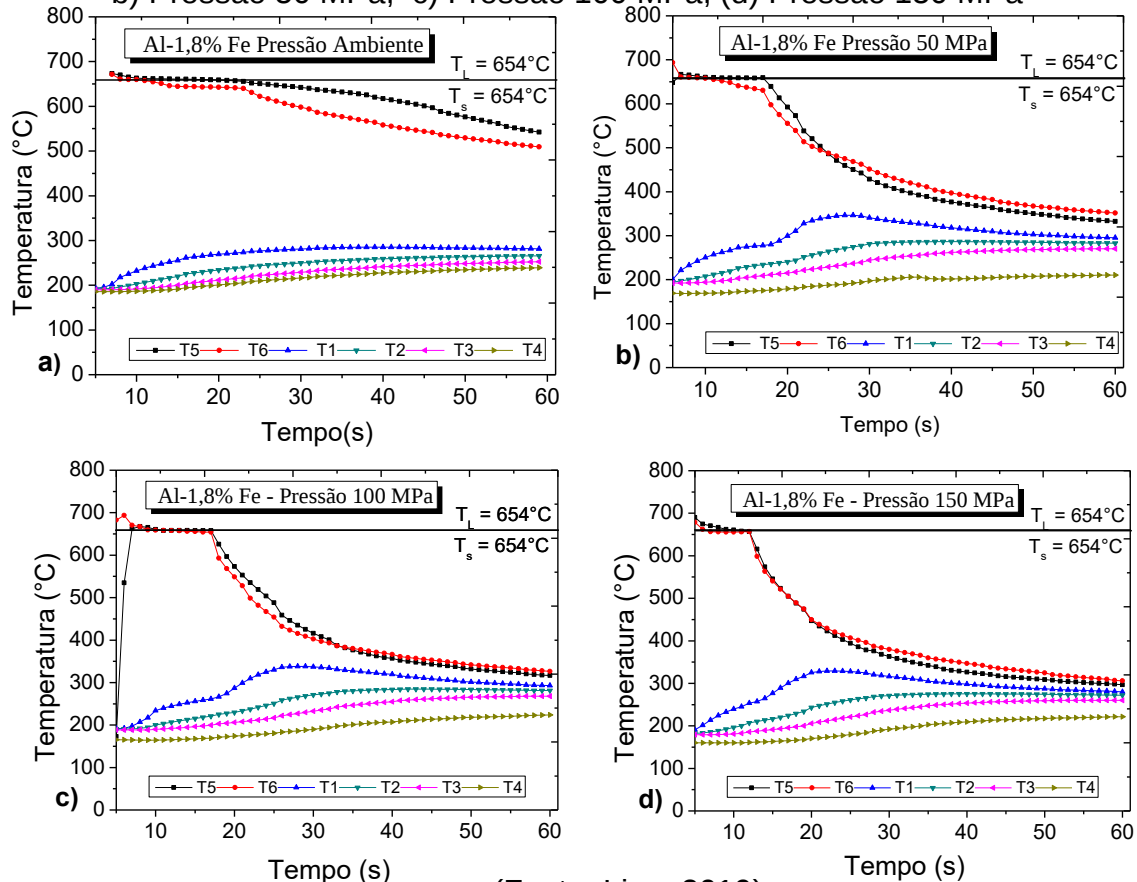
metálicos por Muojekwu e colaboradores (Muojekwu, 1995) e Peres (Peres, 2004). De um modo geral, nas Figuras 4.6 b) 50 MPa c) 100MPa e d) e 150 MPa, nos mostra uma estabilidade da curva de resfriamento em 665°C, que em seguida temos a aplicação da pressão, neste instante as curvas mudam de inclinação indicando um resfriamento maior, passando por T_L e depois de 60 segundos temos a completa solidificação, para 50 MPa temos $T_5 = 353,7$ e $T_6 = 386,4^\circ\text{C}$, para 100 MPa temos $T_5 = 311,8^\circ\text{C}$ e $T_6 = 327^\circ\text{C}$ e para 150 MPa temos $T_5 = 305,2^\circ\text{C}$ e $T_6 = 313,9^\circ\text{C}$.

4.6.3 Liga Al-1,8%Fe

A Figura 4.7 a), b), c) e d), mostram os perfis térmicos da liga Al-1,8%Fe solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100MPa e 150 MPa. Novamente observamos que com o aumento da composição de ferro e aumento da pressão de uma forma geral, observamos um maior resfriamento da liga comprovado pelas Figuras 4.7 e Tabela 4.1.

Figura 4.7 Perfil térmico para a liga Al-1,8%: a) Pressão Ambiente,

b) Pressão 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

4.6.4 Liga Al-1,0%Fe-1,0%Si

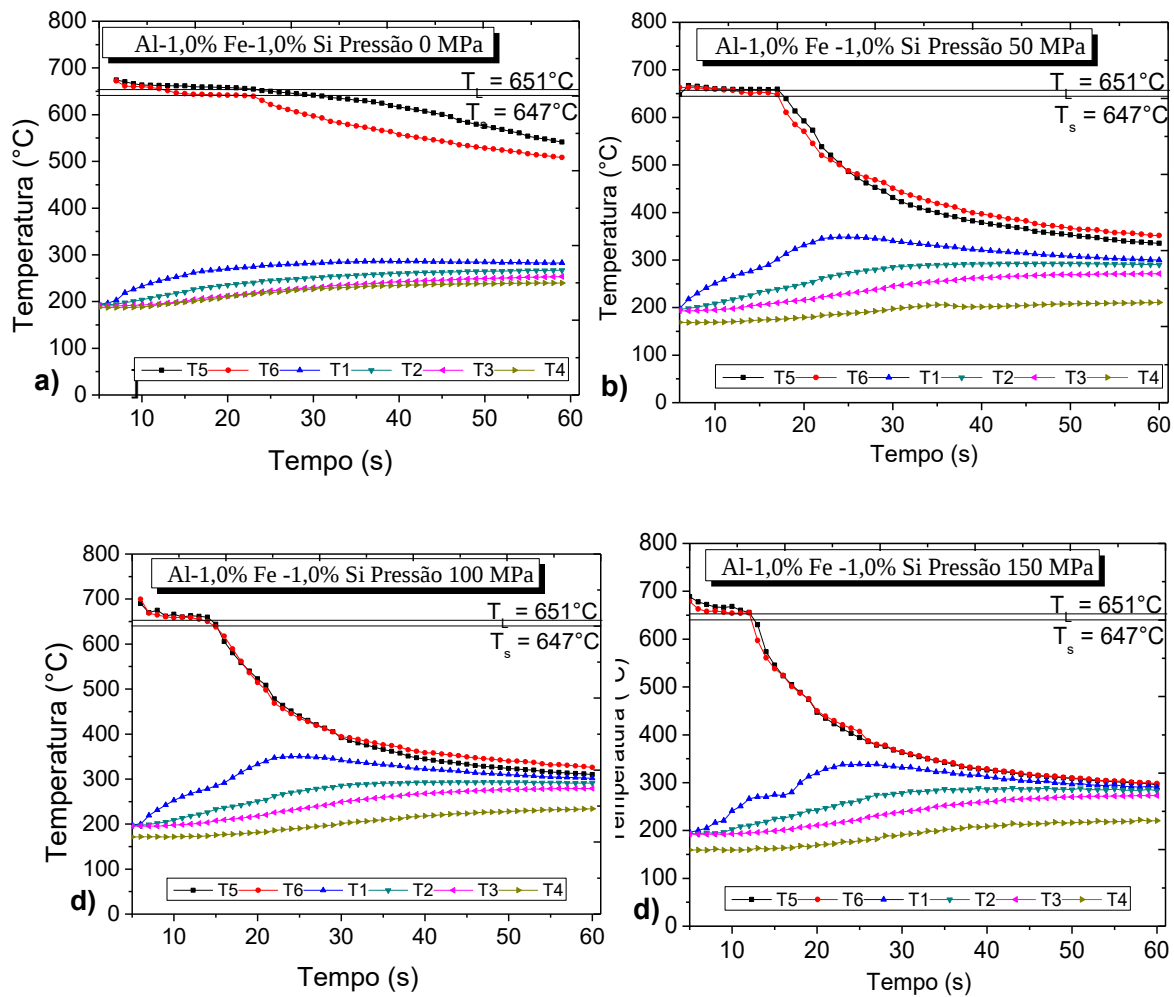
A Figura 4.8 a), b), c) e d), mostram os perfis térmicos das ligas Al-1,0%Fe-1,0%Si solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100MPa e 150 MPa, na Figura 4.8 a) verificamos uma estabilidade de temperatura após o vazamento entorno de 670°C, onde a partir daí temos uma região prolongada de resfriamento passando por $T_L = 651^\circ\text{C}$ e $T_s = 647^\circ\text{C}$ e depois de 60s temos a completa solidificação onde temos $T_5 = 539,1^\circ\text{C}$ e $T_6 = 507,7^\circ\text{C}$.

Na Figura 4.8 b), c) e d), corresponde as pressões de 50MPa, 100 MPa e 150MPa, observa-se de maneira geral, que após o vazamento há uma estabilidade da curva de resfriamento em 670°C, esta estabilidade é quebrada quando se inicia o processo de solidificação sob pressão, neste instante as curvas mudam indicando um resfriamento maior, e depois de 60 segundos temos a completa solidificação, para 50 MPa temos $T_5 = 335^\circ\text{C}$ e $T_6 = 351,7$, para 100 MPa temos $T_5 = 310,6^\circ\text{C}$ e $T_6 = 325,5^\circ\text{C}$ e finalmente para 150 MPa $T_5 = 298,2^\circ\text{C}$ e $T_6 = 296,6^\circ\text{C}$, indicando novamente que há um resfriamento maior para maiores pressões.

Com a adição 1,0% de Si a liga de Al-1,0%Fe notamos uma queda nos valores de T_L e T_s , assim como um comportamento similar a adição do ferro às ligas Al-1,0%Fe, e Al-1,5%Fe, de um modo geral a adição de silício faz com que diminua as temperaturas finais dos processos, provavelmente devido ao efeito já mencionado por (GOULART, 2010) de uma maior fluidez da liga, aumentando o contato metal/molde. Como na literatura há escassez de trabalhos sobre a adição de silício à ligas hipoeutéticas de Al-1,0%Fe para processos sob pressão, iremos correlacionar nossos estudos com os de (TAYLOR, 2004), onde o mesmo estudou a influência do ferro em ligas de Al-Si, e concluiu que sempre que possível, os níveis de ferro nas ligas de Al-Si devem ser mantidos tão baixos quanto possível, a fim de evitar os efeitos prejudiciais nas propriedades mecânicas.

Há um limite onde pequenas quantidades de ferro é benéfica, entorno de 1%, mais esse limite pode ser aumentado se ocorrer taxas de solidificação altas aumentando assim esse limite (TAYLOR 2004).

Figura 4.8 Perfil térmico para a liga Al-1,0Fe%-1,0Si% para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

Se tomarmos os valores no finais do processo das curvas de resfriamento dos termopares T5 e T6, para todas as composições, conforme a Tabela 4.1, temos de uma forma geral, que com o aumento da composição há um maior resfriamento observado em menores temperaturas finais, essa tendência é quebrada para os lingotes que sofreram defeitos de aprisionamento de bolas, indicando assim uma provável correlação entre os defeitos e variações nas medições de temperatura, como nos lingotes de Al-1%Fe e Al-1,5Fe, nas pressões ambientes e 50 MPa.

Tabela: 4.1 Temperatura Final do Processo para os termopares T5 e T6 para as ligas a) Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe-1,0%Si nas pressões 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa.

Al-1,0%Fe			Al-1,5%Fe		
Pressão (MPa)	T5 (°C)	T6 (°C)	Pressão (MPa)	T5 (°C)	T6 (°C)
0	540,0	510,0	0	493,0	533,8
50	382,8	338,3	50	353,7	386,4
100	318,4	327,3	100	311,8	327,0
150	304,4	308,2	150	305,2	313,9
Al-1,8%Fe			Al-1,0%Fe-1,0%Si		
Pressão (MPa)	T5 (°C)	T6 (°C)	Pressão (MPa)	T5 (°C)	T6 (°C)
0	537,0	559,0	0	539,1	507,7
50	332,5	351,7	50	335,0	351,7
100	316,6	326,5	100	310,6	325,5
150	296,6	305	150	298,2	296,6

(Fonte: Lima 2019)

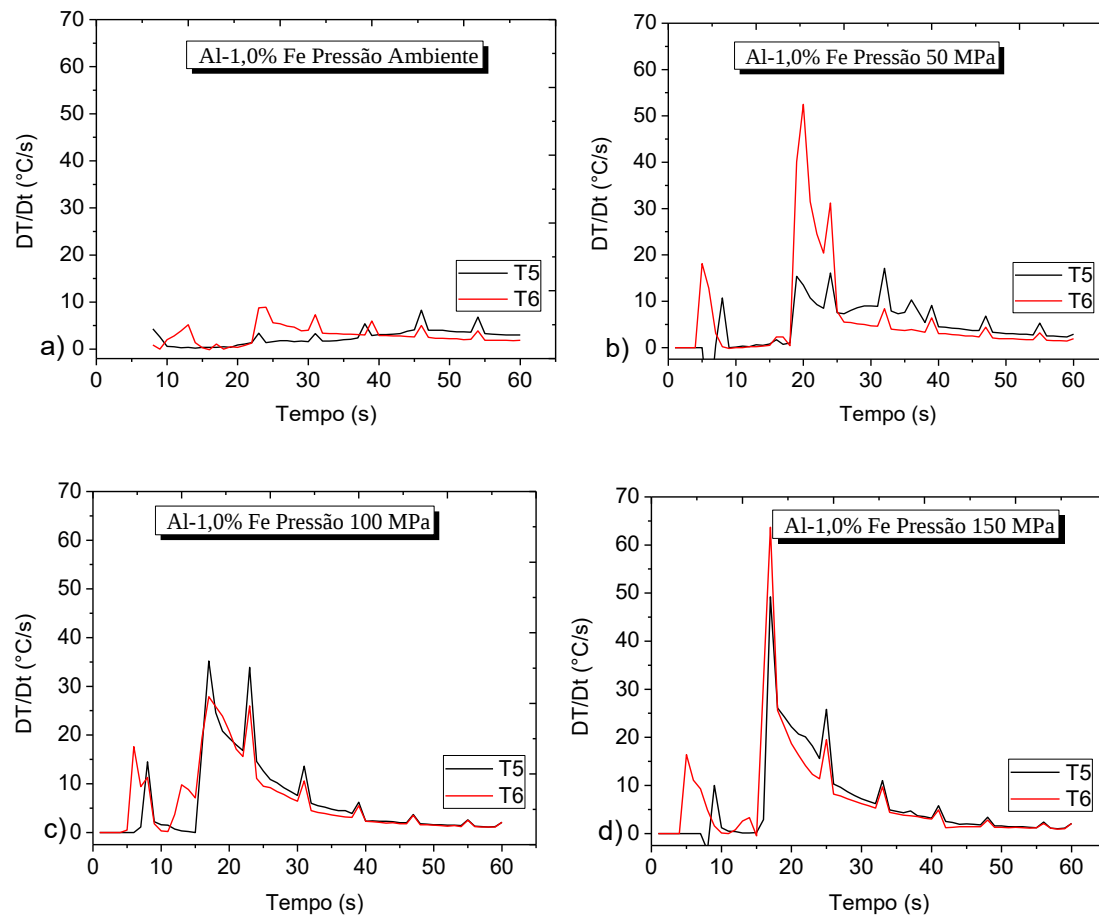
4.7 Taxas De Resfriamento Das Ligas Al-Fe E Al-Fe-Si

4.7.1 Ligas Al-1%Fe

A Figura 4.9 a), b), c) e d), mostra as taxas de resfriamento das ligas Al-1%Fe solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100MPa e 150 MPa, deduzidas a partir dos perfis térmicos dos pontos T5 e T6, onde foram calculadas as primeiras derivadas das curvas de resfriamento (DT/Dt), assim obtivemos taxas de resfriamento instantâneas ao longo de todo o processo de solidificação.

Para a pressão ambiente, Figura 4.9 a), observamos variações das taxas de resfriamento desde o início do processo de solidificação passando por T_L e T_s , até a completa solidificação em 60 segundos, obtendo uma taxa máxima da ordem de 8,9 °C/s.

Figura 4.9 Taxa de resfriamento para a liga Al-1,0%Fe para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

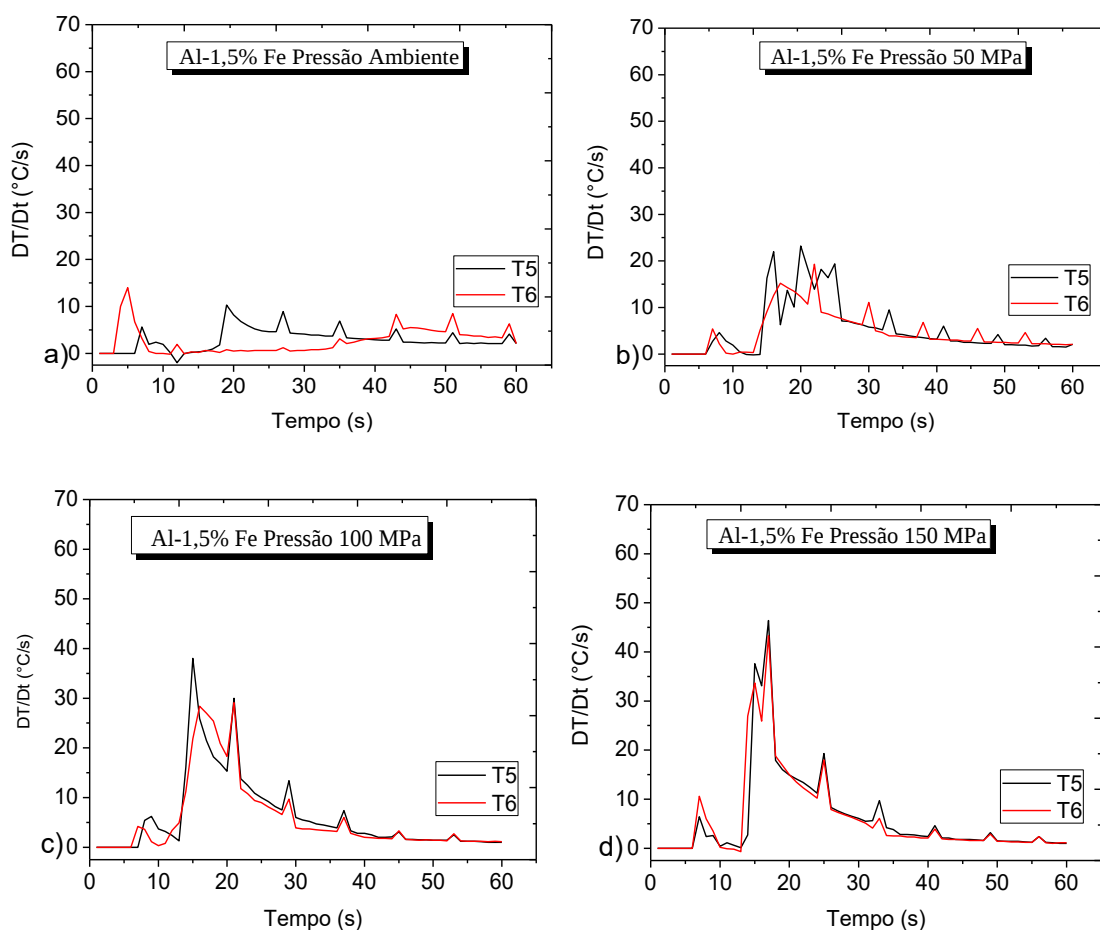
Na Figura 4.9 b), c) e d) para a liga solidificada com pressão de 50MPa, 100 MPa e 150 MPa observamos que as taxas aumentam de forma abrupta depois da aplicação da pressão, registrando-se picos da ordem de 54 °C/s para 50 MPa, 35,2 °C/s para 100 MPa de 63,7 °C/s para 150 MPa respectivamente.

Temos de uma forma geral, que com o aumento da pressão há uma tendência a um aumento da taxa de resfriamento, decorrente da diminuição do GAP de ar entre a lingoteira e o lingote, aumentando a taxa de transferência de calor newtoniana, onde essa tendência de aumento é investigado em processos de solidificação sob pressão do (AMIN, 2012).

4.7.2 Liga Al-1,5%Fe

Para a pressão ambiente Figura 4.10 a), observamos variações das taxas de resfriamento desde o início até a completa solidificação em 60 segundos, obtendo uma taxa máxima de $14,7^{\circ}\text{C/s}$ quando o material ainda está no estado líquido. Na Figura 4.10 b), c) e d) nas pressões de 50MPa, 100 MPa e 150 MPa respectivamente, nos mostra de um modo geral, que nos momentos iniciais quando a liga ainda está líquida, temos taxas baixas de resfriamento, no momento de aplicação da pressão estas taxas aumentam de forma rápida, em seguida voltam a cair quando se retira a pressão, indicando uma extração de calor mais lenta nesta etapa depois de retirada a pressão, esse aumento nas taxas com a pressão nos dão taxas de resfriamento máximas de 22°C/s , 37°C/s e $46,4^{\circ}\text{C/s}$ para as pressões de 50 MPa ,100 MPa e 150 MPa.

Figura 4.10 Taxa de resfriamento para a liga Al-1,5%Fe para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa



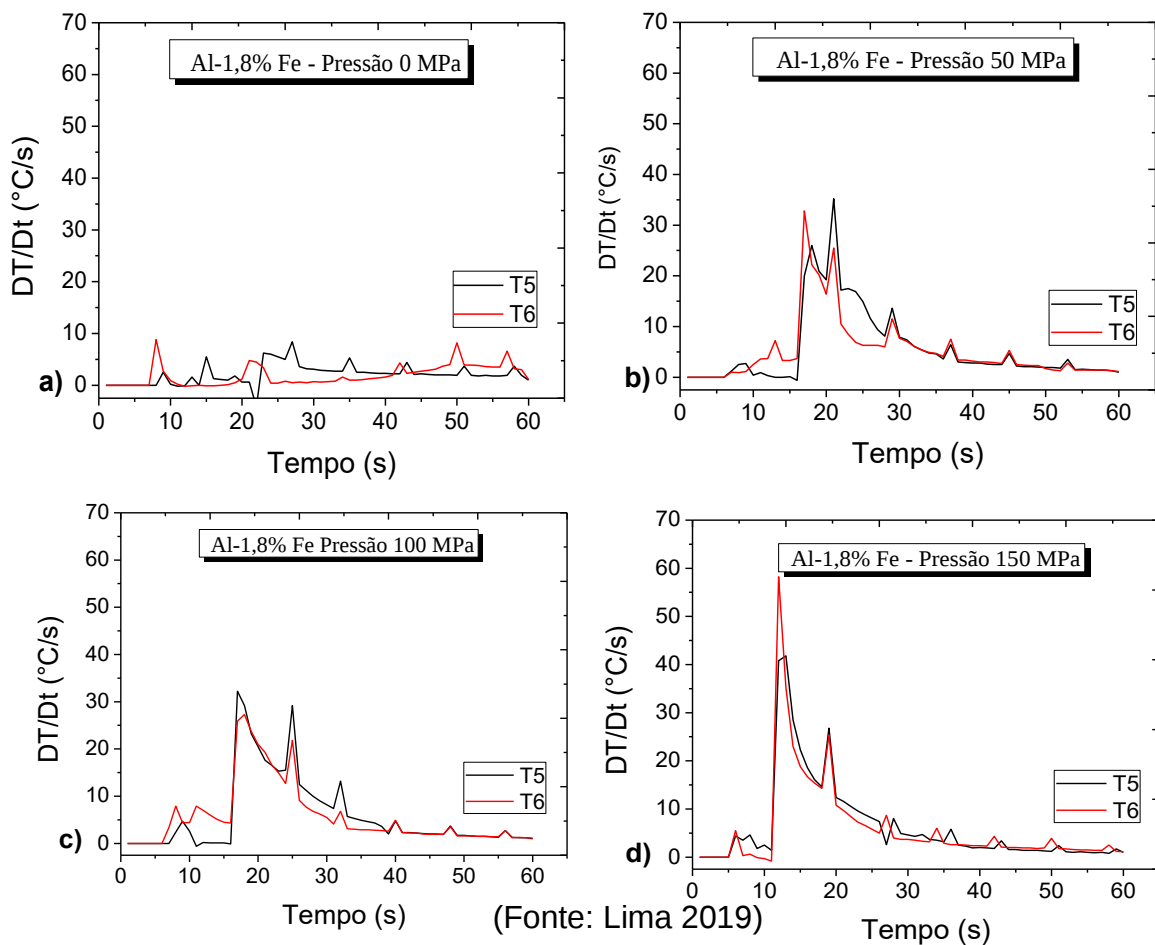
(Fonte: Lima 2019)

4.7.3 Liga Al-1,8%Fe

As Figuras 4.11 a), b), c) e d), mostram as taxas de resfriamento das ligas Al-1,8%Fe solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100MPa e 150 MPa, que foram deduzidas dos perfis térmicos das ligas em estado líquido ao longo de todo o processo de solidificação.

Na Figura 4.12 a), b) c) e d), observamos de forma análoga, as outras composições que as variações das taxas de resfriamento, desde o início do processo até a completa solidificação em 60 segundos, obtém-se taxas máxima da ordem de 8,8 °C/s, 32°C/s, 32,5°C/s e 60,5°C/s respectivamente, onde notamos que a medida que se eleva a pressão, há uma maior contato metal/molde fazendo com que aumente a transferência newtoniana e assim a taxa de resfriamento.

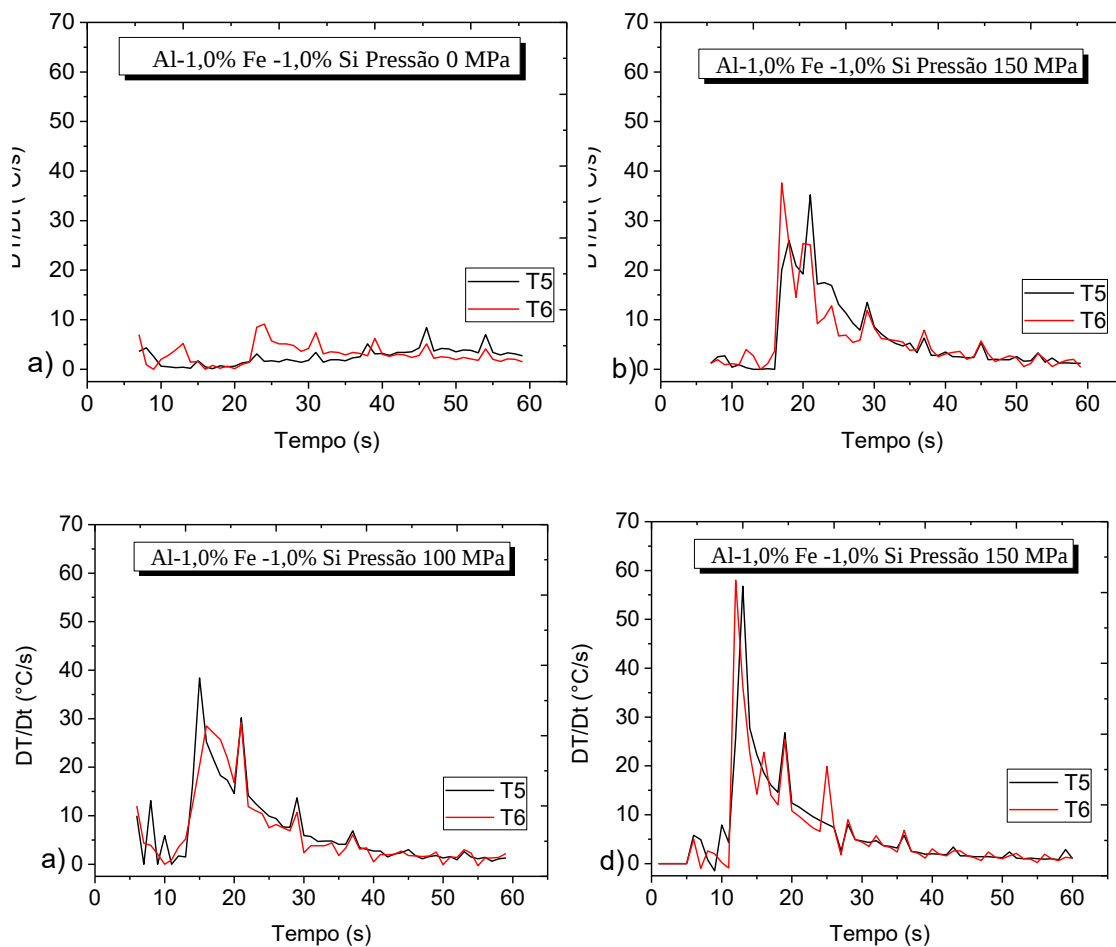
Figura 4.12 Taxa de resfriamento para a liga Al-1,8Fe% para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa



4.7.4 Liga Al-1,0%Fe-1,0%Si

A Figura 4.13 a), correspondente a pressão ambiente, nota-se pequenas amplitudes na variação das taxas de resfriamento desde o início até a completa solidificação em 60 segundos, obtendo uma taxa máxima de 10,7 °C/s.

Figura 4.13 Taxa de resfriamento para a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si para: a) Pressão Ambiente, b) Pressão 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão 150 MPa.



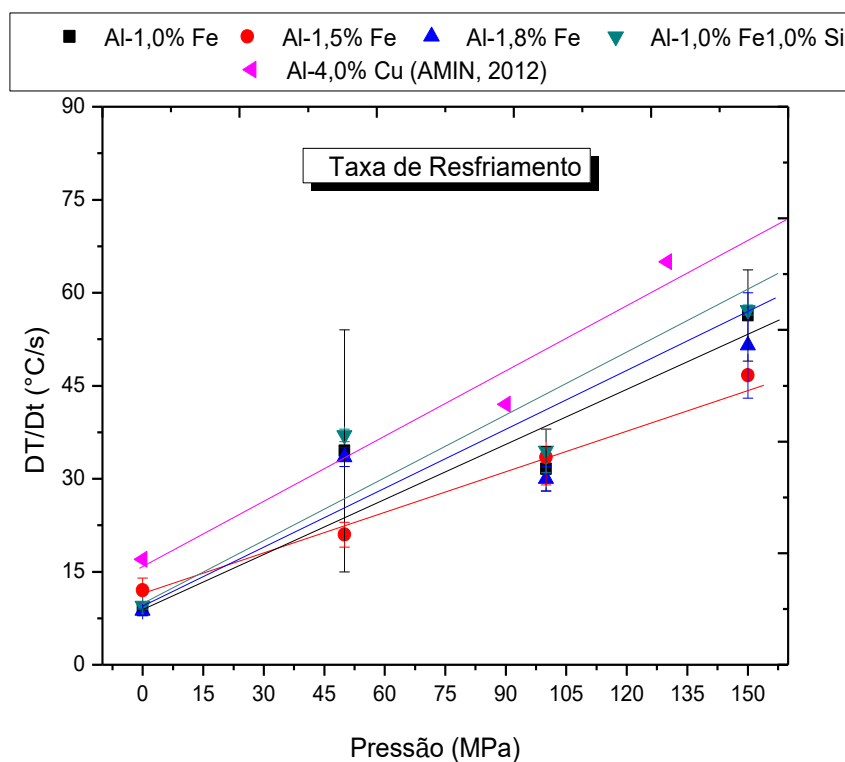
(Fonte: Lima 2019)

A Figura 4.13 b) pressão de 50MPa, verifica-se que as taxas aumentam depois da aplicação da pressão passando por $T_L = 654$ obtendo taxas de 38,4°C/s, as taxas começam a cair novamente, quando a pressão é cessada indicando uma extração de calor mais lenta nesta etapa, de forma similar temos as pressões 100 MPa, e 150 MPa, esse aumento nas taxas com a pressão nos

dão taxas de resfriamento máximas de 38,4°C/s para 100 MPa de 56,4°C/s para 150 MPa.

Devido à escassez de trabalhos de solidificação sob pressão vamos comparar os resultados obtidos com ligas de Al-4%Cu de (AMIN, 2012), onde observamos um comportamento semelhante, com valores de taxa de resfriamento aumentando à medida que aumentamos a pressão, esse fato se dá principalmente pela diminuição do GAP de ar entre a lingoteira e o lingote, aumentando a taxa de transferência de calor newtoniana, conforme a Figura 4.14.

Figura 4.14 Comparativo de Taxas de resfriamento para a liga Al-1,0Fe%, Al-1,5Fe%, Al-1,8Fe%, Al-1,0Fe1,0Si%, nas pressões de 0, 50,100 e150 MPa com Al-4,0%Cu nas pressões de 0, 90 e 130 MPa (AMIN, 2012).



(Fonte: Lima 2019)

4.8 Microestruturas De Solidificação Do Sistema Al-1%Fe

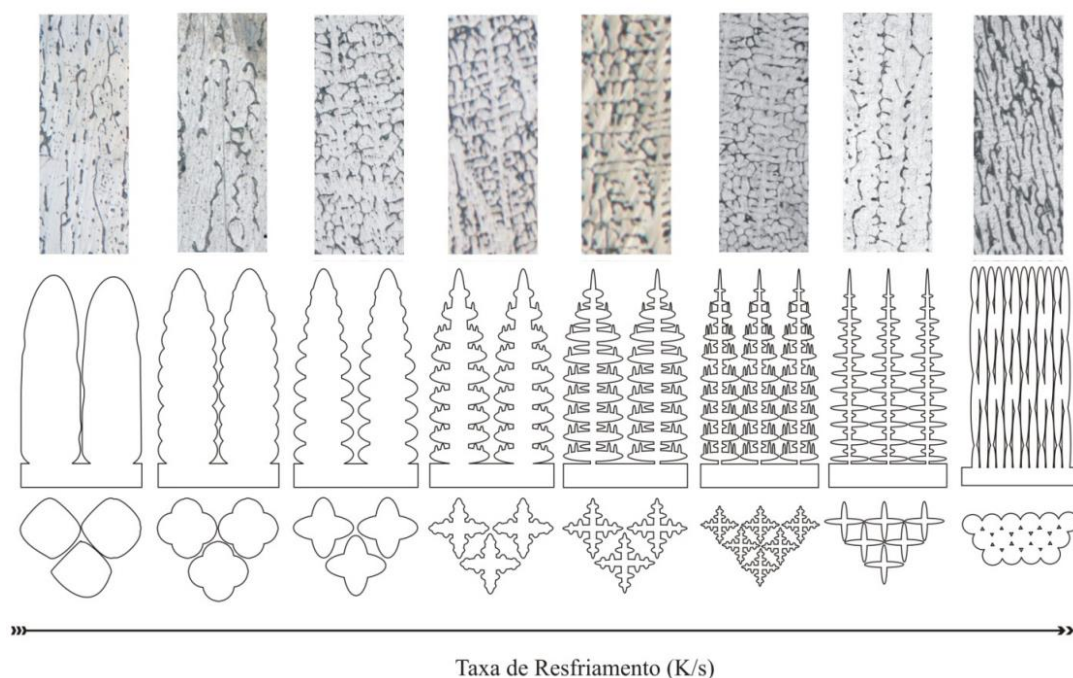
As Figuras 4.16, 4.17, e 4.18 apresentam as microestruturas de solidificação obtida para a liga Al-1%Fe, Al-1,5%Fe e Al-1,8%Fe solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa respectivamente, tomando como o ponto 7, localizado de acordo com a Figura 3.9, onde temos a parte mais central das amostras, a mais perto do centro dos corpos de prova do (LRT) e corrosão.

De uma forma geral para todas as ligas em todas as pressões observamos uma microestrutura com matriz celular composta de grãos alongados segundo o fluxo de extração de calor, independente da variação da taxa de resfriamento que foi de 7°C/s a 60°C/s.

De acordo com a literatura no processo de squeeze casting normalmente se tem uma microestrutura com matriz essencialmente dendrítica, conforme os estudos de (YUE, 1997) com ligas de Al-6.5Zn-2.5Mg-1.7Cu, (BOSCHETTO, 2007) com ligas de EN-AB46000, (ZHANG, 2007) com ligas de à base de Al-Cu, (GOH, 2010) com ligas AZ91 Mg, (MOREIRA, 2012) com ligas Al-Cu, (JAHANGIRI, 2017) ligas da série AA2024, (LI, 2017) Al-(15, 17.5, 22 wt%) Si e (OLIVEIRA FILHO, 2017) Al-Si-Cu.

Esse comportamento celular provavelmente se dá devido as ligas serem diluídas, sendo a concentração do ferro insuficiente para se surgirem os braços dendríticos, e / ou a taxa de resfriamento ser tão alta que a estrutura passa a ser células, conforme a Figura 4.15

Figura 4.15 – Evolução esquemática da transição celular/dendrítica/celular em função da velocidade de crescimento e da taxa de resfriamento; e microestruturas longitudinais típicas da Al-3Mg-1Si solidificadas direcionalmente em regimes permanente e transiente



(BRITO 2016).

Em (GOULART, 2010), também se verifica a estrutura celular em ligas binárias hipoeutéticas Al-(0,5, 1,0 1,5%)Fe, só que em solidificações direcionais ascendentes mesmo com taxas de resfriamento de 1°C/s a 38°C/s, e também com solidificações radiais em (BERTELLI, 2012) com ligas Al-(0,5 e 1,5%)Fe com taxas de resfriamento de 2,5°C/s a 18°C/s corroborando em partes com nossos estudos.

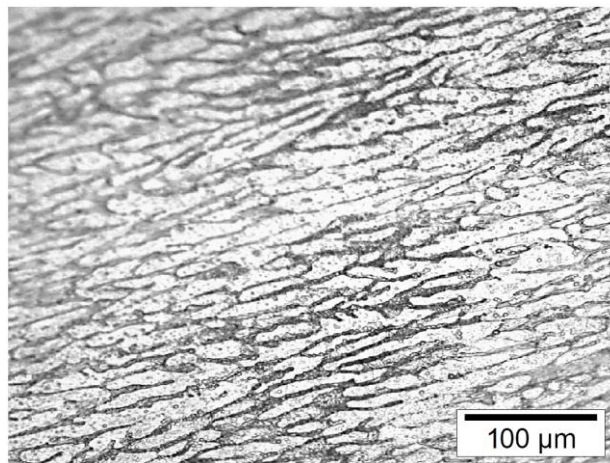
Notou-se que o aumento da pressão e do teor soluto para o presente trabalho o Fe, ocasionou um refino da estrutura celular, comportamento similar em estudos sobre a solidificação sob pressão com outras ligas de espaçamento dendrítico como em (SKOLIANOS, 1997, OLIVEIRA FILHO, 2017).

A literatura apresenta poucos trabalhos que contemplem a influência dos parâmetros térmicos em processos de solidificação sob pressão, principalmente com estruturas celulares, segundo Garcia (Garcia, 2007) a transição entre

estrutura celular e dendrítica é relativamente difusa e ocorre a partir do início da influência do fator cristalográfico e termina quando a direção preferencial de crescimento é atingida e os braços dendríticos secundários já estejam perfeitamente definidos.

É importante ressaltar que as transições de interface sólido/líquido (S/L) plana para celular e dendrítica, são usualmente explicadas em função do critério do superresfriamento constitucional (SRC) no crescimento de ligas binárias. Nesse critério o aumento do teor de soluto da liga (C_0), o aumento da velocidade de solidificação e a diminuição dos gradientes térmicos são instabilizadores da interface S/L. No entanto, ainda não existe na literatura um critério semelhante que inclua ligas multicomponentes (BRITO, 2016)

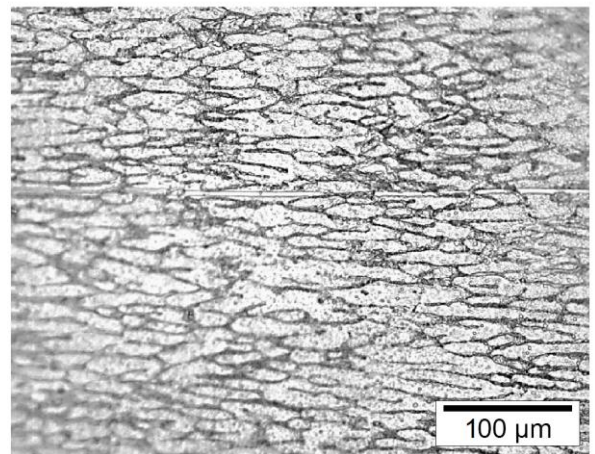
Figura 4.16 Microestrutura de solidificação do sistema Al-1,0% Fe para a posição 7: a) 0MPa, b) 50MPa, c) 100MPa e d) 150MPa



a) $\lambda_c = 20,6 \mu\text{m}$

Pressão: 0 MPa

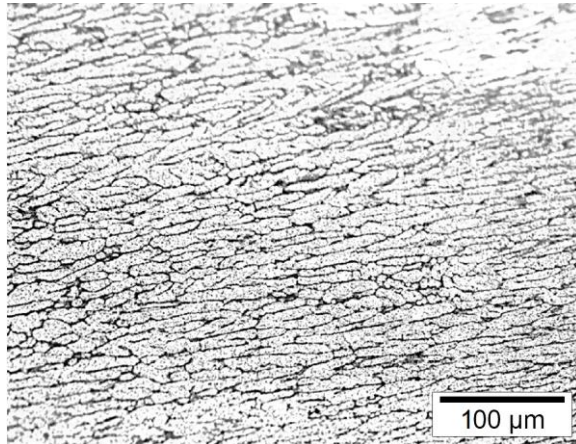
Posição 7



b) $\lambda_c = 14,5 \mu\text{m}$

Pressão: 50 MPa

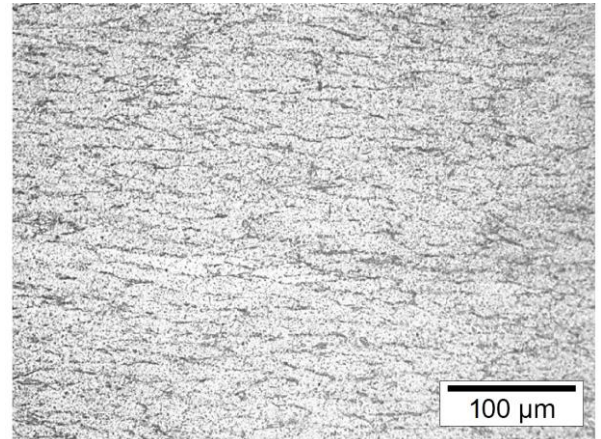
Posição 7



c) $\lambda_c = 18 \mu\text{m}$

Pressão 100 MPa

Posição 7



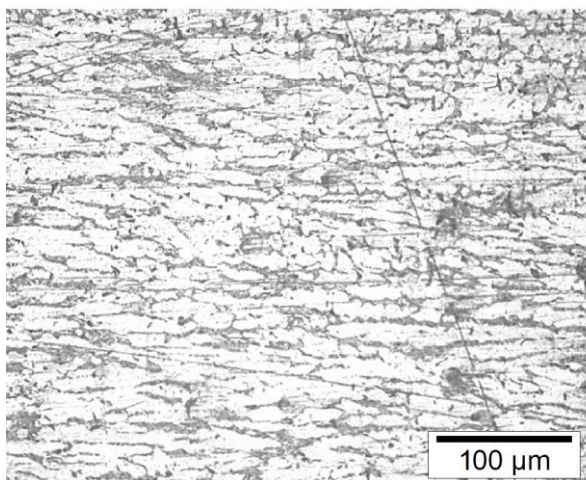
d) $\lambda_c = 8 \mu\text{m}$

Pressão: 150 MPa

Posição 7

(Fonte: Lima 2019)

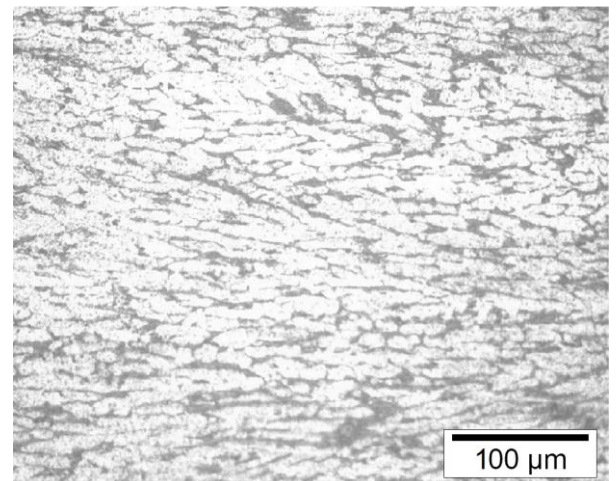
Figura 4.17 Microestrutura de solidificação do sistema Al-1,5% Fe para a posição 7: a) 0MPa, b) 50MPa, c) 100MPa e d) 150MPa



a) $\lambda_c = 16,8 \mu\text{m}$

Pressão: 0 MPa

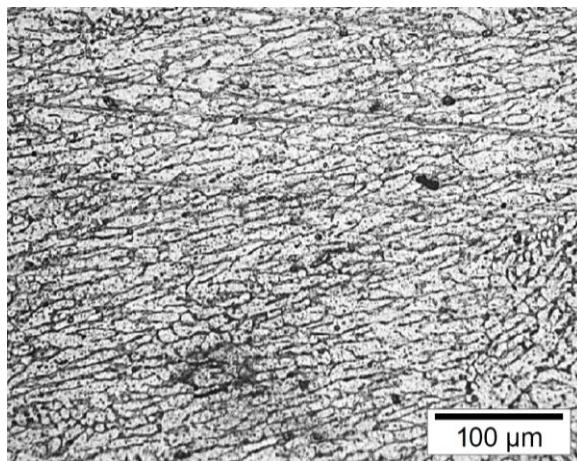
Posição: 7



b) $\lambda_c = 14,0 \mu\text{m}$

Pressão: 50 MPa

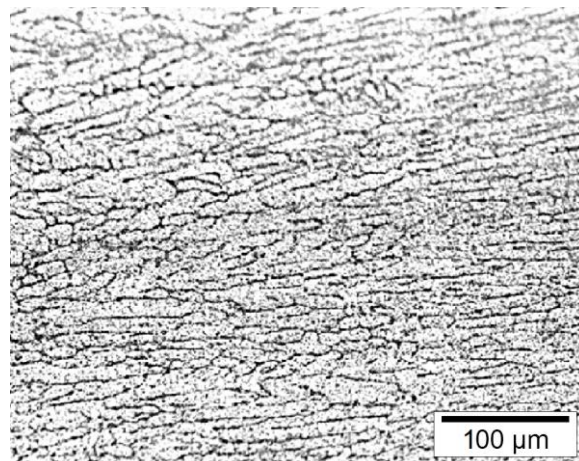
Posição: 7



c) $\lambda_c = 8,7 \mu\text{m}$

Pressão 100 MPa

Posição: 7



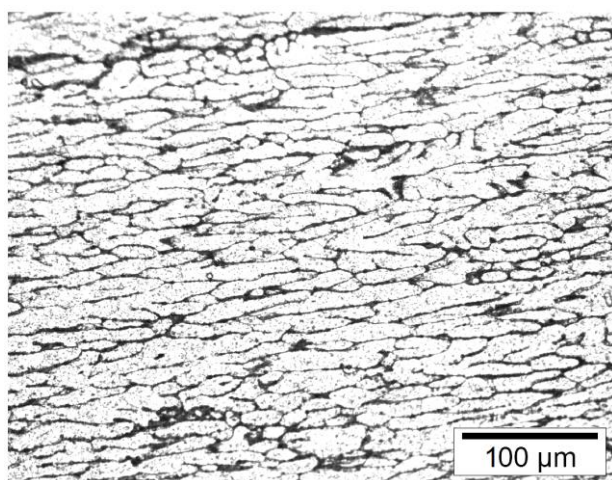
d) $\lambda_c = 11,8 \mu\text{m}$

Pressão: 150 MPa

Posição: 7

(Fonte: Lima 2019)

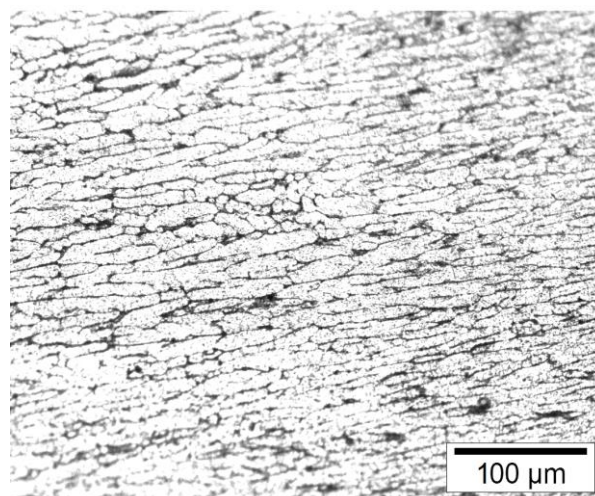
Figura 4.18 Microestrutura de solidificação do sistema Al-1,8% Fe para a posição 7: a) 0MPa, b) 50MPa, c) 100MPa e d) 150MPa



a) $\lambda_c = 15,1 \mu\text{m}$

Pressão: 0 MPa

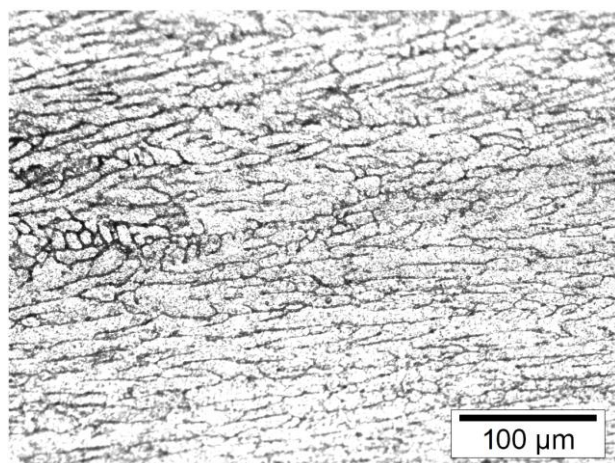
Posição 7



b) $\lambda_c = 12,2 \mu\text{m}$

Pressão: 50 MPa

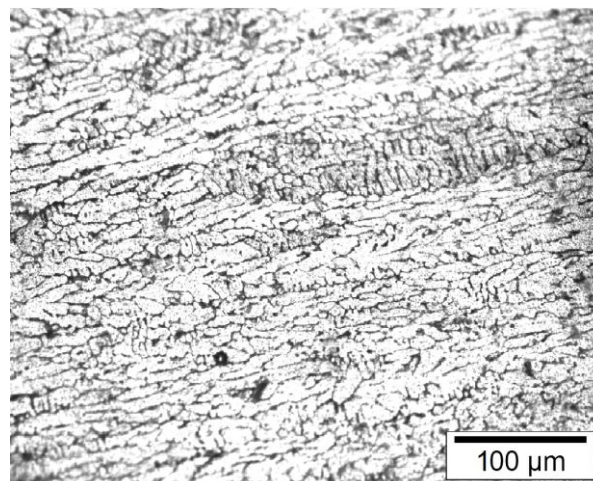
Posição 7



c) $\lambda_c = 7,5 \mu\text{m}$

Pressão 100 MPa

Posição 7



d) $\lambda_c = 6,3 \mu\text{m}$

Pressão: 150 MPa

Posição 7

(Fonte: Lima 2019)

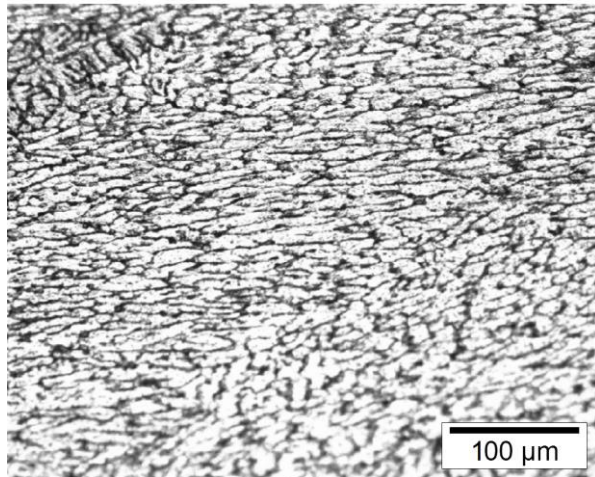
No caso do presente trabalho, foi adicionado 1%Si a liga de Al-1%Fe, a fim de analisar a influência que este soluto iria provocar na microestrutura, conforme ilustra a Figura 4.19 a), b), c) e d) obtida para a liga Al-1%Fe1%Si solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa respectivamente.

Nota-se de maneira geral que a adição do silício refinou a estrutura celular, mas não obtivemos uma mudança em sua estrutura de celular para dendrita ou vice-versa, trabalhos com liga ternária Al-Ni-Fe (Canté et al., 2013; Canté, 2008) mostrou-se que a liga binária Al-1Ni apresentava microestrutura dendrítica, porém ao adicionar 1%Fe à liga (liga Al-1Ni-1Fe) a morfologia passava a celular (na categoria de células de baixa velocidade)

Nos estudos de (BRITO, 2016) em solidificações verticais ascendentes, a liga binária Al-3Si só apresentou morfologia dendrítica. A adição de 1%Si a essa liga já permitiu alcançar a transição reversa dendritas/células, a Figura 4.15 apresenta um esquema evidenciando a transição completa ocorrida para a liga Al-3Mg-1Si.

Onde podemos observar que em baixas e altas taxas de resfriamento temos uma estrutura celular, esse fato mostra a necessidade de estudos mais aprofundados sobre como a taxa de resfriamento e a quantidade de soluto influenciam a microestrutura.

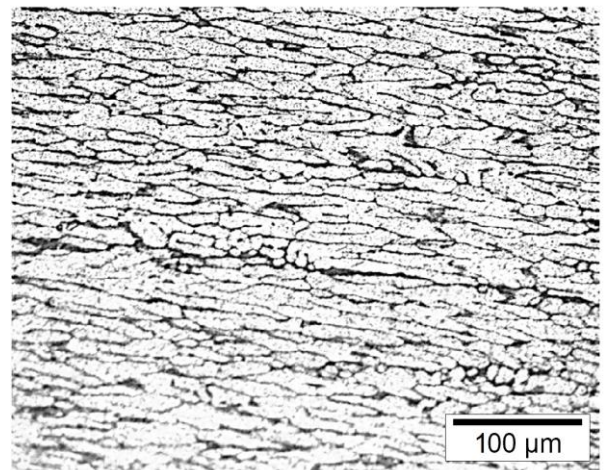
Figura 4.19 Microestrutura de solidificação do sistema Al-1,0%Fe-1,0%Si para a posição 7: a) 0MPa, b) 50MPa, c) 100MPa e d) 150MPa



a) $\lambda_c = 14,9 \mu\text{m}$

Pressão: 0 MPa

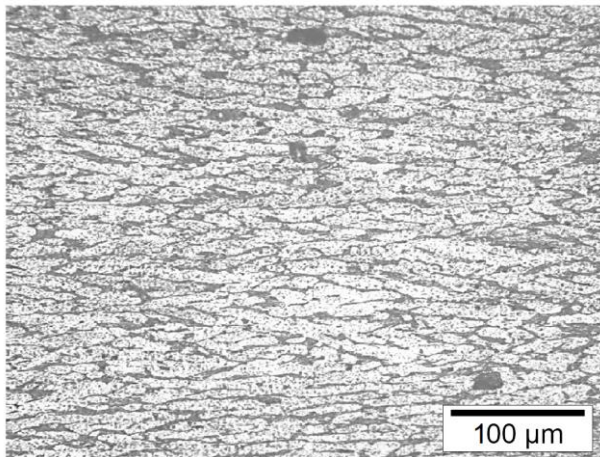
Posição: 7



b) $\lambda_c = 11,8 \mu\text{m}$

Pressão: 50 MPa

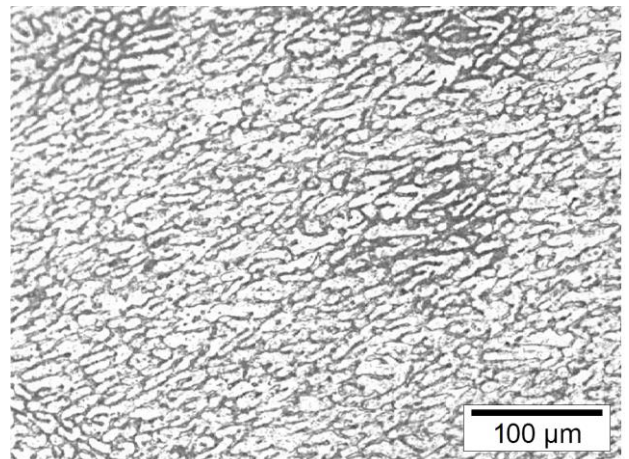
Posição: 7



c) $\lambda_c = 8,2 \mu\text{m}$

Pressão 100 MPa

Posição: 7



d) $\lambda_c = 7,2 \mu\text{m}$

Pressão: 150 MPa

Posição: 7

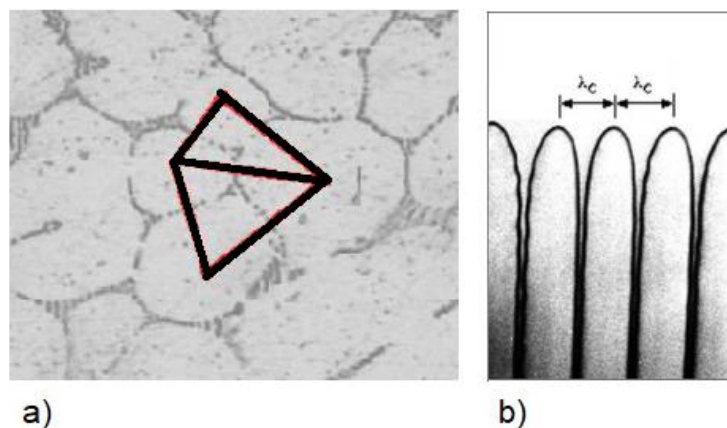
(Fonte: Lima 2019)

4.9 Espaamentos Celulares (λ_c)

Uma anlise minuciosa se faz necessria para as medies dos espaamentos em todo o lingote, uma vez que o tipo de solidificao envolvido nesse estudo envolve uma geometria cilndrica radial, sendo mais complexo que o estudo baseado em solidificaes unidirecionais. No sistema de solidificao radiais, o crescimento da microestrutura , em princpio, direcionado para o centro do cilindro. Na medida em que a solidificao vai se aproximando do centro do lingote ser inevitvel a interferncia entre direes de crescimento. Alm disso, haver interferncia tambm dos campos de segregao lateral de soluto. Este conjunto de fatores ir certamente afastar o crescimento daquele que se poderia idealizar (BERTELLI, 2012).

Assumindo-se que o crescimento acompanhe perfeitamente o raio do cilindro, de sua superfcie de resfriamento at o centro, a anlise microgrfica  feita sobre a seo transversal ao longo do lingote, desde a posio 1 a 1,5 mm da interface metal/molde, at o centro do lingote a 25 mm de acordo com a Figura 3.9, e o mtodo utilizado para quantificar os valores dos espaamentos celulares λ_c  o mtodo do tringulo, utilizando-se o critrio de vizinhana, que considera o valor do espaamento primrio igual  distncia mdia entre o centro geomtrico das clulas ou, no caso de estruturas entre os centros dos celulares.

Figura 4.20 - Representao para medidas dos espaamentos (a) Mtodo do tringulo e (b) Espao entre as Estruturas dos centros celulares.



(Fonte: Adaptado de GNDZ, 2002 e SANTOS, 2016)

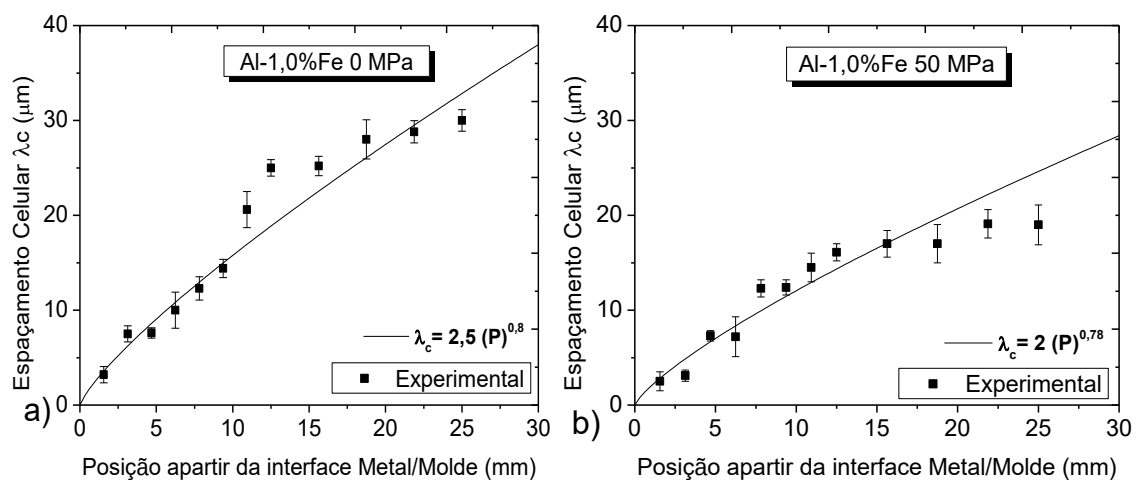
As Figuras 4.21, 4.22 e 4.23 (a), (b), (c) e (d) mostram as ligas Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe e Al-1,8%Fe, solidificada sob presso ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa respectivamente, onde observamos que nos instantes iniciais de

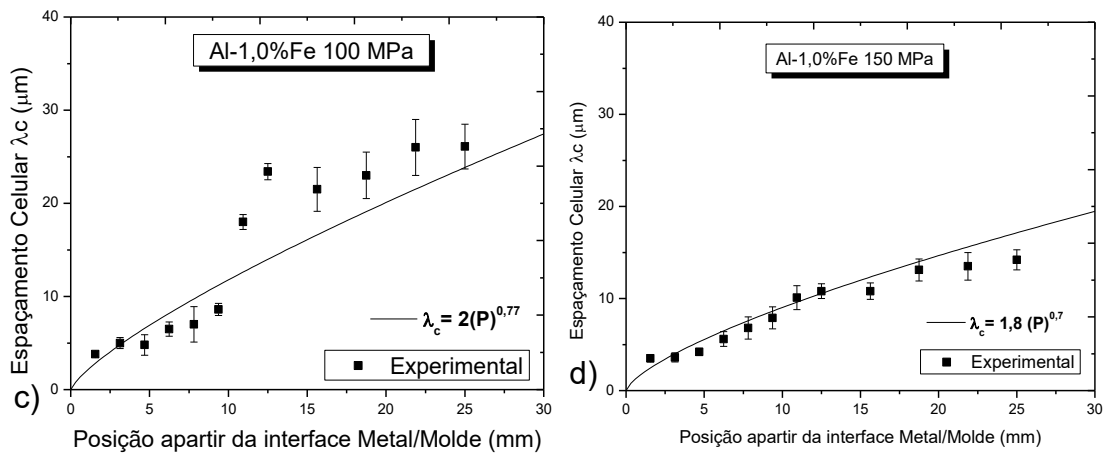
solidificação, os espaçamentos celulares são menores e esses espaçamentos aumentam a medida que se distancia da interface metal/molde, observa-se também que quando aumentamos a pressão os valores desses espaçamentos tendem também a diminuir.

Esse aumento dos valores dos espaçamentos a partir da interface metal/molde é observado, em diversos trabalhos conduzidos pelo Grupo de Pesquisa em Solidificação FEM/Unicamp, com ligas variadas de sistemas eutéticos e peritéticos solidificadas unidirecionalmente, inclusive com ligas com a mesma composição do presente trabalho do Al-1,0%Fe e Al-1,5%Fe em (GOULART, 2012), se considerarmos processos radiais com ligas de Al-Fe em (BERTELLI, 2012), observamos um comportamento similar.

No processo de solidificação sob pressão há uma escassez de trabalhos que analisem estruturas celulares, fazendo uma comparação com espaçamentos dendríticos de (JAHANGIRI, 2017), foi observado que com o aumento da pressão há uma diminuição dos espaçamentos secundários, em outras palavras, aumentando a pressão, o espaçamento do braço dendrítico diminui devido ao aumento da taxa de resfriamento, conforme relatado por (THORPE,1996) e (NEAILEY, 2003).

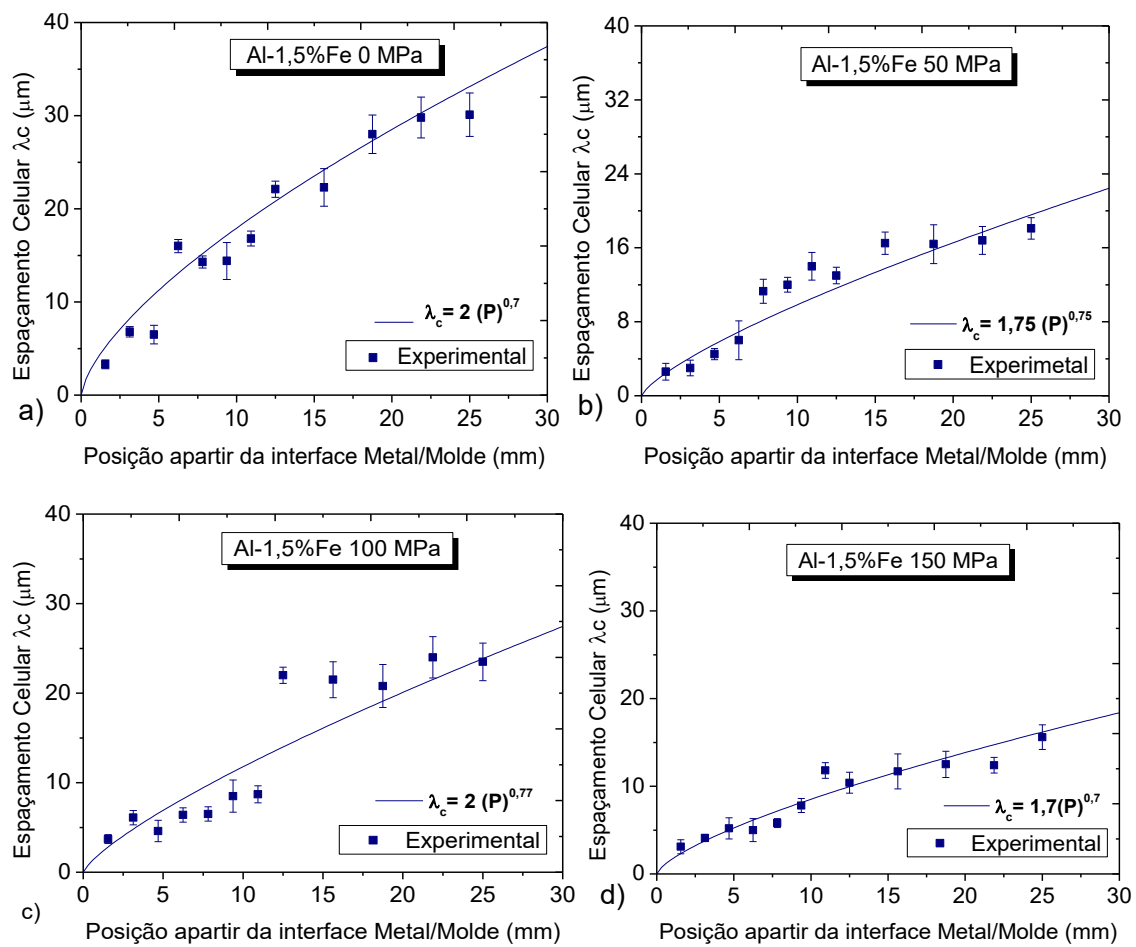
Figura 4.21 Espaçamentos Celulares em função da posição para a liga Al-1,0%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa





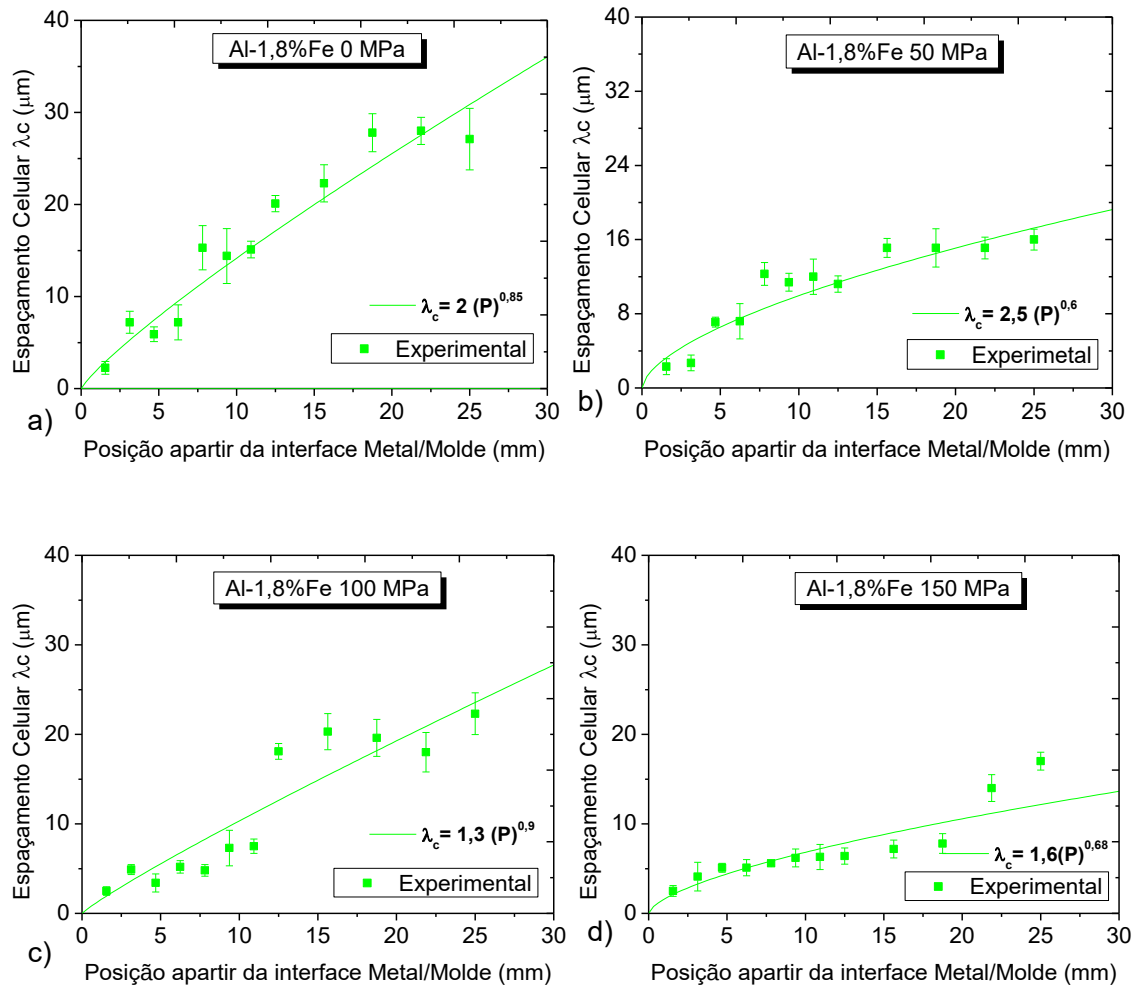
(Fonte: Lima 2019)

Figura 4.22 Espaços Celulares em função da posição para a liga Al-1,5%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

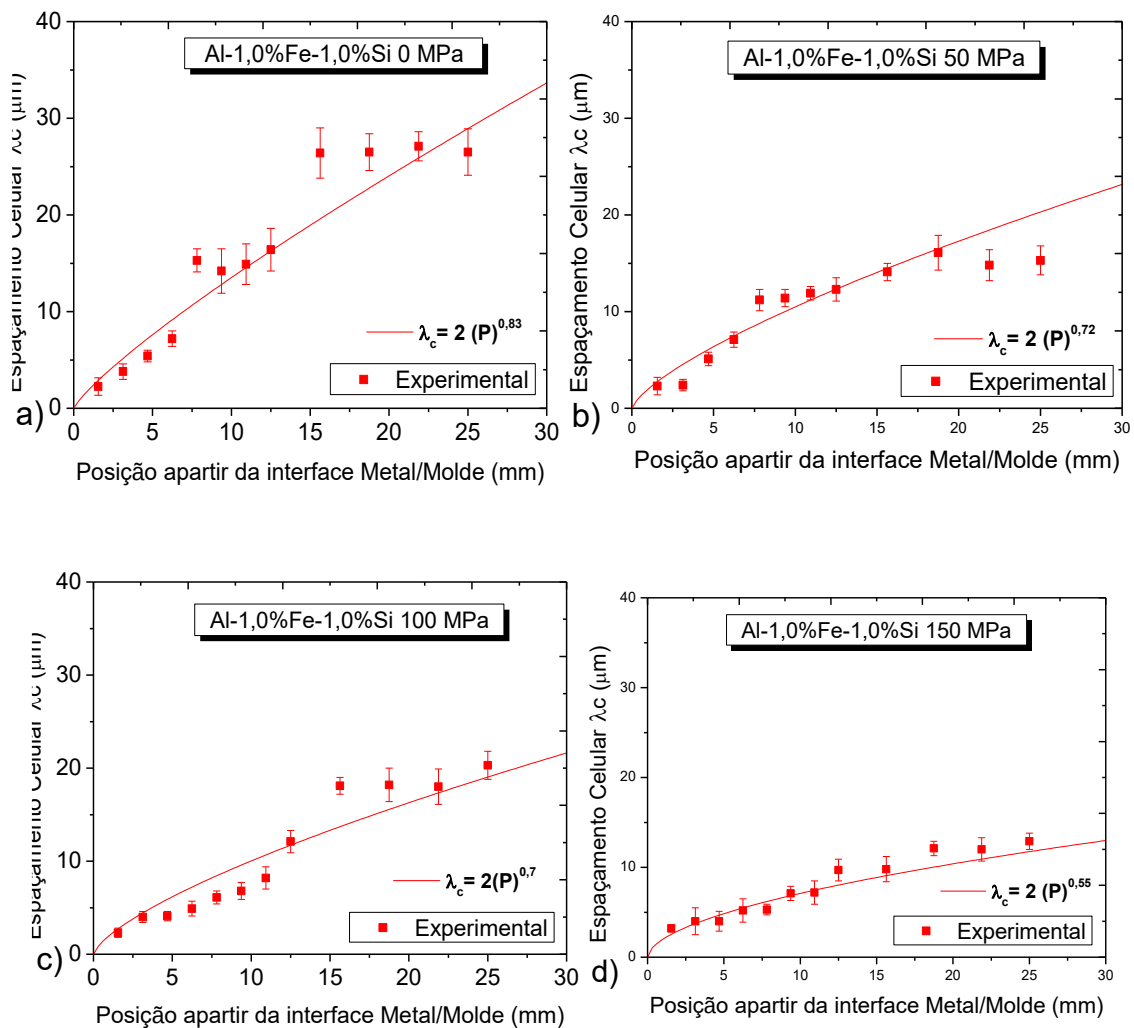
Figura 4.23 Espaamentos Celulares em funo da posio para a liga Al-1,8%Fe: a) Presso Ambiente, b) Presso de 50 MPa, c) Presso 100 MPa, (d) Presso de 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

A Figura 4.24 (a), (b), (c) e (d) mostra a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si, solidificada sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa respectivamente, onde também observamos que nos instantes iniciais de solidificação os espaçamentos celulares são menores e esses espaçamentos aumentam à medida que se distanciam da interface metal/molde, observa-se também que quando aumentamos a pressão os valores desses espaçamentos tendem a diminuir.

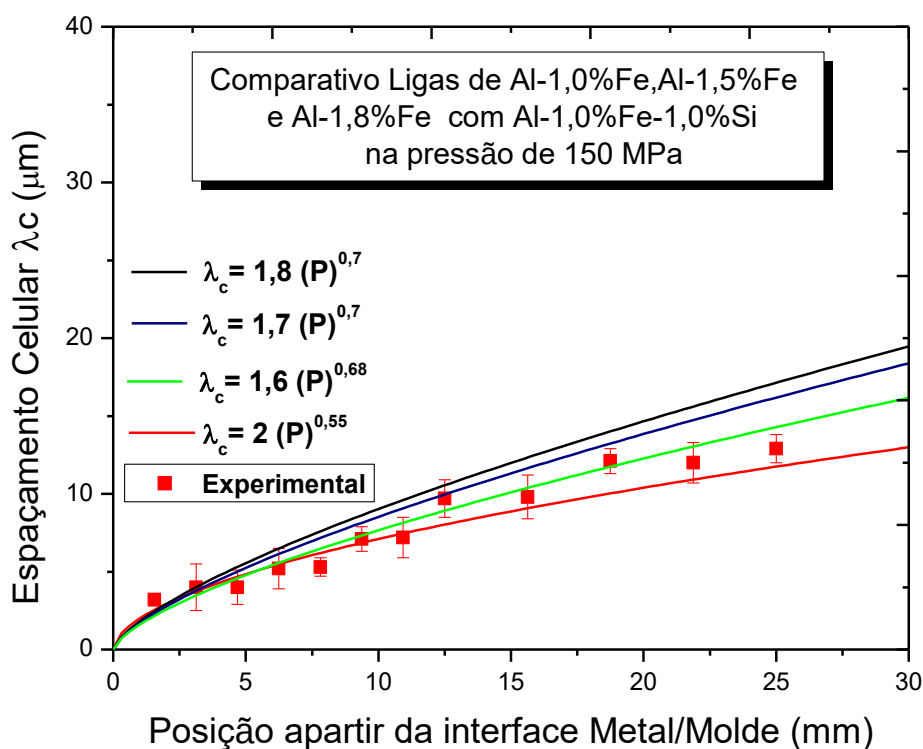
Figura 4.24 Espaçamentos Celulares em função da posição para a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

Nota-se de maneira geral que com a adição do silício, ocorreu uma diminuição dos valores dos espaçamentos celulares, se tomarmos como exemplo a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si na pressão de 150 MPa, e compararmos com as ligas de Al-1,0%Fe Al-1,5%Fe Al-1,8%Fe na mesma pressão, verifica-se a diminuição da curva dos espaçamentos, conforme mostra a Figura 4.25, mas também não ocorreu uma transição celular/dendrita, com essa concentração de 1% de silício.

Figura 4.25 Comparativo Ligas de Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe e Al-1,8%Fe com Al-1,0%Fe-1,0%Si na pressão de 150 MPa

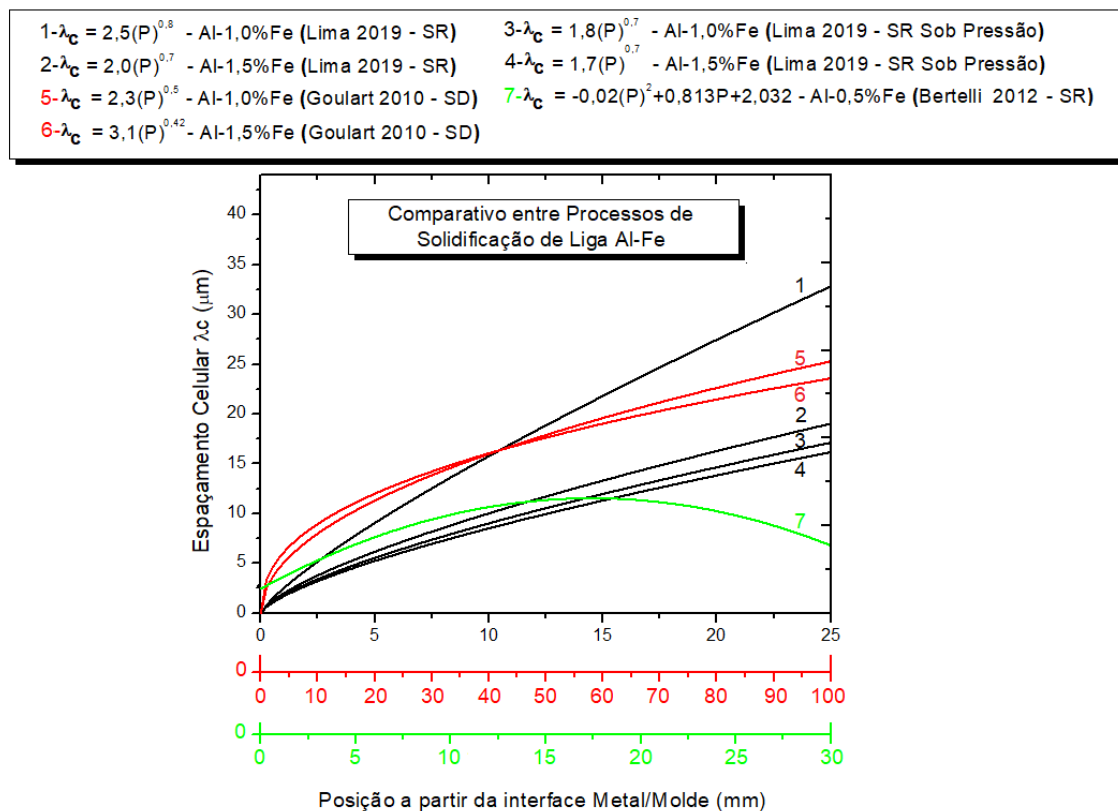


(Fonte: Lima 2019)

Há muitos estudos na literatura, principalmente no Grupo de Pesquisa em Solidificação da Unicamp, envolvendo o espaçamento em função posição a partir da interface metal/molde em solidificações direcionais ascendentes, descendentes e verticais, mas há escassez de trabalhos envolvendo os espaçamentos em função da interface metal/molde para o processo de solidificação sob pressão, realizamos então uma comparação entre os

resultados obtidos neste trabalho com as ligas de Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, na pressão ambiente e 150 MPa, com os processos de solidificação direcional ascendente do Goulart 2012 com as ligas de Al-1,0%Fe Al-1,5%Fe e Bertelli 2012 com a solidificação radial e liga de Al-0,5%Fe., conforme mostra a Figura 4.26. Podemos observar de uma forma geral que, nos processos de solidificação sob pressão, os espaçamentos celulares perto da interface metal/molde são menores em comparação a solidificação direcional Goulart 2010, e em solidificação radial a água de Bertelli 2012, este por sua vez observou um comportamento dos espaçamentos em forma de parábola, provavelmente isto se dá, devido à geometria diferente em comparação com o presente estudo.

Figura 4.26 Comparativo entre processos de solidificação direcional, radial e radial sob pressão com ligas de Al-Fe.



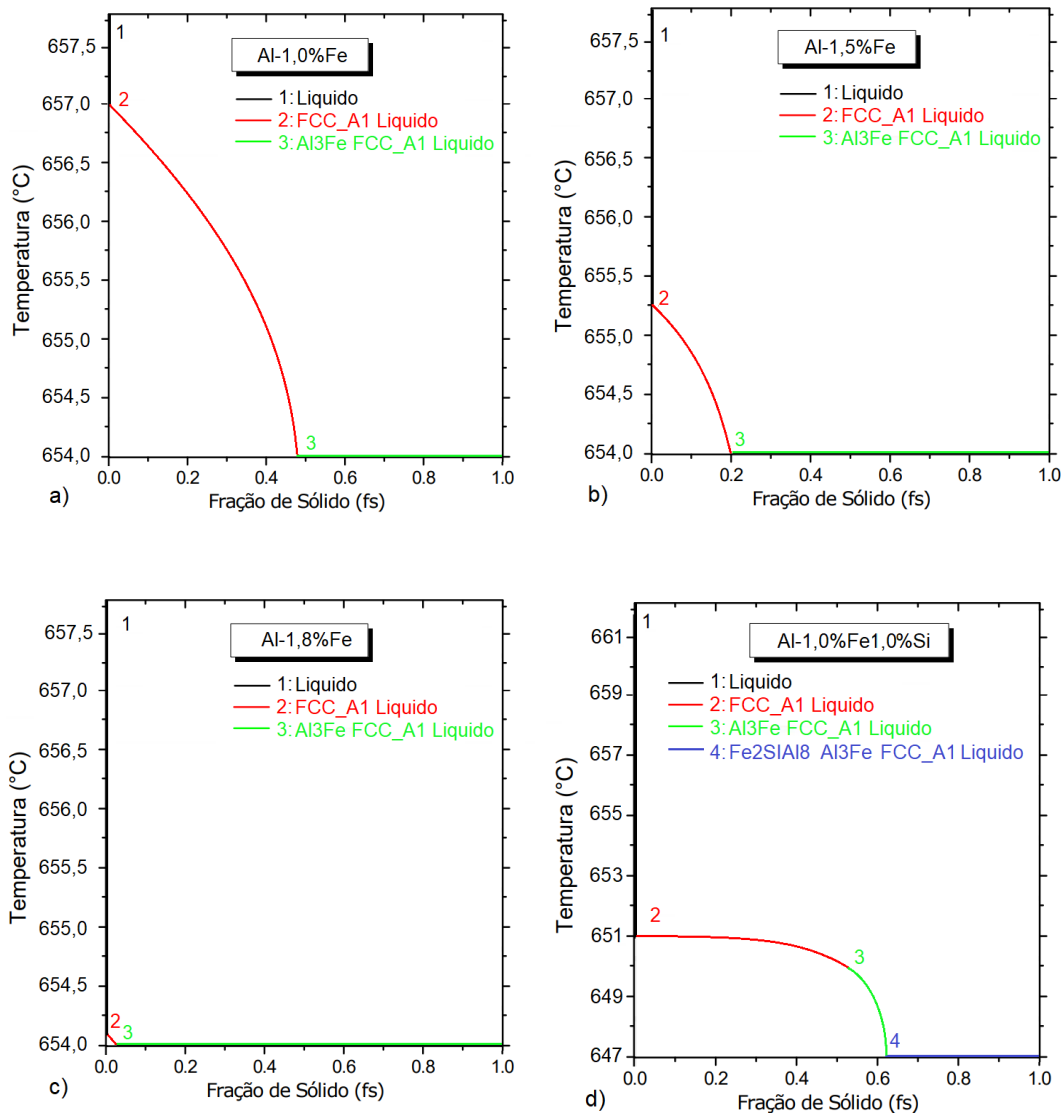
(Fonte: Lima 2019)

4.10 Caminhos de solidificação das ligas Al-1,0%Fe Al-1,5%Fe Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe1%Si

A Figura 4.27 a) b) c) e d) apresenta o caminho de solidificação, calculado com o auxílio do software de termodinâmica computacional Thermo-Calc. O

caminho de solidificação em condições de equilíbrio na pressão ambiente para as ligas binárias hipoeutéticas Al-Fe é relativamente simples, de acordo com o diagrama de fases em equilíbrio, as microestruturas seriam formadas pela fase rica em Al e por uma mistura eutética (α -Al + Al₃Fe). Por outro lado a liga Al-1,0%Fe1,0%Si, surgirá uma outra fase, no caminho de solidificação ocorrerá uma reação eutética, líquido produzindo Al + (Al₃Fe), à medida que a solidificação avança. A reação peritética produzirá a fase Fe₂SiAl₈, conforme a Figura 4.25 d).

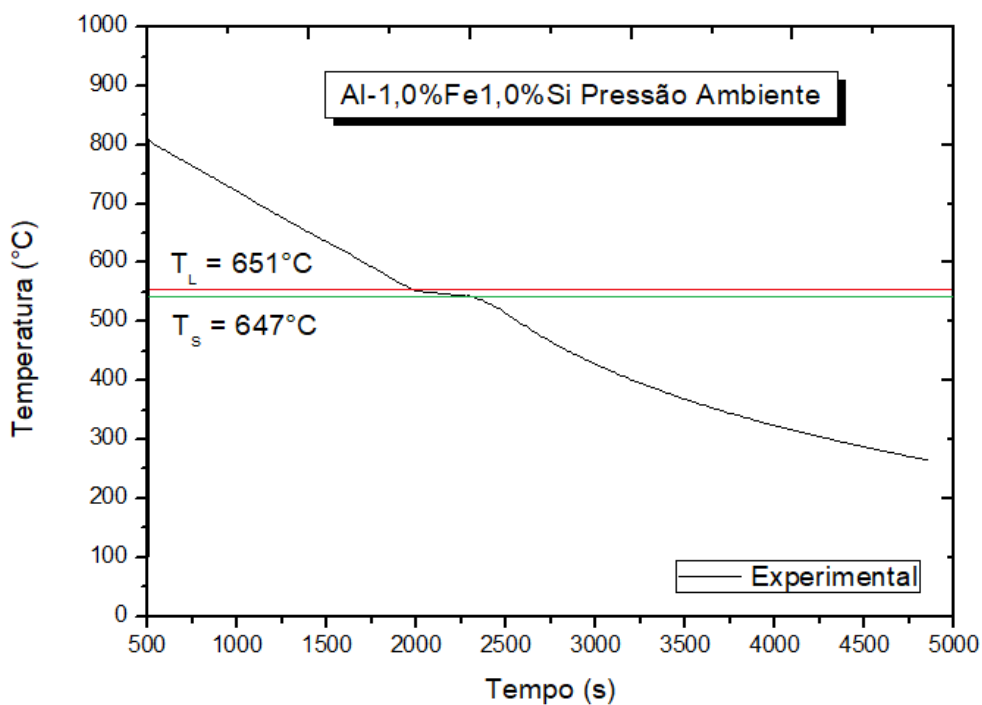
Figura 4.27 – Caminho de solidificação, calculado a partir do software de termodinâmica computacional Thermo-Calc. a) Al-1,0%Fe; b) Al-1,5%Fe e c) Al-1,8%Fe, na pressão Ambiente.



(Fonte: Lima 2019)

Em seguida obtivemos uma curva experimental em condições de baixas taxas de resfriamento isolando a cadinho com uma manta térmica, monitorando sua temperatura durante todo o processo de solidificação, devido as ligas de Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe Al-1,8%Fe terem pouca variação entre T_L e T_S , vamos analisar a curva de resfriamento da liga Al-1,0%Fe1,0%Si, verificamos que a curva tem uma mudança na declividade na faixa de temperatura de 651°C. Essa mudança está associada ao início da recalescência na temperatura líquidus (AMIN, 2012), onde se tem o início da transformação da fase líquida em sólida, passando por T_S entorno de 649° C, conforme a Figura 4.28.

Figura 4.28 – Curva de resfriamento experimental da liga Al-1,0%Fe1,0%Si na pressão Ambiente.



(Fonte: Lima 2019)

A solidificação dessas ligas em regime transiente de extração de calor pode proporcionar condições que favoreçam a formação de fases não previstas pelos respectivos diagramas de fases desses sistemas, segundo (GOULART, 2010) dependendo da taxa de resfriamento pode surgir outras fases e intermetálicos como o $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ ou Al_6Fe . Já em ligas ternárias Al-Fe-Si com concentração de ferro entorno de 1% uma reação eutética, líquido produzindo Al

+ Al₃Fe (Fe₄Al₁₃), acontecem à medida que a solidificação avança. Em seguida, ocorre a reação peritética ternária, líquido + Al₃Fe transformando em Al + Fe₂SiAl₈ (fase α). Essas fases de equilíbrio também podem surgir em condições em que a solidificação acontece fora do equilíbrio, além disso dependendo do tipo do processo podem surgir distintas variantes estruturais dessas fases α (Fe₂SiAl₈) e de uma fase β (FeSiAl₅) como reportado por (SOUZA, 2012).

4.11 Morfologia Microestrutural das ligas Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe Al-1,8%Fe Al-1,0%Fe-1,0%Si utilizando o MEV, DRX e EDXS

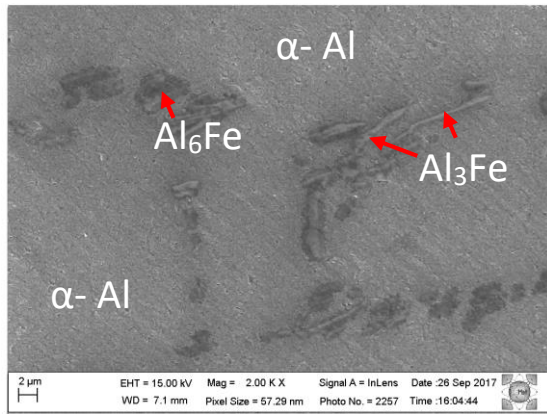
Para a certificação da composição das fases e dos possíveis intermetálicos, e como a solidificação sobre pressão vai influenciar essas fases, foram preparadas amostras para a realização de exame em Difratorômetro de Raio (DRX), porém, devido à interferência do metal base, não foi possível chegar-se a uma conclusão definitiva sobre os intermetálicos, esse problema também foi encontrado em ligas diluídas de Al-Fe em (GOULART, 2010), neste trabalho nossas comparações de intermetálicos foram baseados em seus estudos.

Com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV), é possível produzir imagens de alta resolução da superfície das amostras, que juntamente com o (DRX), pode-se determinar a composição tanto das fases celulares como nas regiões intercelulares.

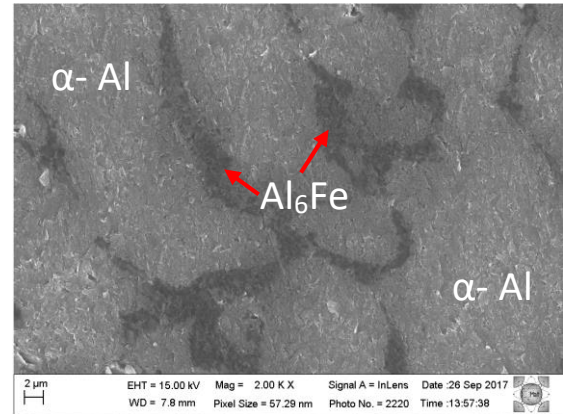
Nas Figuras 4.29 temos algumas amostras do sistema Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe e Al-1,8%Fe, nas pressões ambiente e 150MPa, onde observamos que as células mais claras são compostas basicamente por uma matriz de alumínio (α -Al) com os intermetálicos de dois ou mais tipos, sendo Al₆Fe (redondo), o Al₃Fe na forma de placa e agulhas, em condições de resfriamento fora do equilíbrio, transformações eutéticas metaestáveis podem ocorrer, porque não há tempo suficiente para que as transformações eutéticas ocorram, implicando assim que, uma ampla faixa de intermetálico Al_mFe pode aparecer, com _m variando de (4 a 5,8) (GOULART, 2010), como mostrado nas Figuras 4.29. Esse comportamento da formação de vários intermetálicos, notamos em vários outros estudos (YAO et. al., 2014-B), (PROSEK et al., 2008), Honda (HONDA et al., 2008) e Liang (LIANG et al., 1997).

Figura 4.29. Imagens MEV com as fases formadas durante a solidificação pelo processo de solidificação sob pressão da liga Al-Fe Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe e Al-1,8%Fe, nas pressões ambiente e 150MPa.

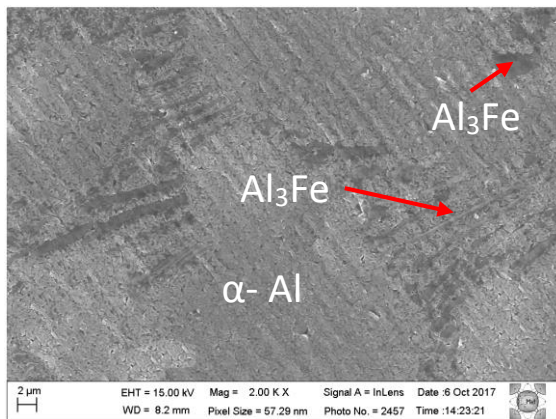
Al-1,0%Fe Pressão Ambiente



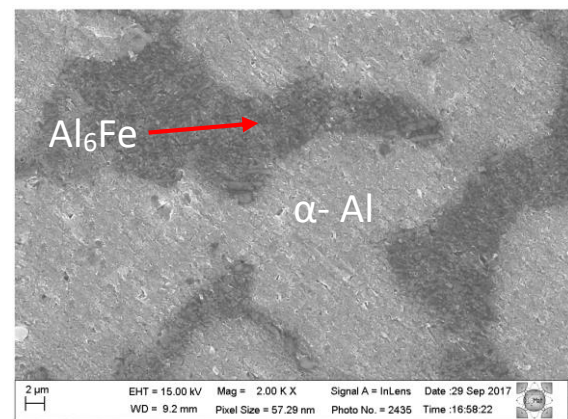
Al-1,0%Fe Pressão 150 MPa



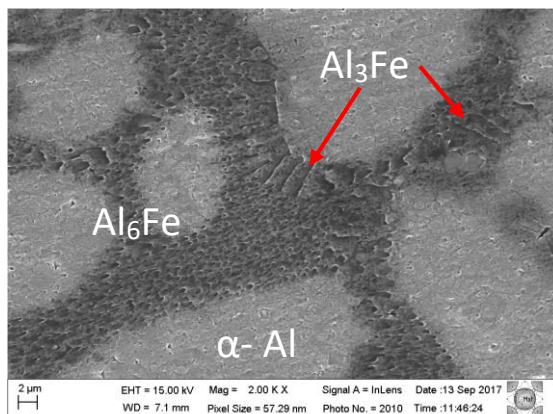
Al-1,5%Fe Pressão Ambiente



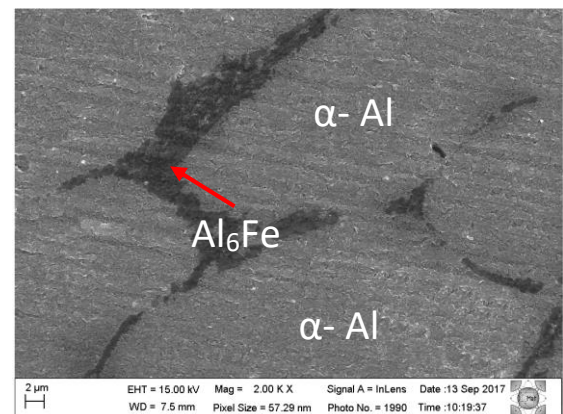
Al-1,5%Fe Pressão 150 MPa



Al-1,8%Fe Pressão Ambiente



Al-1,8%Fe Pressão 150 MPa

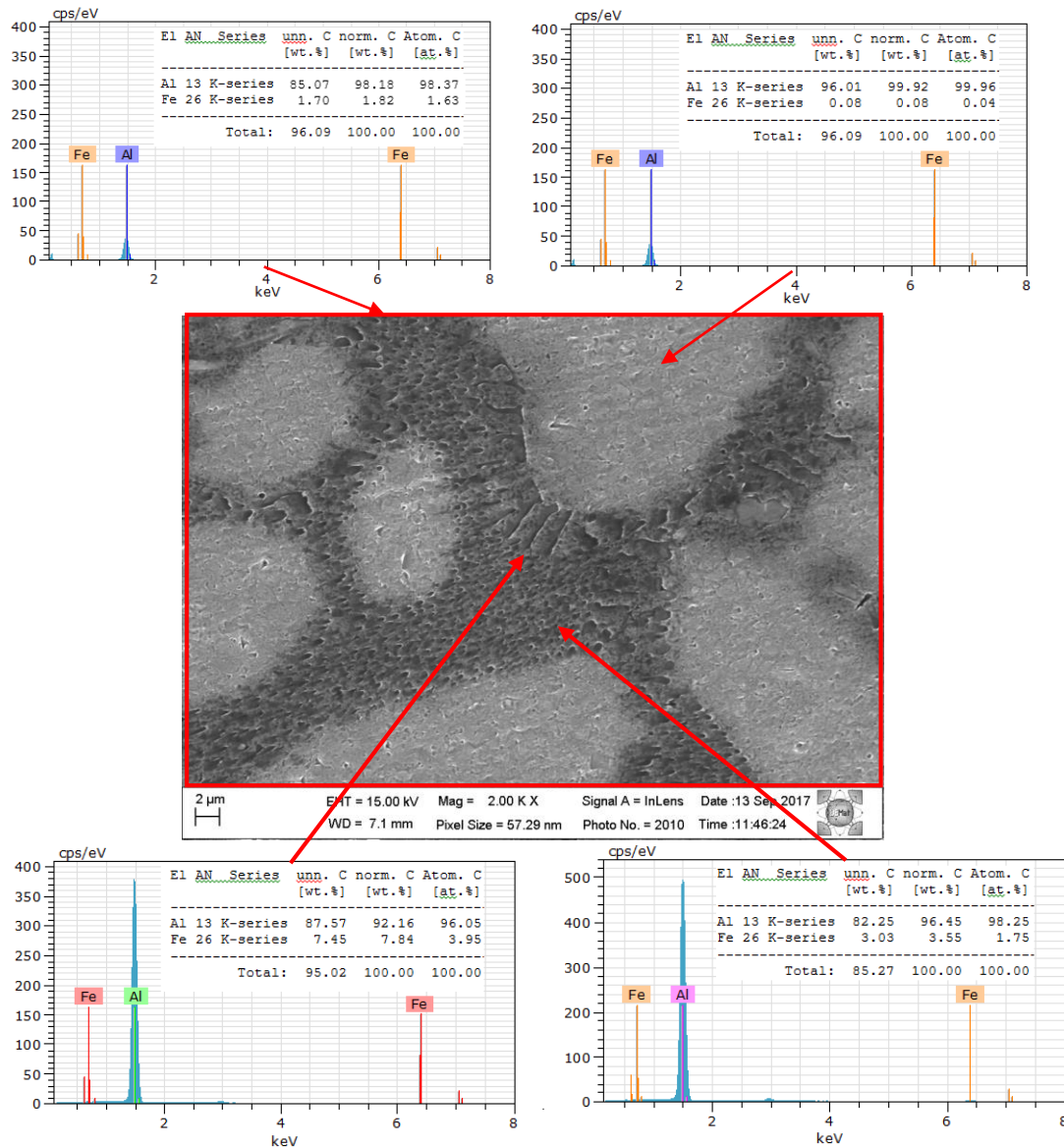


(Fonte: Lima 2019)

Observamos que, com o aumento da pressão há uma diminuição dos intermetálicos Al_3Fe na forma de placa e agulhas, aparecendo mais o intermetálico metaestável Al_6Fe , sabendo que a solubilidade do Fe é muito baixa da ordem de máxima: 0,052% a 655°C, então normalmente o ferro presente se encontra nos cortornos dos grãos, células ou dendritas, aparecendo como fases intermetálicas em (MULAZIMOGLU, 1996 SOUZA, 2012), então essa diminuição se dá em grande parte porque com o aumento da pressão aumenta a solubilidade do ferro na matriz, ficando assim a liga mais homogênea, essa homogenização também é citado por (GHOMASHCHI, 2000) e mais recentemente por (JAHANGIRI, 2017).

Em seguida se analisou as imagens do MEV associado a um DRX para sabermos as porcentagens das composições em vários pontos da amostra, tomamos como exemplo a liga Al-1,8%Fe Pressão Ambiente, de acordo com a Figura 4.30

Figura 4.30 - Morfologia da liga Al-1,8%Fe para a posição 7 microestrutura



(Fonte: Lima 2019)

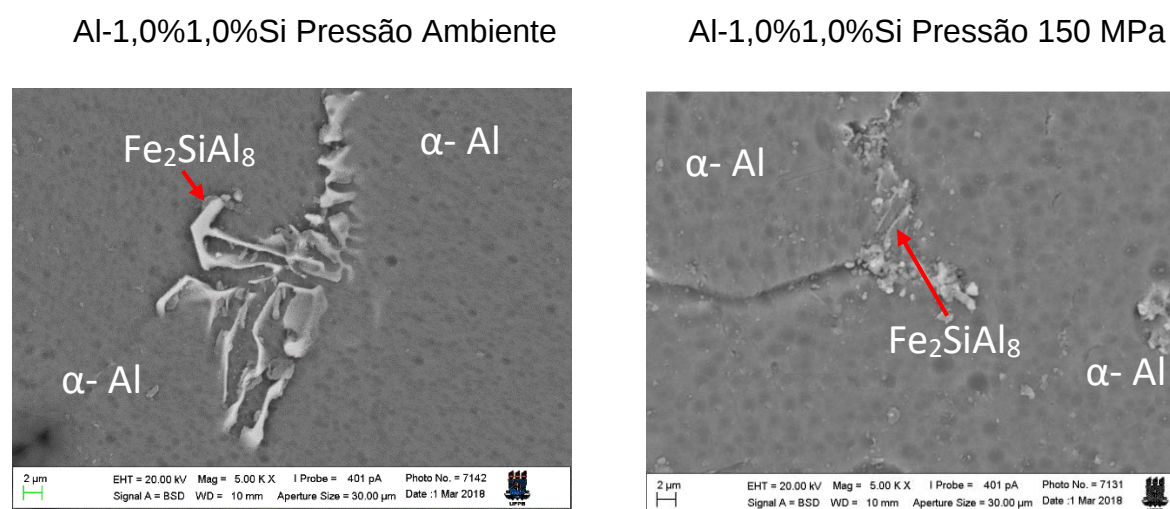
Na Figura 4.31 analisaremos como o silício irá influenciar na morfologia microestrutural para a liga Al-1,0%1,0%Si na pressão ambiente e 150 MPa, de acordo com (GOULART, 2010 et al), verificamos que os intermetálicos Fe_2SiAl_8 pode surgir como pequenos poliedros, agulhas e na forma de escrita chinesa como neste caso, e que ocorreu uma diminuição da fase Fe_2SiAl_8 com o aumento da pressão.

Segundo (Backerud, 2005) na solidificação de ligas Al-Si-Fe as taxas de resfriamento é que vão determinar as quantidades e as formas dos intermetálicos Al-Fe-Si, a fase Fe_2SiAl_8 em forma de escrita chinesa pode solidificar em frente às dendritas de alumínio- α ou precipitar em regiões interdendriticas.

Essa diminuição dos intermetálicos Fe_2SiAl_8 foi estudada por (FERRANINI 2005). O mesmo verificou que a agitação mecânica é capaz de alterar a morfologia e reduzir o tamanho dessas fases.

Para elucidar melhor o que ocorre com o Fe e Si na matriz de alumínio fizemos uma Microanálise no MET-Espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDXS), como veremos na seção 4.12 Figura 4.32.

Figura 4.31. Imagens MEV com as fases formadas durante a solidificação pelo processo de solidificação sob pressão da liga Al- 1,0%Fe1,0%Si, na pressão ambiente e 150MPa.



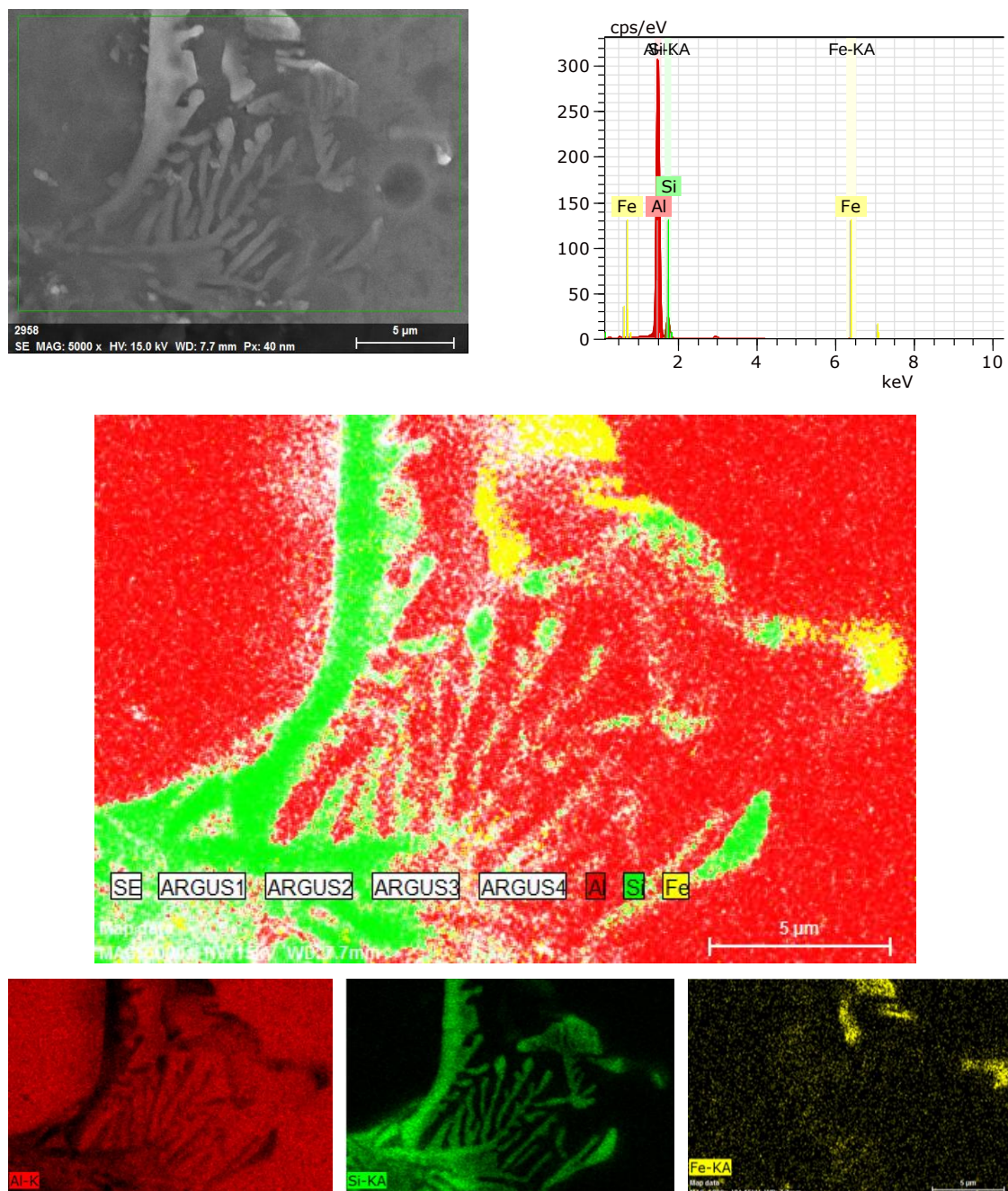
(Fonte: Lima 2019)

4.12 Microanálise no MET-Espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDXS)

As Figuras 4.32 e 4.33 mostram o resultado das análises e EDXS para a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si na pressão Ambiente e na pressão de 150 MPa, este ensaio foi realizado nos contornos dos espaçamentos celulares, onde podemos observar que o ferro na pressão ambiente é mais concentrado nesses espaços, conforme previsto na literatura e comentado na seção 4.3 Morfologia

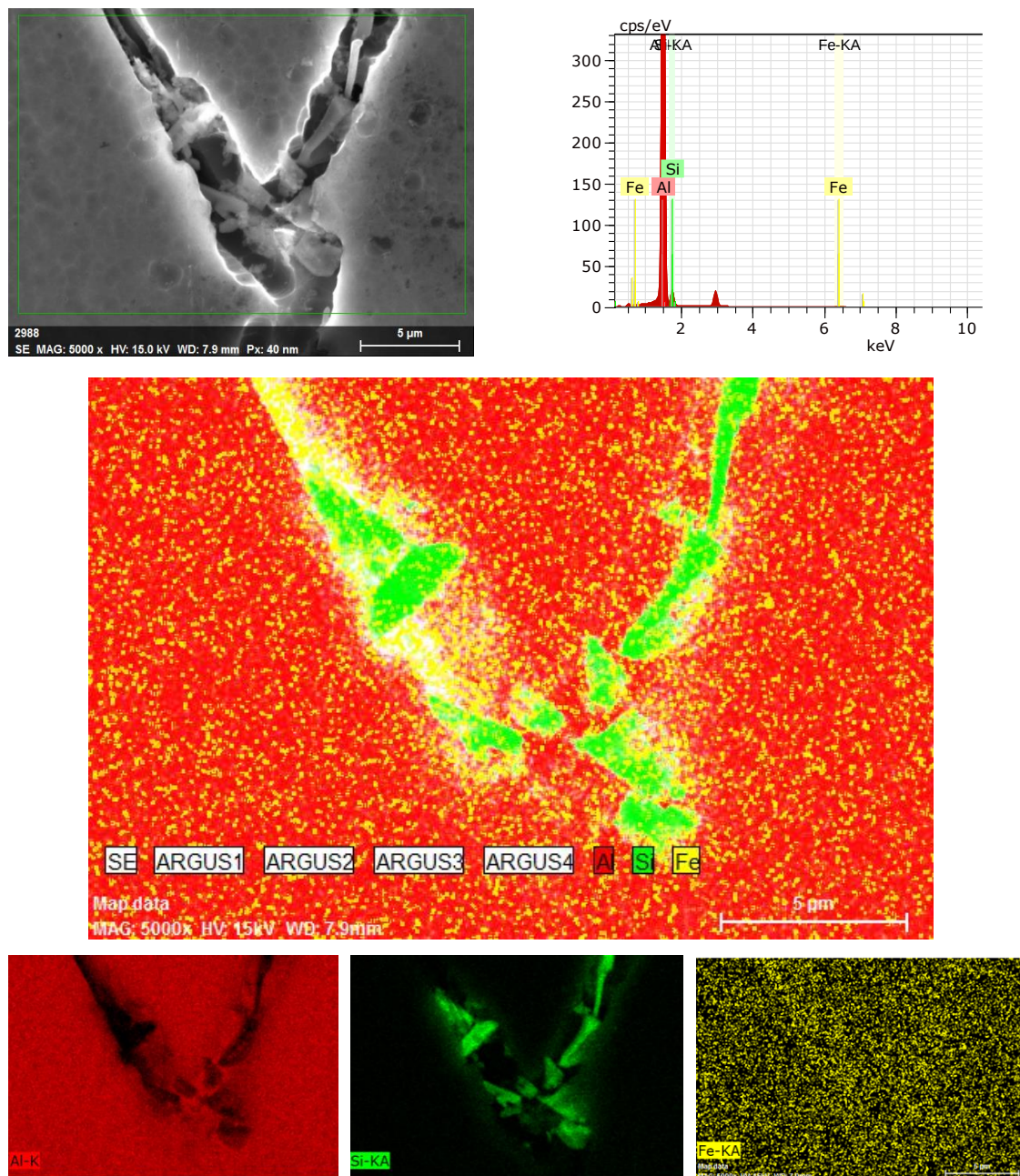
microestrutural, com o aumento da pressão, notamos uma dispersão desse ferro ficando mais homogeneizado, verifica-se também a quebra ou a diminuição do intermetálico Fe_2SiAl_8 , comparando com estudos atuais de solidificação sob pressão, essa quebra ou diminuição do silício possivelmente se dá por causa da pressão exercida sobre o metal (OLIVEIRA FILHO, 2017).

Figura 4.32 Mapeamento elemental por dispersão de raios X da liga Al-1,0%Fe-1,0%Si para a posição 7 para Pressão Ambiente.



(Fonte: Lima 2019)

Figura 4.33 Mapeamento elementar por dispersão de raios X da liga Al-1,0%Fe-1,0%Si para a posição 7 para 150 MPa .



(Fonte: Lima 2019)

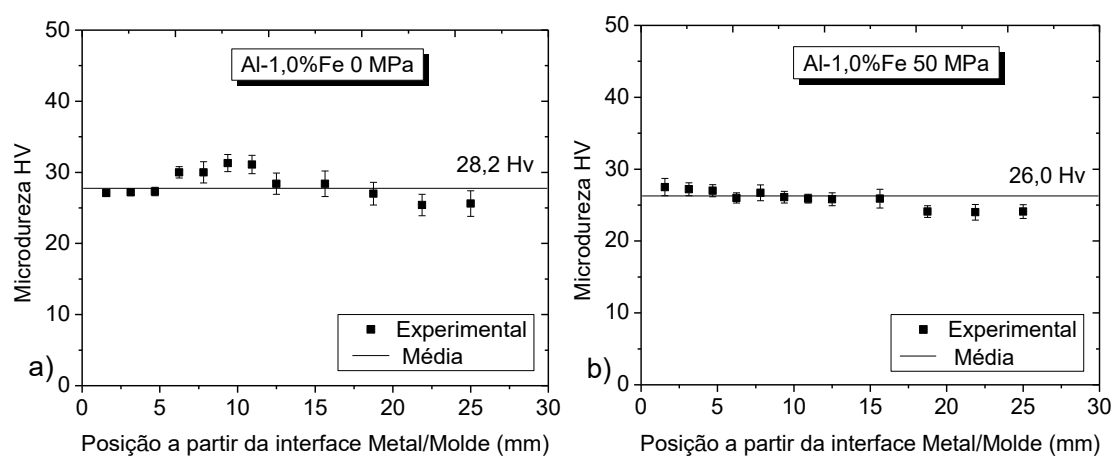
4.13 Propriedades mecânicas das ligas de Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe Al-1,0%Si solidificadas sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa.

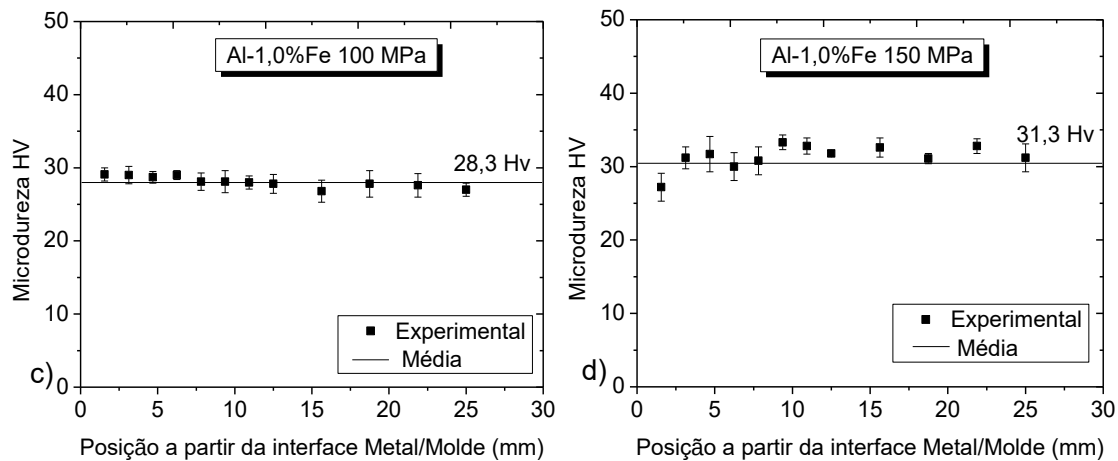
4.13.1 Microdureza Vickers Hv

Ensaio de microdureza e tração foram realizados com o objetivo de compreender como o Ferro e o Silício em baixas concentrações, vão influenciar as propriedades de acordo com uma solidificação sob pressão.

De acordo com as Figuras 4.34, 4.35, 4.36 e 4.37 a), b), c) e d), correspondentes às Microdureza Vickers HV das ligas de Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe Al-1,0%Si solidificadas sob pressão ambiente, 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa, podemos observar uma pequena oscilação de valores, devido a concentração do soluto nos contornos das células e o tamanho da endentação, notamos também um leve aumento a medida que se aumenta a pressão, isto se dá provavelmente porque com maiores pressões há maiores taxas de resfriamento e menores espaçamentos, segundo (BOSCHETTO, 2007 et al.)

Figura 4.34 Microdureza Vickers HV em função da posição para a liga Al-1,0%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa

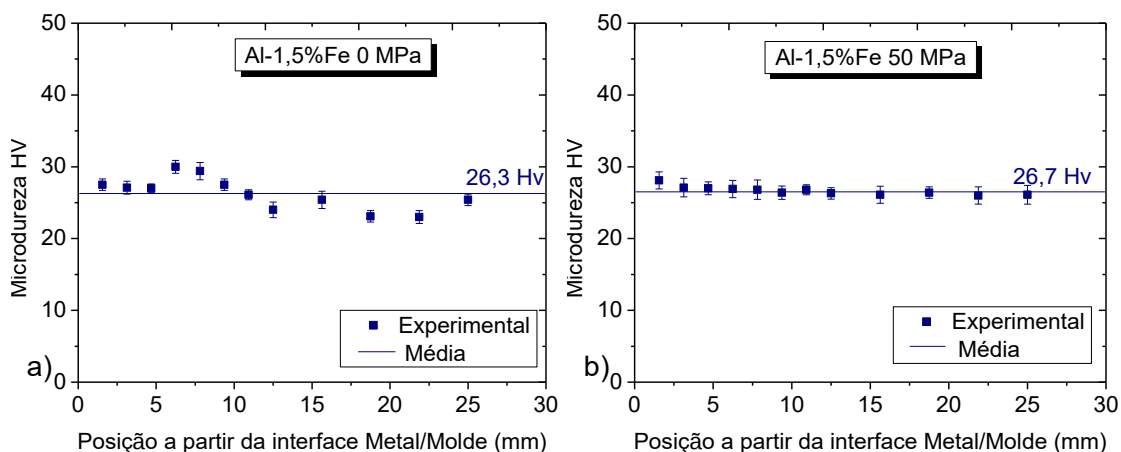


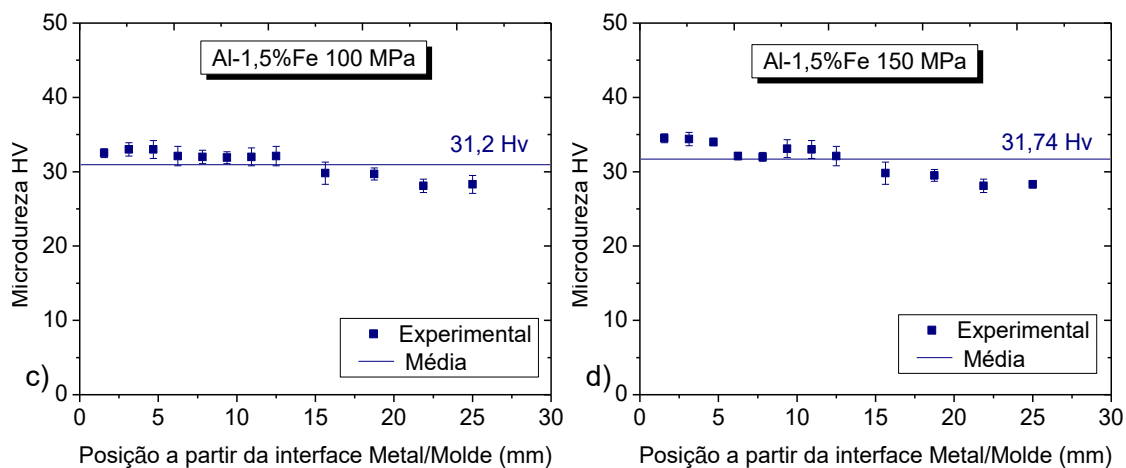


(Fonte: Lima 2019)

Nós podemos correlacionar a microdureza com os espaçamentos celulares pela equação Hall–Petch, onde com menores espaçamentos temos maiores durezas, observamos também que quando aumentamos a concentração de soluto há uma tendência da microdureza aumentar, como também documentado em trabalhos mais recentes do processo de solidificação sob pressão como (BOSCHETTO, 2007), (OLIVEIRA FILHO, 2017), (JAHANGIRI, 2017) et al (RAJI E KHAN, 2006).

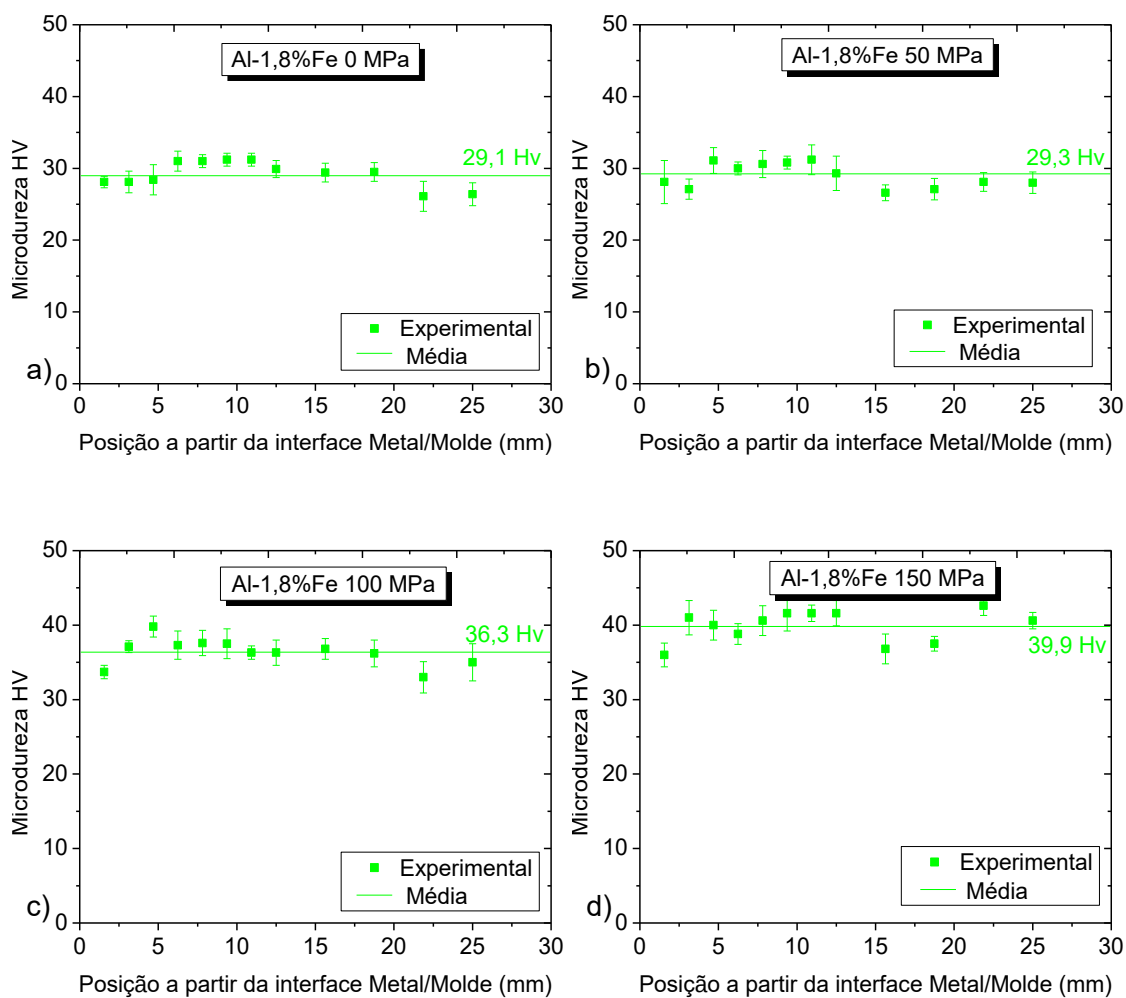
Figura 4.35 Microdureza Vickers HV em função da posição para a liga Al-1,5%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa





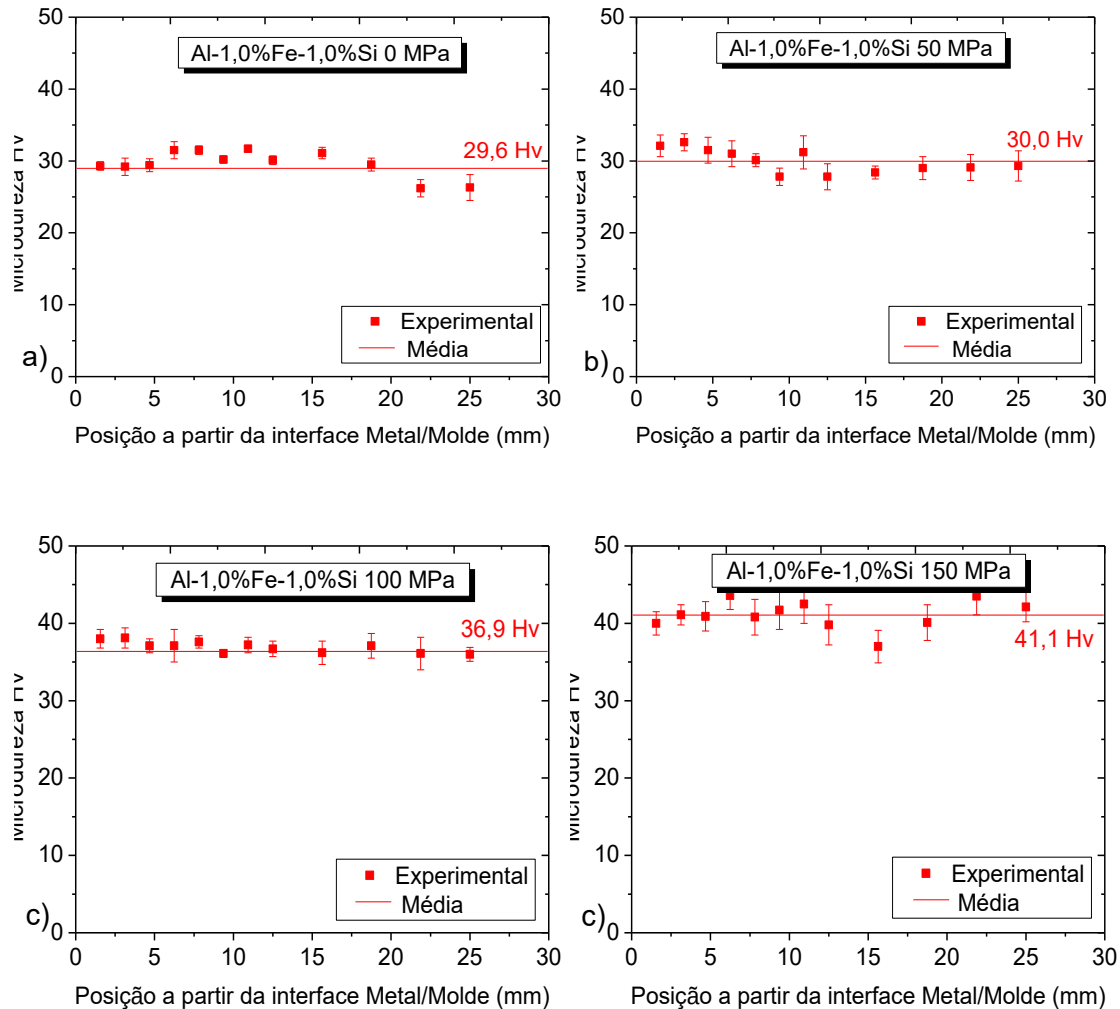
(Fonte: Lima 2019)

Figura 4.36 Microdureza Vickers HV em função da posição para a liga Al-1,8%Fe: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

Figura 4.37 Microdureza Vickers HV em função da posição para a liga Al-1,0%Fe-1,0%Si: a) Pressão Ambiente, b) Pressão de 50 MPa, c) Pressão 100 MPa, (d) Pressão de 150 MPa



(Fonte: Lima 2019)

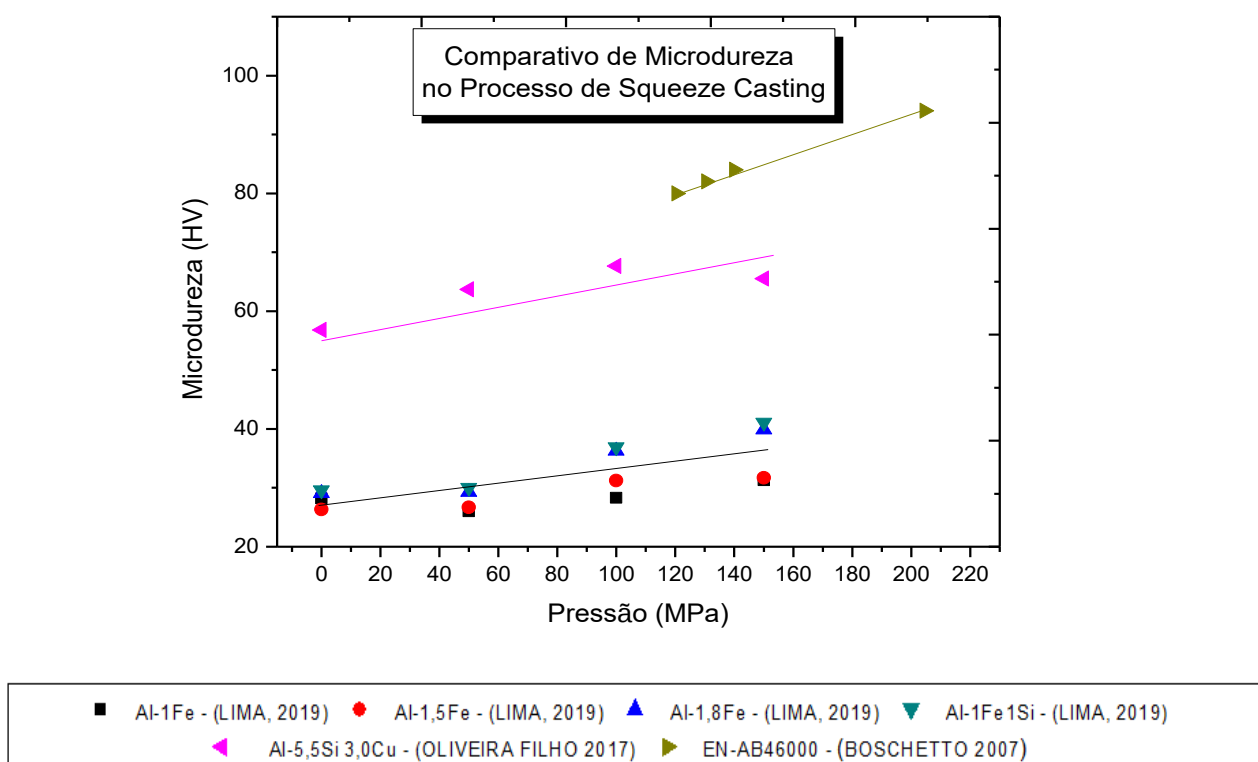
Na Tabela 4.2 temos os valores da microdureza Vickers, média para todas as composições e pressões estudadas, que se fizemos um comparativo com estudo de (OLIVEIRA FILHO, 2017), com ligas de Al-Si-Cu e (BOSCHETTO, 2007) com ligas de Al-Si-Fe (EM-AB46000), observamos que com o aumento da pressão há um aumento da microdureza Vickers, essa comparação e tendência de crescimento é mostrada na Figura 4.38.

Tabela: 4.2 Média de Microdureza Vickers HV a) Al-1,0%Fe , Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe1,0%Si para as pressões 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa.

Al-1,0%Fe		Al-1,5%Fe	
Pressão (MPa)	HV	Pressão (MPa)	HV
0	28,2	0	26,3
50	26	50	26,7
100	28,3	100	31,2
150	31,3	150	31,7
Al-1,8%Fe		Al-1,0%Fe-1,0%Si	
Pressão (MPa)	HV	Pressão (MPa)	HV
0	29,1	0	29,6
50	29,3	50	30,0
100	36,3	100	36,9
150	39,9	150	41,1

(Fonte: Lima 2019)

Figura 4.38 Comparativo de Microdureza Vickers HV por Pressão com outros autores de Solidificação sob pressão



(Fonte: Lima 2019)

4.13.2 Limite de resistência a tração das ligas Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe-1,0%Si

Ensaio de limite de resistência a tração foram realizados em amostras das ligas Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe-1,0%Si nas pressões de ambiente 50 MPa, 100 MPa e 150 MPa, com o objetivo de compreender a influência da adição dos solutos ferro e silício em baixas concentrações no processo de solidificação sob pressão. Na Tabela 4.3, temos os limites de resistência a tração das ligas citadas.

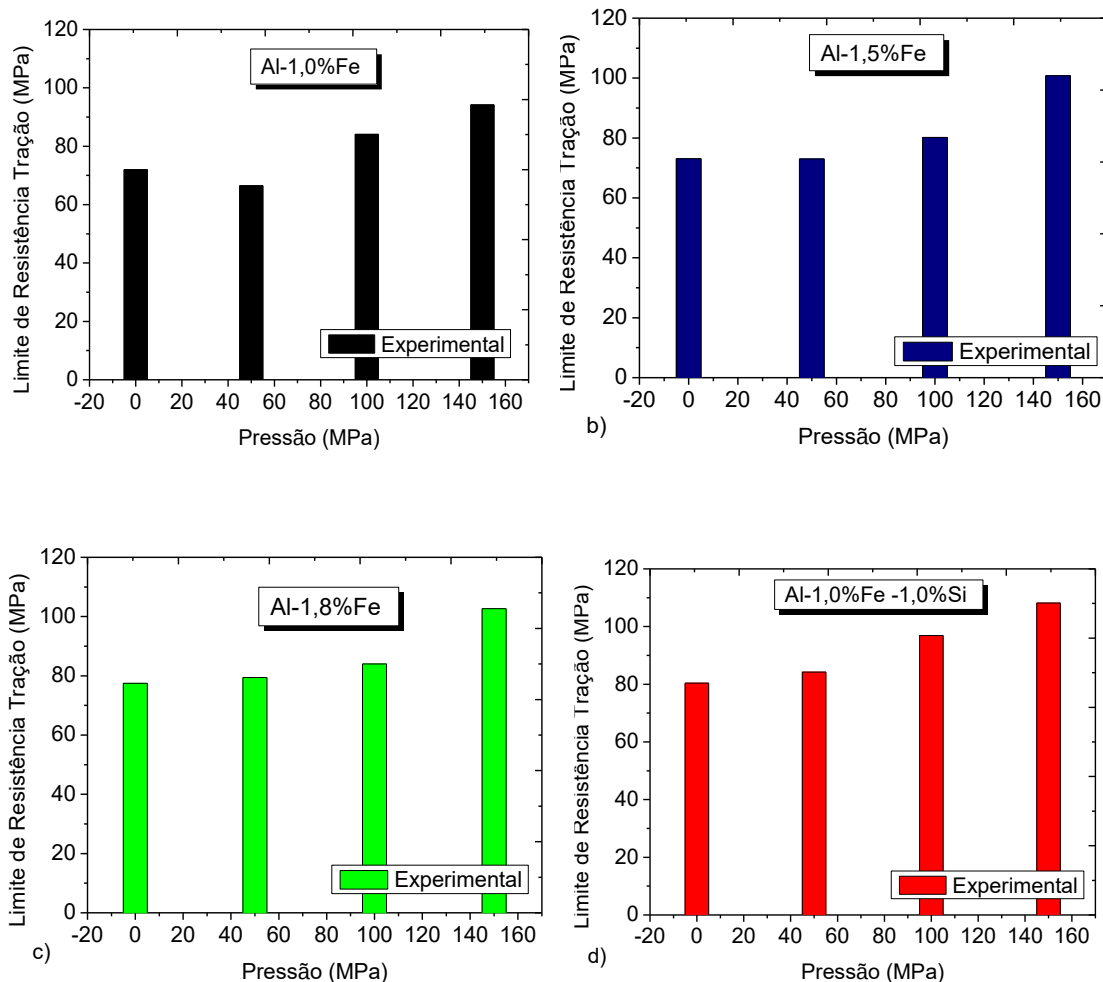
Tabela: 4.3 Limite de Resistência a Tração para as ligas a) Al-1,0%Fe , Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe-1,0%Si para as pressões 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa.

Al-1,0%Fe		Al-1,5%Fe	
Pressão (MPa)	LRT (MPa)	Pressão (MPa)	LRT (MPa)
0	72	0	73,1
50	66,5	50	73,0
100	84,1	100	80,2
150	94,2	150	100,8
Al-1,8%Fe		Al-1,0%Fe-1,0%Si	
Pressão (MPa)	LRT (MPa)	Pressão (MPa)	LRT (MPa)
0	77,5	0	80,4
50	79,4	50	84,2
100	84	100	96,9
150	102,7	150	108,2

(Fonte: Lima 2019)

Observa-se que, de modo geral, para os sistemas estudados o limite de resistência a tração tende a aumentar com o aumento da pressão, assim como o aumento da composição, para o caso particular de Al-1,0%Fe em 50 MPa essa tendência é quebrada provavelmente pelos defeitos de solidificação nesta pressão, de acordo com a Tabela 4.3 e a Figura 4.39.

Figura 4.39 Limite de Resistencia a Tração para as ligas: a) Al-1,0%Fe 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa, b) Al-1,5%Fe 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa, c) Al-1,8%Fe 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa, d) Al-1,0%Fe1,0%Si 0MPa, 50MPa, 100 e 150MPa.



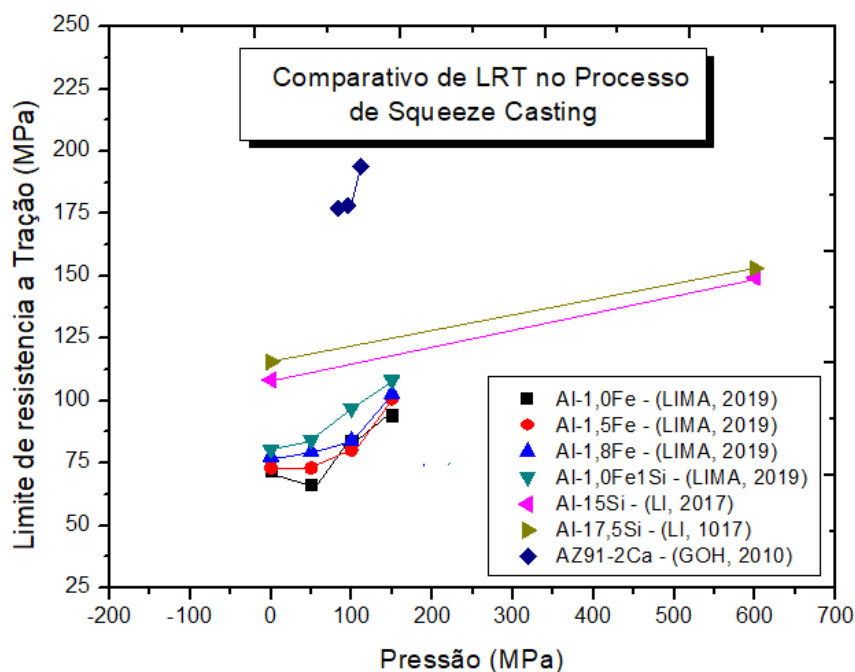
(Fonte: Lima 2019)

Essa tendência possivelmente se dá por dois fatores: O primeiro, com o aumento da pressão a uma maior taxa de resfriamento provocando um maior refino da estrutura, temos como exemplo mais recente a matriz com morfologia celular, observada (BRITO, 2016) para taxas de resfriamento no intervalo $2 < T_{\gamma} < 45$ K/s, conferiu uma relação tipo Hall-Petch entre σ e λ_c , evidenciando assim que quanto maior a taxa de resfriamento e pressão maior o LRT. Segundo, com o aumento da pressão há uma diminuição dos intermetálicos citados nas Figuras 4.31, 4.32 e 4.33 que dependendo da sua forma e geometria

atuarão prejudicando o LRT, logo com o aumento da pressão há um aumento do LRT. Apesar de que intermetálicos com a forma de escrita chinesa, como verificado nas ligas de Al-Fe-Si no intermetálico Fe_2SiAl_8 por vezes até melhoram as propriedades (MULAZIMOGLU, 1996). Segundo (Liu et al, 1999) nas ligas de Al-Fe-Si, podem surgir outros intermetálicos que segundo a literatura, todos são unânimes quanto ao fato dela ser deletéria às propriedades mecânicas de ligas, mas no presente estudo, mesmo que tenha surgido outros intermetálicos o efeito da pressão no LRT foi superior.

Assim como na microdureza Vickers, vamos corroborar nossos estudos com a literatura, se tomarmos como exemplos os últimos trabalhos de fundição sob pressão com em (LI, 2017) ligas de Al-Fe e (GOH 2010) ligas de A91-2%Ca, onde novamente podemos observar uma tendência de que com o aumento da pressão há um aumento do (LRT), como mostrado na Figura 4.40

Figura 4.40 Comparativo de LRT por Pressão com outros autores de Solidificação sob pressão



(Fonte: Lima 2019)

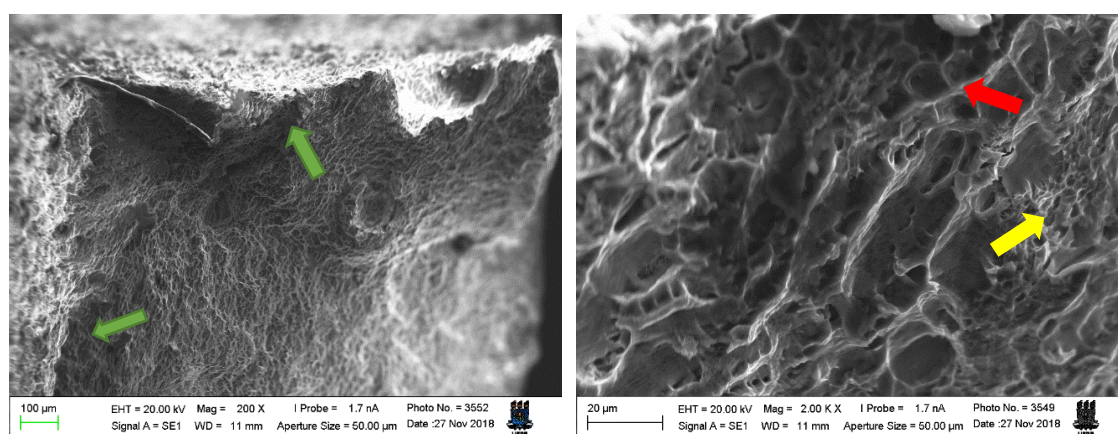
4.13.3 Análise das Fraturas dos Corpos de Prova dos Ensaios de Resistência à Tração

A Figura 4.41 (a), (b), (c), (d), apresenta imagens do MEV das ligas Al-1%Fe, solidificada sob pressão Ambiente e 150 MPa, com aumentos de 200X e 2000X, na superfície de fratura após o ensaio de tração dos corpos de prova.

Observam-se muitas microcavidades (“dimples”), onde essas microcavidades adquire um formato esférico (ou elipsoidal), além de um aspecto fibroso da superfície, que são características de fratura dúctil, sendo *dimples simples* (setas amarelas), *dimples* (setas vermelhas) e os *alvéolos* ou elementos de segunda fase (setas azuis),

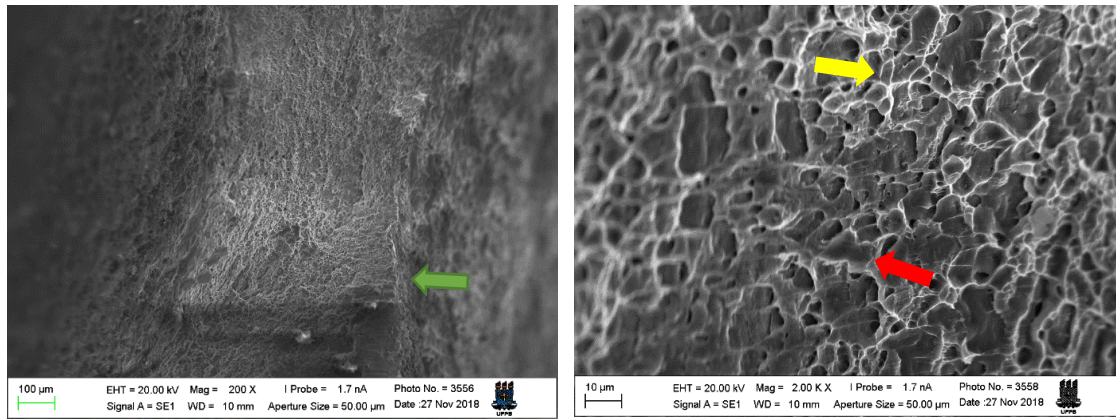
Nas Figuras 4.41(a) e (c), podemos observar também estrição, onde a seção resistente diminui até se tornar “uma linha” características de fraturas dúcteis (setas verdes), onde através de deformação cisalhante em um ângulo de aproximadamente 45° em relação ao eixo de tração –ângulo de tensão máxima, além de uma diminuição dos dimples para a pressão de 150 MPa nas Figuras 4.38 (b) e (d),

Figura 4.41 Superfícies das fraturas dos corpos de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,0%Fe: a) Pressão 0 MPa aumento de 200X , b) Pressão 0 MPa aumento de 2000X, c) 150 MPa aumento de 200X e (d) 150 MPa aumento de 2000X



a) Al-1%Fe Pressão 0 MPa (200X)

b) Al-1%Fe Pressão 0 MPa (2000X)



c) Al-1%Fe Pressão 150 MPa (200X)

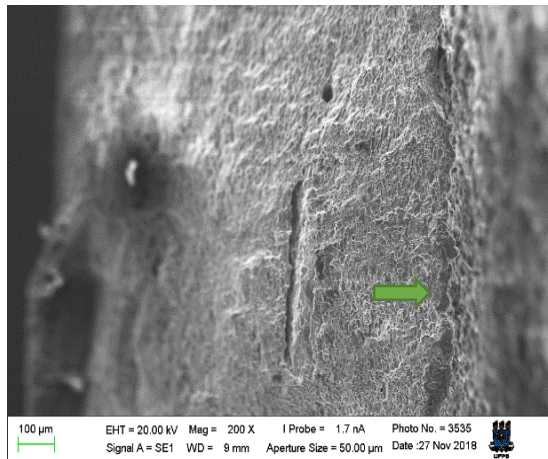
d) Al-1%Fe Pressão 150 MPa (2000X)

(Fonte: Lima 2019)

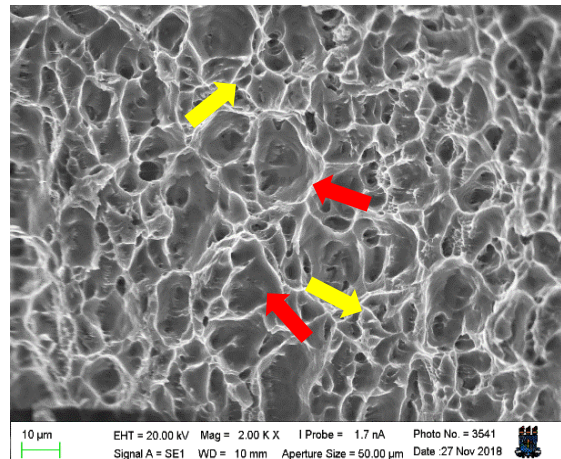
A Figura 4.42 e 4.43 (a), (b), (c) e (d), apresentam imagens das ligas Al-1,5%Fe e Al-1,8%Fe respectivamente, solidificada sob pressão Ambiente e 150 MPa com aumentos de 200X e 2000X, na superfície de fratura após o ensaio dos corpos de prova, que foram obtidas com o auxílio do MEV.

Novamente para as figuras das micrografias pode-se notar a ocorrência de um micro-mecanismo alveolar típico de fratura dúctil. As fraturas aconteceram de um modo transgranular, com a nucleação ocorrendo nos contornos das células, podemos observar, que nas superfícies de fratura para os lingotes com pressão de 150 MPa, os tamanhos dos dimples diminuíram, estudos mais recentes (LI, 2017) em solidificação sob pressão onde o mesmo trabalhou com Al-xSi alloys ($x = 15, 17.5, 22 \text{ wt}\%$), essa diminuição dos dimples e melhora nas propriedades de LRT também foi observada.

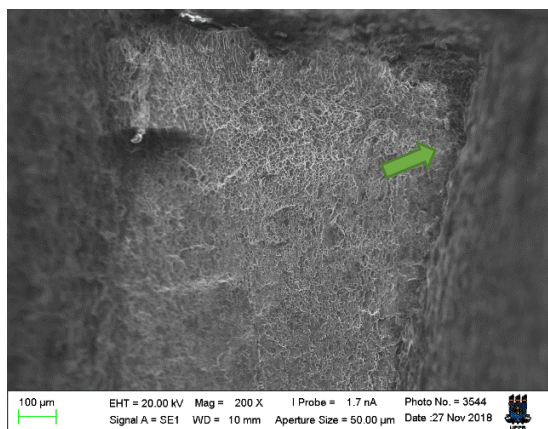
Figura 4.42 Superfícies das fraturas dos corpos de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,5%Fe: a) Pressão 0 MPa aumento de 200X , b) Pressão 0 MPa aumento de 2000X, c) 150 MPa aumento de 200X e (d) 150 MPa aumento de 2000X



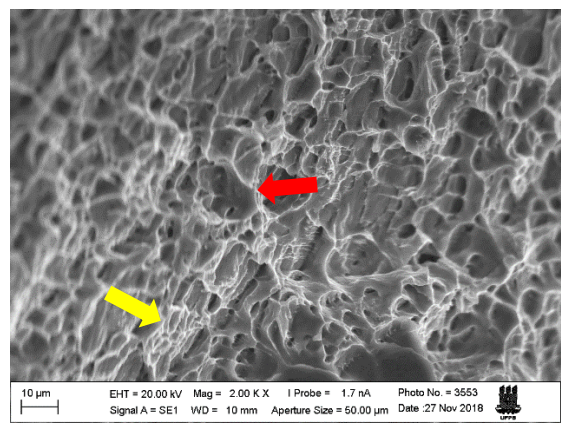
a) Al-1,5%Fe Pressão 0 MPa (200X)



b) Al-1,5%Fe Pressão 0 MPa (2000X)



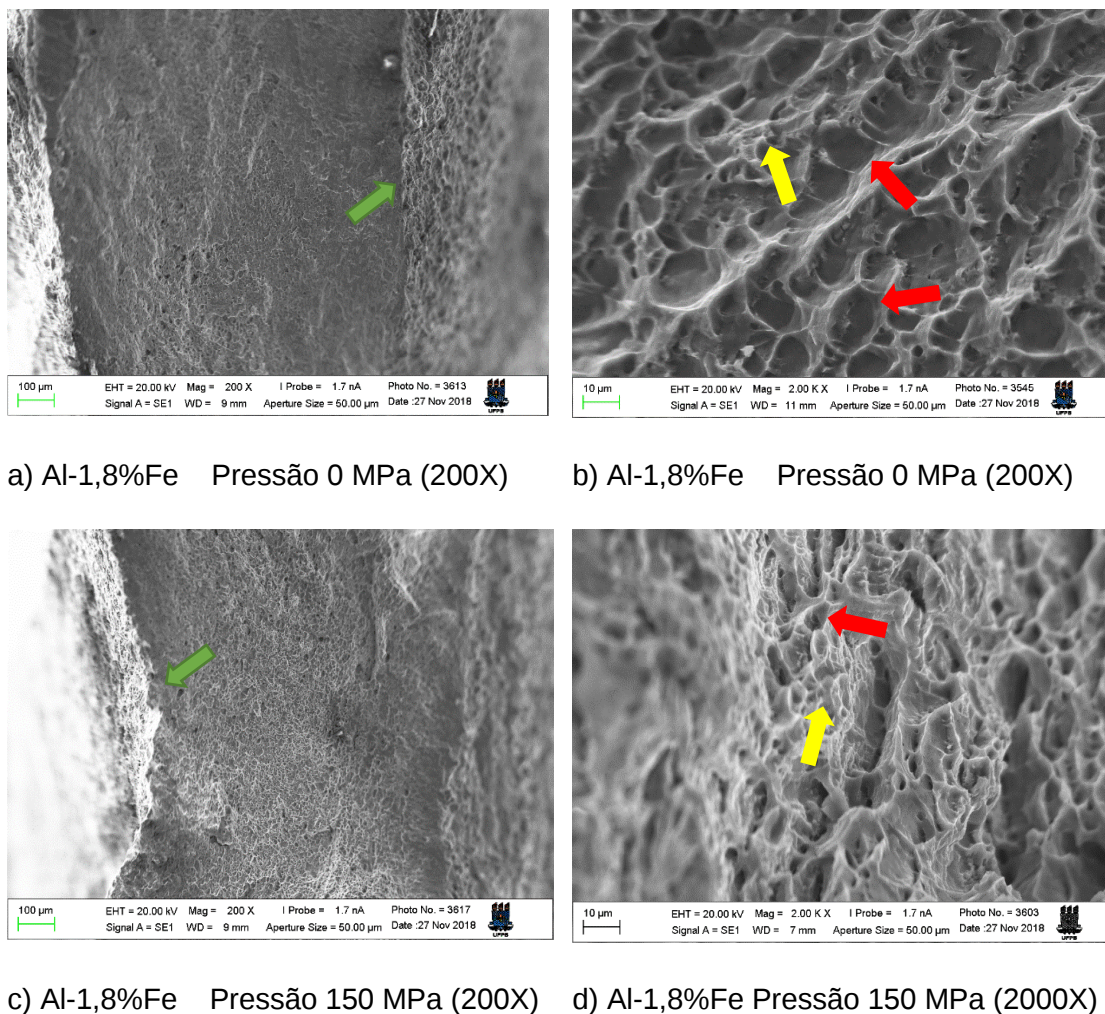
zc) Al-1,5%Fe Pressão 150 MPa (200X)



d) Al-1,5%Fe Pressão 150 MPa (2000X)

(Fonte: Lima 2019)

Figura 4.43 Superfícies das fraturas dos corpos de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,8%Fe: a) Pressão 0 MPa aumento de 200X , b) Pressão 0 MPa aumento de 2000X, c) 150 MPa aumento de 200X e (d) 150 MPa aumento de 2000X



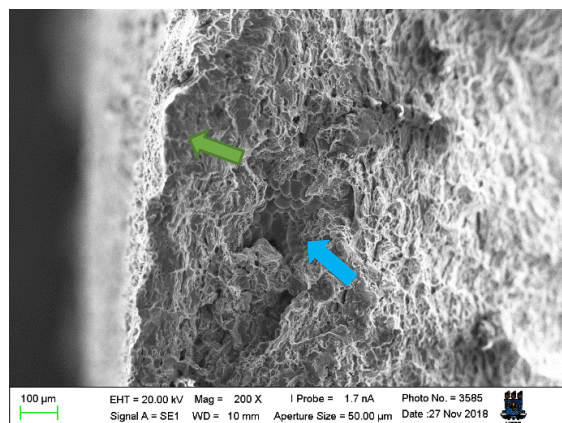
(Fonte: Lima 2019)

A Figura 4.44 (a), (b), (c) e (d), apresentam imagens das liga Al-1,0%Fe1%Si, solidificada sob pressão Ambiente e 150 MPa com aumentos de 200X e 2000X, na superfície de fratura após o ensaio dos corpos de prova, que foram obtidas com o auxílio do MEV.

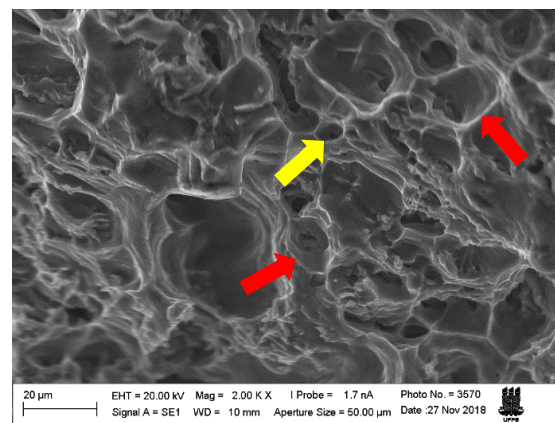
Quando se adiciona 1%Si na liga de Al-1%Fe, não notamos uma diferença significativa na micrografia da fratura, onde pode-se notar a ocorrência de um

micro-mecanismo alveolar típico de fratura dúctil, onde com o aumento da pressão há uma diminuição dos dimples. As fraturas aconteceram de um modo transgranular, com a nucleação ocorrendo nos contornos das células, essa diminuição ocasiona melhora nas propriedades mecânicas. Entretanto, já com a adição do silício podemos observar o aparecimento *alvéolos* ou elementos de segunda fase, conforme as Figuras 4.42 e 4.43.

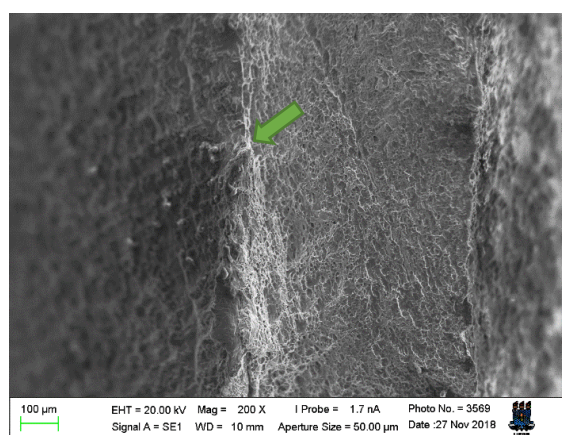
Figura 4.44 Superfícies das fraturas dos corpos de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,0%Fe-1%Si: a) Pressão 0 MPa aumento de 200X , b) Pressão 0 MPa aumento de 2000X, c) 150 MPa aumento de 200X e (d) 150 MPa aumento de 2000X



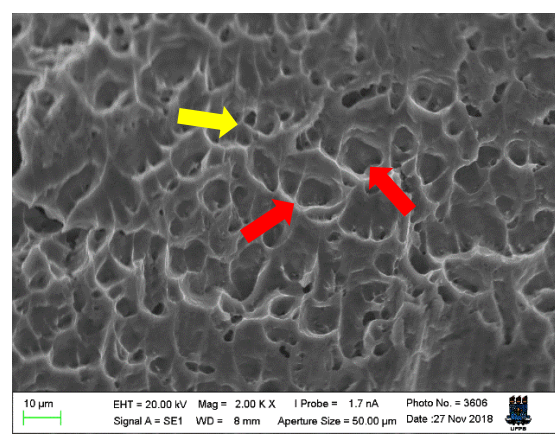
a) Al-1,0%Fe1%Si Pressão 0 MPa
(200X)



b) Al-1,0%Fe1%Si Pressão 0 MPa
(2000X)



d) Al-1,0%Fe1%Si Pressão 150 MPa
(200X)



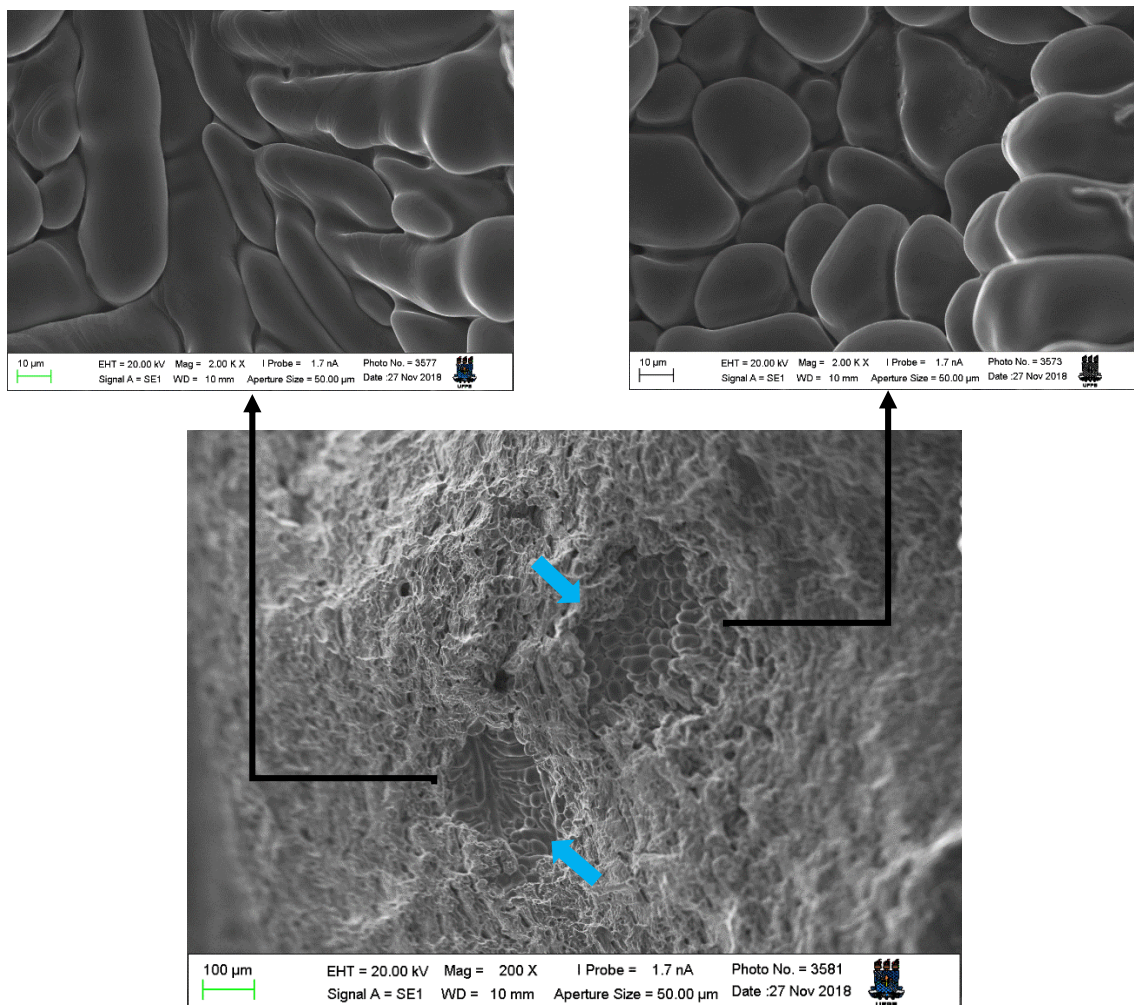
d) Al-1,0%Fe1%Si Pressão 150 MPa
(2000X)

(Fonte: Lima 2019)

As fendas são características de partículas de segunda fase ou alvéolos arrancadas durante o ensaio (precipitados, eutéticos, etc), estas foram encontradas em baixas pressões nas ligas de Al-1,8Fe e Al-1%Fe1%Si, indicando que pode haver uma relação entre a taxa de resfriamento e quantidade de soluto com a formação desses precipitados e eutéticos, também analisado em ligas a base de Al-Cu (ZANG, 2007).

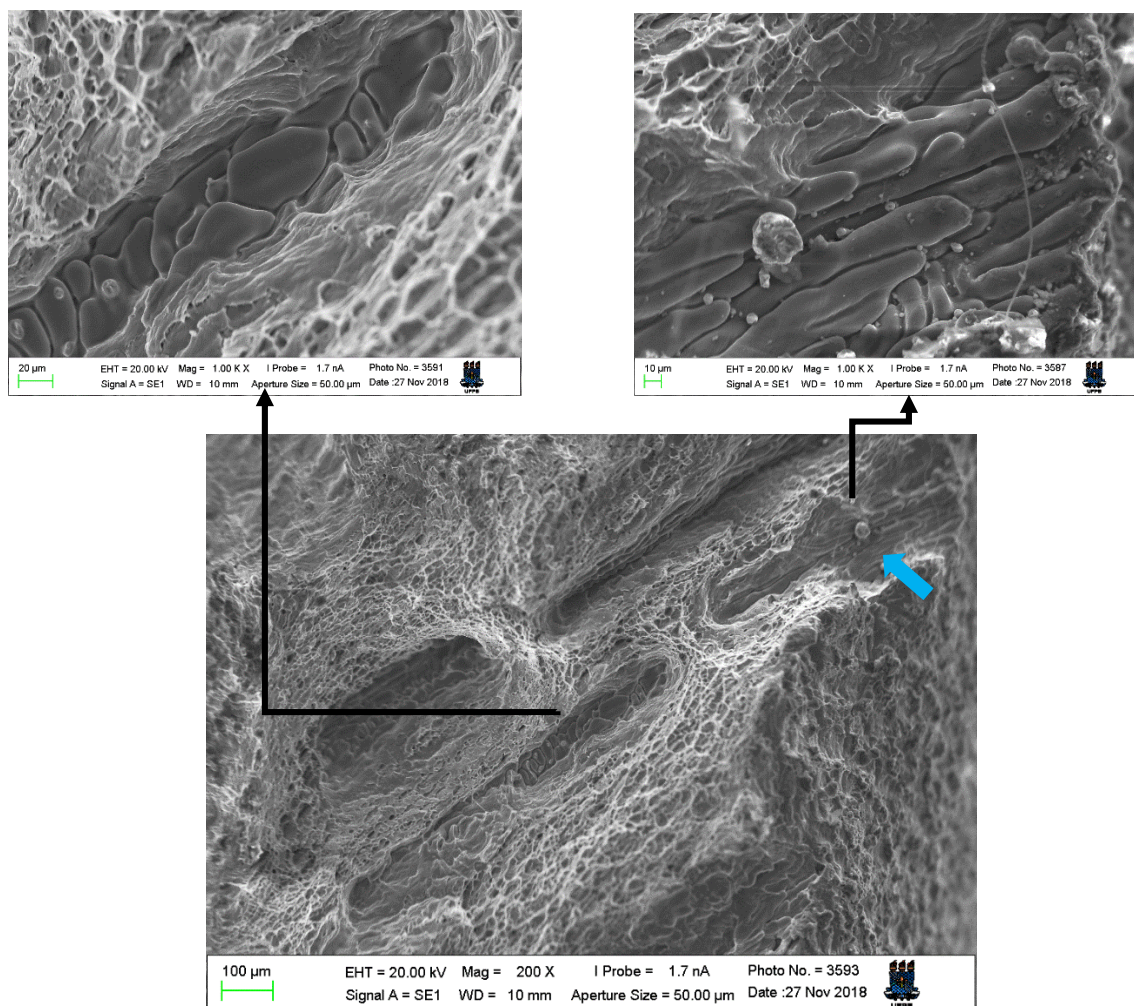
Podemos observar na Figura 4.45 e 4.46 os detalhes no interior dessas fendas onde vemos partes de uma estrutura celular, para a liga de Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe-1,0%Si respectivamente.

Figura 4.45 Detalhes das superfícies das fendas na fratura do corpo de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,8%Fe para a pressão 0 MPa aumento de 200X.



(Fonte: Lima 2019)

Figura 4.46 Detalhes das superfícies das fendas na fratura do corpo de prova de Resistência à Tração para a liga Al-1,0%Fe-1%Si para a pressão 0 MPa aumento de 200X.



(Fonte: Lima 2019)

4.14 Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE)

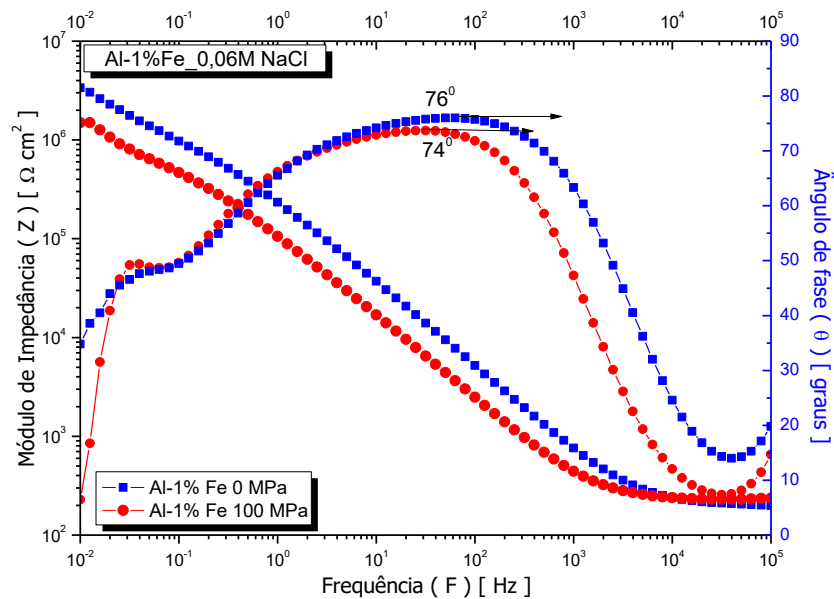
A impedância é uma ferramenta comumente utilizada para monitorar o processo de corrosão. Os resultados de EIE são apresentados através das representações de Bode e Bode-fase, e gráficos de Nyquist. Uma vez que foram realizados experimentos em triplicata para cada amostra das ligas, os gráficos EIE representam os valores médios experimentais. Através das curvas Bode e Bode-fase foi possível observar o módulo de impedância $|Z|$ e o ângulo de fase (θ) em função da frequência (F). Enquanto no diagrama de Nyquist (Zimagnário

vs Z_{real}) a interpretação dos resultados foi feita através das faixas de frequências, onde em altas frequências avalia-se as propriedades dos revestimentos (a resistência encontrada dependerá do material analisado, podendo ser atribuída em alguns casos apenas à resistência do eletrólito analisado) e a baixas frequências aos processos Faradaicos, que ocorrem sobre o metal (a resistência total, R_t , que representa a soma da resistência do eletrólito, da resistência à polarização e da resistência de poros, ou seja, a resistência à corrosão) (WOLYNEC, 2003).

Os gráficos resultantes dos ensaios de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) experimentais, para as amostras (Al-1%Fe 0MPa e Al-1%Fe 100 MPa) numa solução de 0,06 M NaCl à temperatura ambiente (25 °C) estão ilustrados nas Figuras 4.47 e 4.48, respectivamente. As duas amostras foram retiradas do centro do lingote conforme a Figura 3.13, onde temos diferentes taxas de resfriamento devido ao processo de solidificação sob pressão, o que reflete modificações da morfologia microestrutural, implicando em alterações nas propriedades corrosivas.

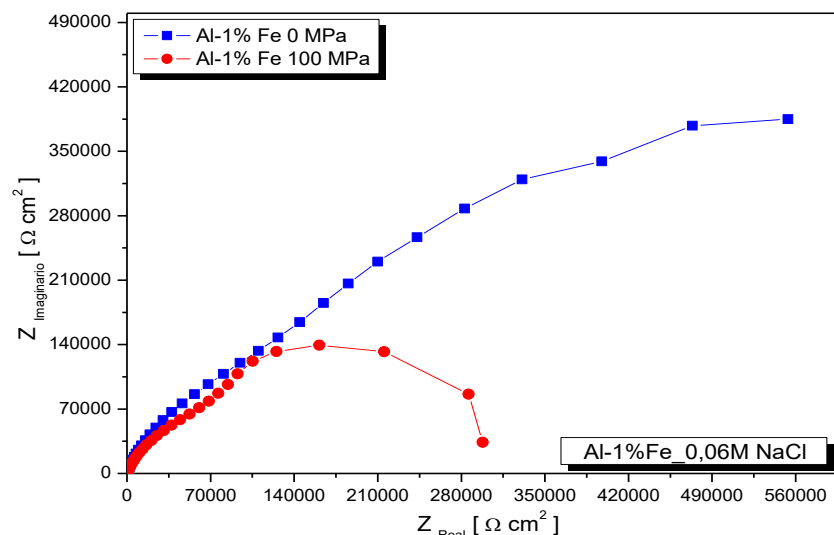
A Figura 4.47, apresenta as medidas comparativas de Impedância onde podemos observar que em altas frequências a resistência do eletrólito; em médias frequências verificou-se o máximo ângulo de fase de 74°, associado à frequência de 31,6 Hz, para a Al-1%Fe 100 MPa (microestrutura mais refinada); a valores de aproximadamente 76° de ângulo de fase, associado à frequência de 63 Hz para a amostra Al-1%Fe 0 MPa, o ligeiro deslocamento em direção a um ângulo de fase menor, indica que a liga Al-1%Fe 100 MPa tem um efeito de maior deterioração "corrosão" do material. Devido à escassez de trabalhos de corrosão envolvendo fundição sob pressão, vamos comparar nossos resultados com processos de solidificação direcional ascendente onde em (BRITO, 2016), constatou-se que com menores espaçamentos dendríticos ocorrerá um maior processo corrosivo, sendo assim corroborando com nossos estudos.

Figura 4.47 - Diagramas de impedância para a liga Al-1%Fe em solução 0,06M NaCl em diferentes pressões: Bode e Bode fase.



Na Figura 4.48 a inclinação de módulos de impedância menor que -1 sugere o afastamento de um capacitor ideal. Em baixas frequências é possível observar características da superfície das amostras, bem como suas resistências, em corrosão normalmente quanto maior o Raio maior a resistência a corrosão.

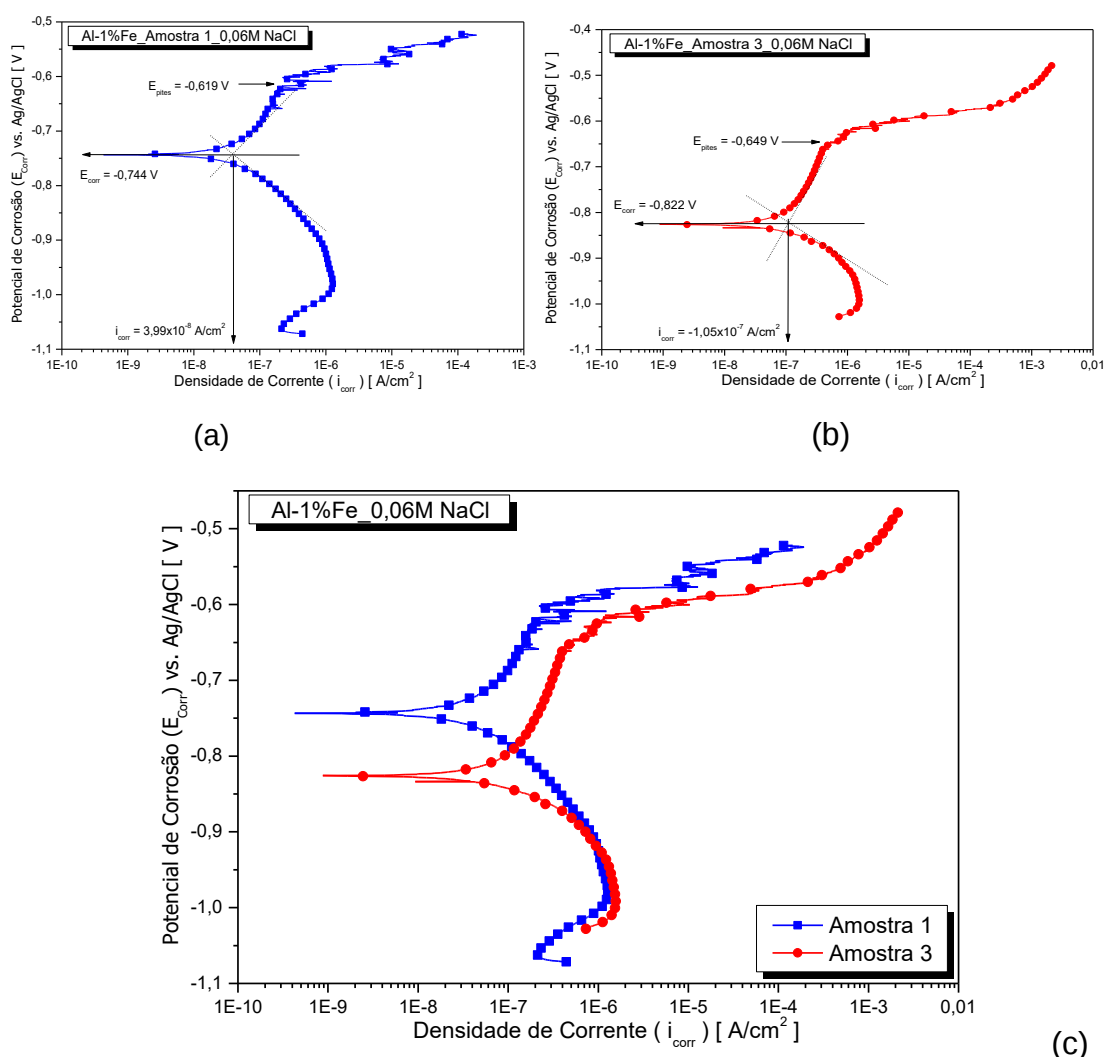
Figura 4.48 - Diagramas de impedância para a liga Al-1%Fe em solução 0,06M NaCl em diferentes pressões resultados experimentais



Na Figura 4.49, temos duas amostras da liga binária, a reação do processo de corrosão ocorreu por controle difusivo. A amostra 100 MPa apresentou maior $I_{corr} = 1,05 \times 10^{-7} / \text{cm}^2$, correspondendo à condição mais ativa,

ou seja, menos resistente ao processo corrosivo, onde em seguida veio a passivação, até que para o potencial de $E_{Pite} = -0,649$ V. Ambos apresentam a tendência de formação da camada passiva, com Al-1,0%Fe 0 MPa apresenta uma menor densidade de corrente e um menor potencial de corrosão, sendo assim o lingote que apresenta uma melhor resistência a corrosão.

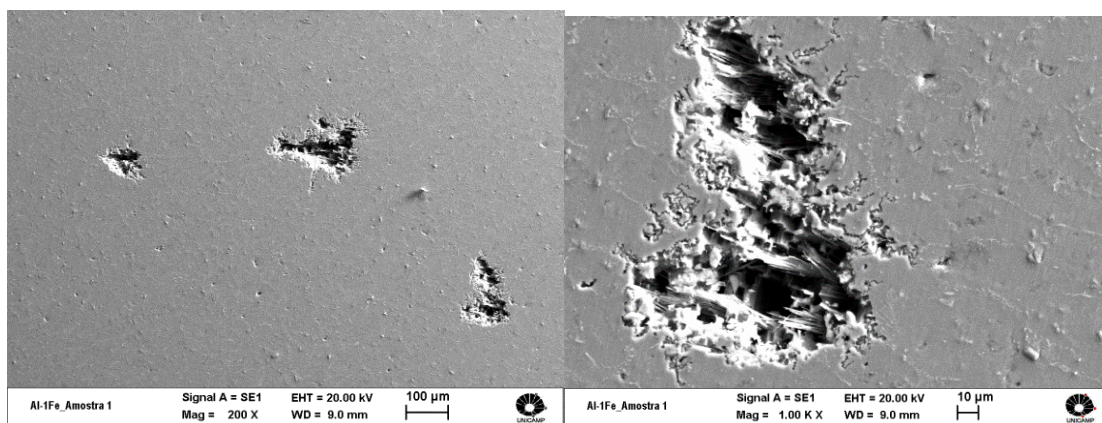
Figura 4.49 - Curvas de polarização potenciodinâmica exibindo densidades de corrente e potenciais de corrosão para amostras da liga Al-1%Fe em uma solução 0,06M NaCl a 25°C para: a) Pressão 0 MPa b) Pressão 100 MPa c) comparativo entre a) e b)



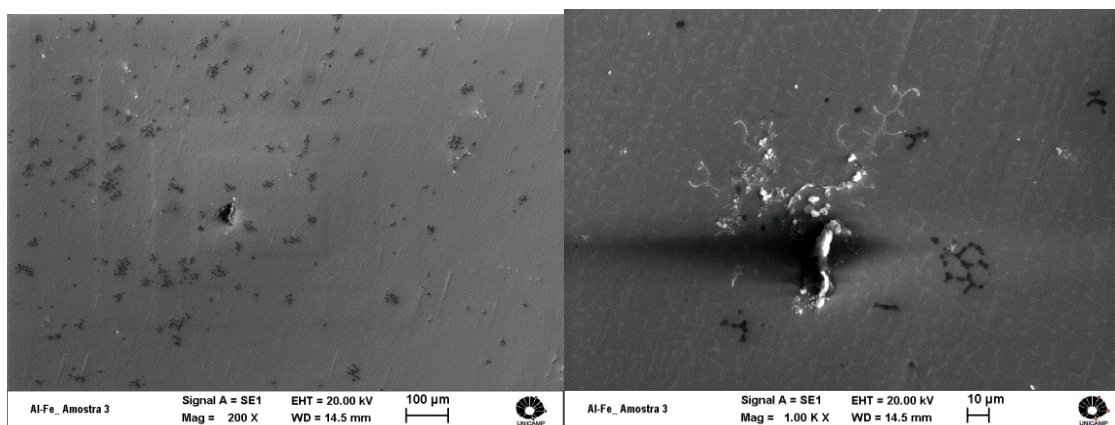
Após a realização dos ensaios de corrosão, foram realizadas imagens no MEV, Figura 4.50, logo foi possível observar que nas duas amostras, a corrosão ocorre de forma generalizada e com presença de pites. Para a imagem da posição Al-1% Fe 100 MPa, observou-se maior degradação da superfície da

amostra em comparação com a imagem da Al-1% Fe 0 MPa, com ocorrência de pites, aparentemente de maiores diâmetros, porém em menor número que na Al-1% Fe 150 MPa, o que justifica a maior atividade química mostrada na curva potenciodinâmica.

Figura 4.50 - Micrografias de amostras após ensaio de corrosão, a) Amostra 1 aumento: 200x e 1000x e b) amostra 2 aumento: 200x e 1000x.



a)



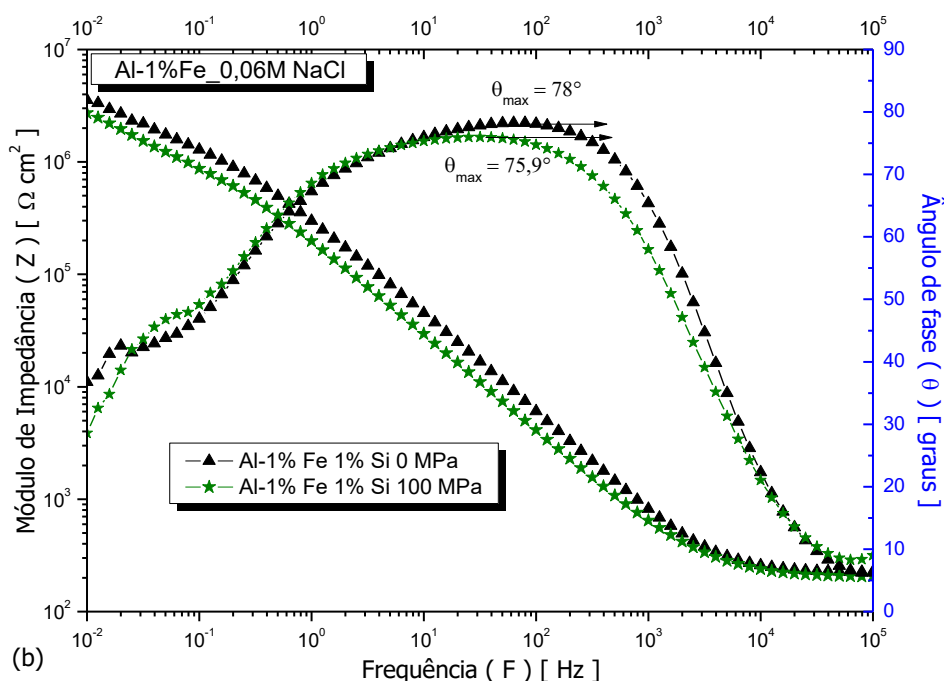
b)

4.14.1 Liga Al-1%Fe-1%Si

A fim de compreender melhor a influência do efeito da adição do silício do processo solidificação sob pressão, realizamos o Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE). Foram realizados para a liga Al-1,0%Fe1,0%Si, com os mesmos parâmetros tanto do (EIE) como para o processo de fundição sob pressão. 0 e 150MPa

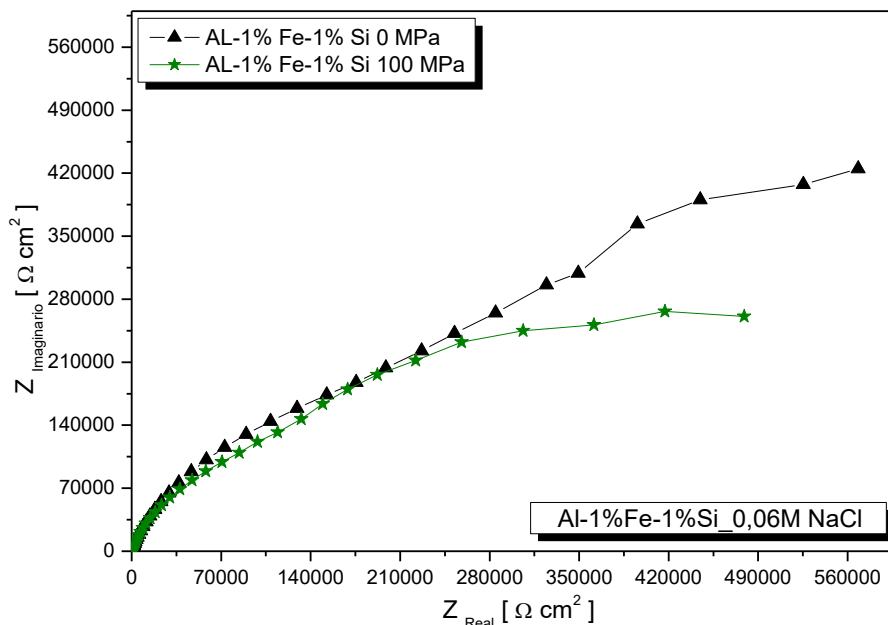
A Figura 4.51, apresenta medidas comparativas de Impedância nas amostras da liga ternária, a partir de gráficos de Nyquist, módulo de impedância e ângulo de fase em função da frequência. Na Figura temos módulo de impedância e ângulo de fase em função da frequência, em altas frequências observou-se a resistência do eletrólito; em médias frequências verificou-se o máximo ângulo de fase variando de fase de $75,9^\circ$, associado à frequência de 31,6 Hz, para a Al-1%Fe%Si 100 MPa (microestrutura mais refinada); e valores de aproximadamente 79° , associado à frequência de 78 Hz para a amostra Al-1%Fe%Si 0 MPa,. O ligeiro deslocamento em direção a um ângulo de fase menor, indica que a Al-1%Fe%Si 100 MPa MPa tem um efeito de maior deterioração "corrosão" do material, corroborando novamente com os estudos de (BRITO, 2016)

Figura 4.51 - Diagramas de impedância para a liga Al-1%Fe-1%Si em solução 0,06M NaCl em diferentes pressões: Bode e Bode fase.



Na figura 4.52, podemos observar, que a inclinação de módulos de impedância menor que -1 sugere o afastamento de um capacitor ideal. Em baixas frequências, é possível observar características da superfície das amostras, bem como suas resistências. Normalmente quanto maior o Raio maior a resistência à corrosão.

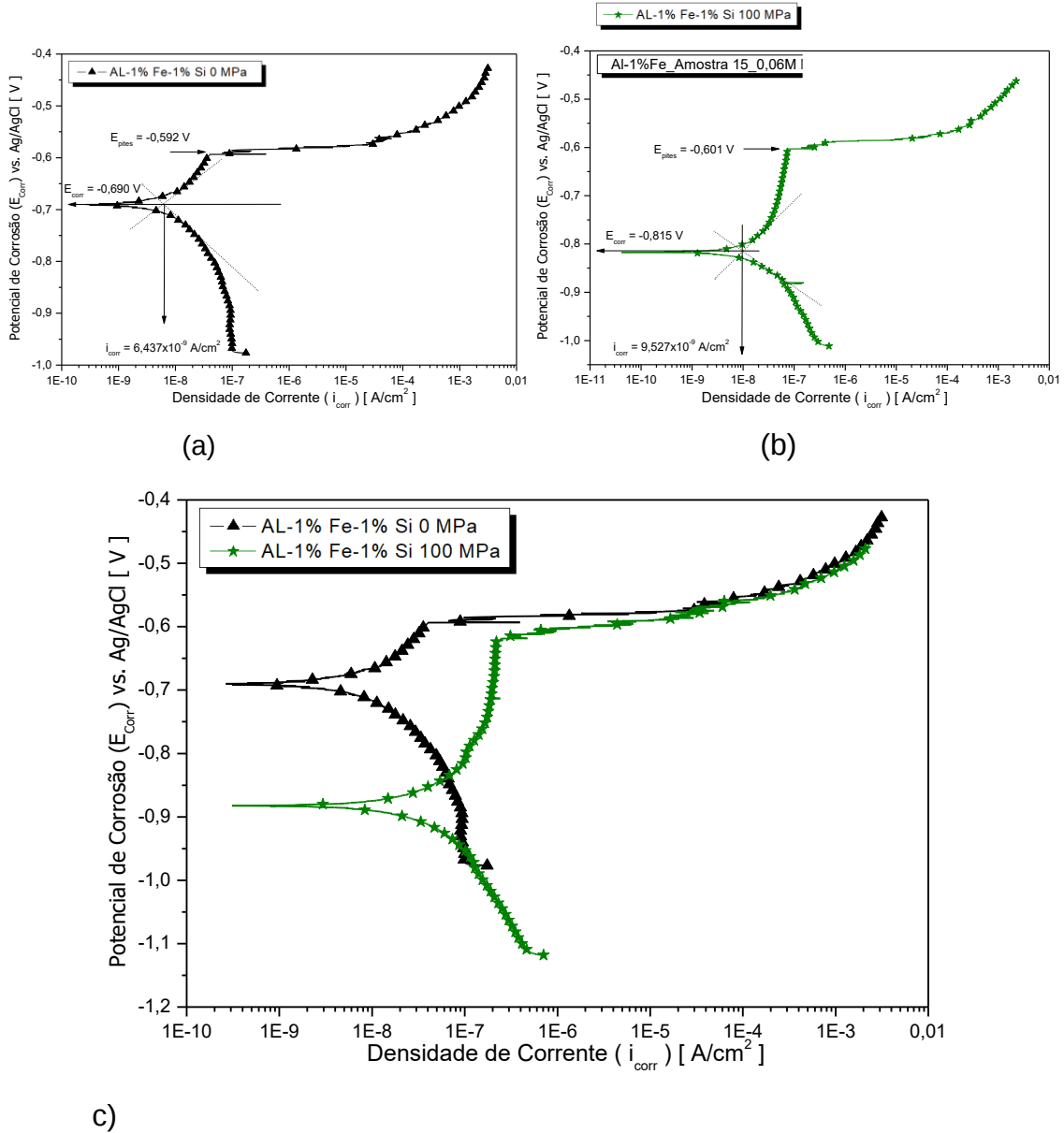
Figura 4.52 - Diagramas de impedância para a liga Al-1%Fe-1%Si em solução 0,06M NaCl em diferentes pressões resultados experimentais



Na Figura 4.53 abaixo, temos as duas amostras da liga ternária, a reação do processo de corrosão ocorreu por controle difusivo. A Al-1%Fe-1%Si apresentou maior $I_{\text{corr}} = 9,52 \times 10^{-9} / \text{cm}^2$, correspondendo à condição mais ativa, ou seja, menos resistente ao processo corrosivo, onde em seguida veio a passivação, até que para o potencial de $E_{\text{Pite}} = -0,649 \text{ V}$ o processo é controlado por ativação.

Ambos apresentam a tendência de formação da camada passiva, com Al-1%Fe-1%Si 0 Mpa apresenta uma menor densidade de corrente e um menor potencial de corrosão, sendo assim o lingote que apresenta uma melhor resistência a corrosão.

Figura 4.53 - Curvas de polarização potenciodinâmica exibindo densidades de corrente e potenciais de corrosão para amostras da liga Al-1%Fe em uma solução 0,06M NaCl a 25°C para: a) Pressão 0 MPa b) Pressão 100 MPa c) comparativo entre a) e b)



Portanto, a resistência à corrosão da liga foi avaliada em relação à mudança microestrutural decorrente de uma taxa de extração de calor pelo processo do solidificação sob pressão. Nitidamente pôde-se observar a variação dos potenciais de corrosão (E_{corr}) da liga, assim como o deslocamento dos potenciais de pite (E_{pit}) para as diferentes composições e pressões eletrólito.

CAPÍTULO V

5.1 CONCLUSÕES

A análise das correlações entre taxa de resfriamento, das ligas de Al-1,0%Fe, Al-1,5%Fe, Al-1,8%Fe e Al-1,0%Fe1,0%Si nas pressões 0 MPa, 50 MPa, 100MPa e 150MPa, nos permitem que sejam extraídas as seguintes conclusões preliminares:

- De um modo geral as caracterizações macroestruturais das ligas solidificadas radialmente em regime transiente de extração de calor, mostram uma estrutura composta de grande parte de grãos colunares e alguns grãos equiaxiais grosseiros em meio a matriz colunar.
- Com o aumento da pressão uma tendência ao crescimento da zona colunar.
- Observamos também defeitos de solidificação para baixas pressões, pois as pressões são insuficientes para expulsar os gases na solidificação, aumentando essas pressões esses defeitos cessam.
- De acordo com os gráficos dos perfis experimentais de temperatura para os pontos T5 e T6 correspondentes aos termopares localizados no topo e na base do lingote, nos mostram de um modo geral uma estabilização no resfriamento até o ponto de aplicação da pressão, neste instante as curvas de resfriamento mudam de declividade e essa queda de declividade é maior.
- Com relação a microestrutura foi visto que os espaçamentos aumentam de tamanho a partir da interface metal /molde na mesma pressão, e com o aumento da pressão os espaçamentos celulares diminuem.
- A microdureza vickers aumenta à medida que o espaçamento diminui e também com o aumento da pressão.
- O ferro e o silício de um modo geral aumentaram o limite de resistência a tração.
- Os resultados mostram que quanto maior a pressão maior a taxa de resfriamento.

- Para as ligas estudadas, quanto mais baixa a pressão maiores e mais visíveis são os intermetálicos ou partículas de segunda fase diminuem de tamanho
- Na superfície de Fratura observamos que com o aumento da pressão há uma diminuição dos dimples
- Na corrosão para as ligas estudadas quanto maior a pressão menor a resistência ao desgaste.

5.2 Sugestões Para Trabalhos Futuros

Considerando o tema abordado nesta pesquisa e com base nos resultados obtidos neste trabalho seguem-se, aqui, algumas sugestões para novas linhas de pesquisas em torno desse tema:

Analisar a microestrutura e propriedades variando o tamanho, temperatura e o formato da lingoteira, seguindo as condições abordadas neste trabalho.

Correlacionar os resultados obtidos com uma análise de desgaste em sistemas de metal/metálico, ou com fluido refrigerante.

Realizar experimentos de solidificação em regime transitório de fluxo de calor sob pressão, com maiores composições do soluto Ferro e Silício e relacionar com os resultados obtidos neste presente trabalho.

Realizar ensaios de molhamento das ligas estudadas e correlacionar com as propriedades microestruturais, propriedades mecânicas e corrosão.

Estudar a influência da solidificação sob pressão para outras ligas como Cobre, Zinco, Estanho e Magnésio, e correlacionar com as microestruturas obtidas no presente trabalho e em outros estudos da literatura.

Calcular o coeficiente global de transferência de calor, e corroborar os resultados obtidos com simulações numéricas, além de variar outros parâmetros do processo de solidificação sob pressão, como temperatura de vazamento, tempo de prensagem, tempo de delay, tamanho e formato da lingoteira e pressões.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHRAVCI, C. A.; MIHRIBAN O. P.; Calculation of Phase Diagrams for the Metastable Al-Fe Phases Forming in Direct-Chill(DC)-Cast Aluminum Alloy Ingots. Calphad, v.22, n. 2, p.147-155, 1998.

ALLEN, C. M.; KUMAR, S.; CARROL, L.; O'REILLY, K.A.Q.; CAMA, H. Electron beam surface melting of model 1200 Al alloys, Materials Science & Engineering A 304–306, p. 604–607, 2001.

ALLEN, C. M.; O'REILLY, K.A.Q.; CANTOR, B.; EVANS, P.V. Intermetallic Phase selection in 1xxx Al alloys, Progress in Materials Science, v. 43, p. 89-170, 1998.

BERTELLI, FELIPE Modelagem numérica e análise experimental de parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação radial de ligas binárias / Felipe Bertelli. --Campinas, SP: [s.n.], 2012.

BESKOW, A. B. Estudo da Solidificação Unidirecional Ascendente para Obtenção de Estruturas Colunares Grosseiras. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, 2008.

BOSCHETTO, A., COSTANZA, G., QUADRINI, F., & TATA, M. E. Cooling rate inference in aluminum alloy solidificação sob pressão. Materials Letters, 61(14-15), 2969–2972.doi:10.1016/j.matlet.2006.10.048, 2007.

BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J. S.; Prediction of Dendrite Arm Spacings in Unsteady and Steady-State Heat Flow of Unidirectionally Binary Alloys, Metallurgical and Materials Transactions B, v. 28B, p. 651-663, 1997.

BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J. S.; Scaling of Intragranular Dendritic Microstruture in Ingot Solidification, Metallurgical and Materials Transactions B, v. 27B, p. 101-113, 1996.

BRITO, C. C., LAMEIRA, C. P. T., SANTO, M. S., FILHO, C. A. S., Correlação entre variáveis térmicas, microestruturais e propriedades mecânicas da liga A356 solificada unidirecionalmente. VI Congresso Nacional de Engenharia

Mecânica. VI National congresso of Mechanical Engeneering. Campina Grande-PB, 2010.

BRITO, C.C. Influência da pressão na modificação estrutural e propriedades mecânicas da liga Al-7%Mg obtida através do processo squeeze casting. TCC (Graduação em Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Pará, Marabá –PA, 2009.

BRITO, C.C. Solidificação transitória de ligas monofásicas e hiporperitética do sistema Zn-Cu. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas –SP, 2012.

BRITO, CRYSTOPHER CARDOSO DE, Parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação transitória de ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e correlação com resistências mecânicas e à corrosão, Campinas, SP : [s.n.], 2016.

BRITO, I.C.A. Influência da ciclagem térmica nas temperaturas de transformação de fase e quantificação das deformações residuais em ligas com memória de forma Cu-Al-Be-Nb-Ni. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa –PB, 2012.

CANTÉ, M. V. Solidificação transitória, microestrutura e propriedades de ligas Al-Ni. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas –SP, 2009.

DORCIC, J. L, VERMA, S. K., Squeeze Casting, IN.: American Society for Metals: ASM Handbook, vol 15, “Casting”, 9a edition, pp. 323-327, 1988.

ENGLER O., G. LAPTYEVA, N. WANG, Impact of homogenization on microchemistry and recrystallization of the Al-Fe-Mn alloy AA 8006, Mater. Char. 79 (2013) Lentz 2016 Engler 2013.

FEITOSA. EMMANUELLE SÁ FREITAS - Desenvolvimento de Correlações entre Microestruturas de Solidificação e Resistências ao Desgaste e à Corrosão, 2013.

FERRARINI, CLAYTON FERNANDES. Microestrutura e propriedades mecânicas de ligas de Al-Si hipoeutéticas conformadas por Spray, São Carlos, 109 p, 2006.

FERREIRA, J. M. G. de C., *Tecnologia da Fundição*, Fundação Calouste Gulbenkian, pp. 507-518, 1999.

FLEMINGS, M. C.; Solidification Processing. New York: McGraw-Hill, 1974.

GARCIA, A. Clyne, T.W.& Prates, M. – Mathematical Model for the Unidirectional Solidification of Metals II: Massive molds, Metallurgical Transactions , v. 108, pp. 85- 92, 1979.

GARCIA, Amauri. Solidificação: Fundamentos e Aplicações. Campinas: Unicamp, 2007.

GHOMASHCHI M. R. ; VIKHROV A. . Squeeze Casting: an Overview. Journal of Materials Technology, v.101, p. 1-9, 2000.

GOMES, C. H.. U. Efeito de superaquecimento e da direção do crescimento na transição colunar equiaxial da liga Al-5,5%Si-3%Cu solidificada direcionalmente. Dissertação (Mestrado em Engenharia Industrial), Universidade Federal do Pará, Belém – PA, 2015.

GOULART, P. R. Caracterização da microestrutura de solidificação de ligas Al-Fe e correlação com propriedades mecânicas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Estadual de Campinas, Campinas –SP, 2010.

GOULART, P. R.; SPINELLI, J. E.; OSÓRIO, W. R. ; GARCIA , A.; Mechanical properties as a function of microstructure and solidification thermal variables of Al-Si castings. Materials Science and Engineering A , v. 421, p. 245-253, 2006.

GOULART, PEDRO ROBERTO. Variáveis Térmicas de Solidificação, Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Hipoeutéticas Al-Si. 2005. 105f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

HAN, K., OHNUMA, I., & KAINUMA, R. Experimental determination of phase equilibria of Al-rich portion in the Al–Fe binary system. *Journal of Alloys and Compounds*, 668, 97–106.doi:10.1016/j.jallcom.2016.01.215, 2016.

HIGASHI, K. On applying superplastic Zn-22 wt.% Al alloy with nanocrystalline grains to general residential seismic dampers. *Materials Science and Engineering: A*, v.410-411, p.109-113, 2005.

Hong, C., S. Lee, et al. Prevention of macrodefects in squeeze casting of an Al-7 wt pct Si alloy. *Metallurgical and Materials Transactions B*, v.31, n.2, p.297-305, 2000.

HU, H., *Squeeze Casting of Magnesium Alloys and their Composites*, J. Mater. Sci. 33, pp. 1579-1589, 1998.

HUNT, J. D.; Cellular and Primary Dendrite Spacings, *International Conference on Solidification and Casting of Metals*, London, Metals Society, p. 3-9, 1979.

HUNT, J. D.; LU, S. Z.; Numerical Modeling of Cellular Array Growth: Spacing and Structure Predictions, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 27A, p. 611-623, 1996.

HUNT, J. D.; Steady State Columnar and Equiaxed Growth of Dendrites and Eutectic, *Materials Science and Engineering*, v. 65, p. 75-83, 1984.

J. Wang, Y.L. Zhou, M.Y. He, L. Xu, P.H. Wangyang, Thermal plasma jet approach towards the controllable preparation of Al-Fe alloys with high Fe content and spherical second phase, *J. Alloys Compd.* 737 () 14e20, 2018.

JAHANGIRI A, S.P.H. MARASHI A,*, M. MOHAMMADALIHA B, V. ASHOFTEA The effect of pressure and pouring temperature on the porosity, microstructure, hardness and yield stress of AA2024 aluminum alloy during the squeeze casting process, 2017.

KEONG, P.G., SAMES, J.A., ADAM, C.M., SHARP, R.M. Influence of Various Elements on Al-Al₆Fe Eutectic System, *International Conference on Solidification and Casting of Metals*, Londres, The Metals Society, p. 110-114, 1979.

LENTZ M., G. Lapyeva, O. Engler, Characterization of second-phase particles in two aluminium foil alloys, J. Alloys Compd. 660 276e288, 2016

LI, J.; YANG, G.; ZHOU, Y.; Mode of Dendrite Growth in Undercooled Alloy Melts, Materials Research Bulletin, v. 33, n. 1, p. 141-148, 1998.

LIANG, Z.M. SHI* , G.W. LI, R.Y. ZHANG, G. ZHAO Effects of Er addition on the crystallization characteristic and microstructure of Al-2wt%Fe cast alloy Y.H, 2019.

LIMA, R. A. Influência de parâmetros operacionais na macroestrutura e propriedades mecânicas de ligas do sistema Al-Zn solidificadas através do processo squeeze casting. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa - PB, 2014.

LIN, C., WU, S. S., & LÜ, S. L. Effects of High Pressure on Fe-Rich Phases and Mechanical Properties of Al-14Si Alloys with Rheo-Squeeze Casting. Solid State Phenomena, 285, 57–62, 2019.

LIN, C., WU, S. S., & LÜ, S. L. Effects of High Pressure on Fe-Rich Phases and Mechanical Properties of Al-14Si Alloys with Rheo-Squeeze Casting. Solid State Phenomena, 285, 57–62, 2019.

M.H. MULAZIMOGLU, A. ZALUSKA, J.E. GRUZLESKI, and F. PARAY Electron Microscope Study in 6201 Aluminum Alloy, 1996.

MAGNER, B. R. G. Comportamento microestrutural da liga eutetóide Zn-22%Al em relação à taxa de solidificação e ao envelhecimento. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais) - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, 2008.

MOREIRA, P. S. Efeito da taxa de resfriamento e dos tratamentos térmicos sobre as propriedades mecânicas da Liga Al-Si-Mg (A356.0) fundida. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Rede Temática em Engenharia de Materiais, Ouro Preto –MG, 2011

MURAKAMI, Y, in: Proc. RASELM '91: Hirano, K., Oikawa, H., Ikeda, K. (Ed.). Tokyo: Japan Inst. Light Metals, pp. 3-10, 1991.

MURAKAMI, Y, Fundamentals and Industrial Technologies of Aluminum Material. Tokyo: Japan Metals Association, 1985.

OLIVEIRA FILHO, RONAL MARQUES DE, Correlação entre parâmetros estruturais e microdureza em ligas de Al-Si-Cu obtidas através do processo Squeeze casting, 2017.

PERES, M. D.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA, A.; Macrostructural and Microstructural Development in Al-Si Alloys Directionally Solidified Under Unsteady-State Conditions. Journal of Alloys and Compounds, v. 381, p.168, 2004.

QUARESMA, J. M. V. Correlação entre condições de solidificação microestruturas e resistência mecânica. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas –SP, 1999.

RAJI, A., KHAN, R.H, Effects of pouring temperature and squeeze pressure on Al-8%Si alloy squeeze cast parts. AU J.T., 229–237, 2006.

REIS, B. P. Influência da estrutura de solidificação nas condições de solubilização da liga Al-4,0%Cu. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais) - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - RS, 2009.

ROCHA, O. F. L.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA, A.; Cellular/Dendritic Transition During Unsteady-State Unidirectional Solidification of Sn-Pb Alloys, Materials Science and Engineering A, v. 347, p. 59-69, 2003.

ROCHA, O. F. L.; SIQUEIRA, C. A.; GARCIA, A.; Thermal Parameters Affecting Spacing and Cellular/Dendritic Transition During Unsteady-State Solidification Sn-Pb Alloys, In: VI Encuentro de Ingenieria de Materiales (CD-Rom), Havana-Cuba, 2002.

ROSA, D.M.; SPINELLI, J. E.; FERREIRA, I.L.; GARCIA, A.; Cellular growth during transient directional solidification of Pb-Sb alloys, Journal of Alloys and Compounds, v. 422, p. 227-238, 2006.

RUNXIA LI, LANJI LIU, LIJUN ZHANG, JIHONG SUN, YUANJI SHI, BAOYI YU Effect of squeeze casting on microstructure and mechanical properties of hypereutectic Al-xSi alloys Authors 2017.

SANTOS WASHINGTON LUIS REIS. microestruturas de solidificação, propriedades mecânicas e molhabilidade de ligas zn–sn para soldagem, 2016.

SILVA, D. V. Influência de parâmetros operacionais na microestrutura e propriedades mecânicas de ligas diluídas do sistema Al-Zn solidificadas através do processo squeeze casting. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa –PB, 2015.

SIQUEIRA, C. A.; CHEUNG, N.; GARCIA, A. The Columnar to Equiaxed Transition, during Solidification of Sn-Pb Alloys. Journal of Alloys and Compounds, v. 351, p.126-134, 2003.

SKOLIANOS *, GRIGORIS KIOURTSIDIS, THOMAS XATZIFOTIOU Effect of applied pressure on the microstructure and mechanical properties of squeeze-cast aluminum AA6061 alloy Stefanos ,1997.

SOUZA, FABRÍCIO MENDES - Um estudo comparativo entre chapas produzidas pelos processos de lingotamento contínuo e de lingotamento semicontínuo da liga AA4006: microestrutura e textura cristalográfica, 2012.

TAYLOR JOHN A. The Effect of Iron in Al-Si Casting Alloys Cooperative Research Centre for Cast Metals Manufacturing (CAST) The University of Queensland Brisbane, Australia, 2004.

Y.Gao, M. Zhu, et al. Microstructure characterization and effect of thermal cycling and aging on vanadium-doped Cu-Al-Ni-Mn high-temperature shape memory alloy. Journal of Materials Science, p.3579-3584. 1998.

ZHOU YULI, JIAN WANG,* MINGYANG HE, LIN GU, AND PEIHUA WANGYANG Investigation on the Controllable Microstructures of High Iron Content Al–Fe Alloys Fabricated via Solid–Liquid Mixture Method Combining with Plasma Arc Heating Approach 2017.

ZHOU, Y., WANG, J., HE, M., GU, L., & WANGYANG, P. Investigation on the Controllable Microstructures of High Iron Content Al-Fe Alloys Fabricated via

Solid-Liquid Mixture Method Combining with Plasma Arc Heating Approach.
Advanced Engineering Materials, 19(12), 1700426. (2017).