



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

PEDRO HENRIQUE LAMARÃO SOUZA

EFEITO DE ADIÇÕES DE Ni e Mg SOBRE O COMPORTAMENTO TÉRMICO,
MECÂNICO E ELÉTRICO DE LIGAS Al-Cu-Fe SOLIDIFICADAS
UNIDIRECIONALMENTE

Belém
2013

PEDRO HENRIQUE LAMARÃO SOUZA

EFEITO DE ADIÇÕES DE Ni e Mg SOBRE O COMPORTAMENTO TÉRMICO,
MECÂNICO E ELÉTRICO DE LIGAS Al-Cu-Fe SOLIDIFICADAS
UNIDIRECIONALMENTE

Dissertação apresentada para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará. Área de concentração Materiais e Processos de Fabricação Orientador: Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma.

Belém
2013

PEDRO HENRIQUE LAMARÃO SOUZA

EFEITO DE ADIÇÕES DE Ni e Mg SOBRE O COMPORTAMENTO TÉRMICO,
MECÂNICO E ELÉTRICO DE LIGAS Al-Cu-Fe SOLIDIFICADAS
UNIDIRECIONALMENTE

Dissertação apresentada para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica, Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará. Área de concentração Materiais e Processos de Fabricação Orientador: Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma.

Data de aprovação:

Banca examinadora:

-Orientador

Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma
Universidade Federal do Pará/PPGEM

-Membro Externo

Prof. Dr. Noé Cheung
Universidade Estadual de Campinas/DEMA

-Membro Convidado

Prof. Dr. José Carlos Cardoso Filho
Universidade Federal do Pará/FEQ

-Membro Interno

Prof. Dr. Roberto Tetsuo Fujiyama
Universidade Federal do Pará/PPGEM

AGRADECIMENTOS

À minha esposa Nataşa e à minha filha Nastea por terem me dado força para concluir mais esta tarefa;

Obrigado aos meus pais pelo seu apoio incondicional ao longo de minha educação;

A André Oliveira, acima de tudo pela amizade e pelo incentivo e apoio ao meu ingresso no mestrado;

Aos meus irmãos, Ana, Paulo e Lucas, pelo carinho e amizade;

À CAPES pelo apoio financeiro com a bolsa de mestrado;

Ao PPGEM pelo financiamento de passagens, ajudas de custo e inscrições em eventos;

Ao GPEMAT pelo suporte financeiro na compra de materiais;

Ao Prof. Dr. José Maria do Vale Quaresma, pela orientação e amizade ao longo destes dois anos;

À ALUBAR Metais e Cabos S.A. pela doação de material e disponibilidade de equipamentos;

Ao pessoal do Laboratório de Corrosão, pela ajuda com os reagentes;

Ao Gerente de Produção da ALUBAR Metais e Cabos, Engenheiro Ulysses dos Prazeres e ao Engenheiro de Processos Luiz Farias pelo suporte com material e análises químicas.

Aos meus camaradas de GPEMAT, Amanda Souza, Ana Júlia, Ariane Lamarão, Daniel Cavalcante, Everaldo Fernandes, Iramar Tertuliano, Jessiana Avelar, Paulo Machado e em especial, gostaria de reconhecer a ajuda de Clóvis Santana, Jandson Martins, Kazuo Kamizono e Isabela Jorge durante as atividades laboratoriais e pela troca de conhecimento.

“A verdadeira viagem da descoberta não consiste em
procurar novas paisagens, mas em ter novos olhos”
(Marcel Proust)

RESUMO

Este trabalho estudou a influência dos teores dos solutos Mg e Ni na modificação das propriedades térmicas, elétricas e mecânicas de uma liga Al-Cu-Fe para aplicação como condutor de energia elétrica. Para a realização do presente estudo, as ligas foram obtidas por fundição unidirecional horizontal, a partir da base do alumínio de pureza comercial com adição dos teores 0,05%p Cu e [0,24 a 0,28]%p Fe. Tal base foi modificada em uma primeira etapa com teores de 0,45, 0,60 e 0,80%p Mg. As ligas obtidas com estes teores tiveram suas propriedades estudadas para que se selecionasse um teor de Mg para posterior adição de Ni à liga. O estudo destas propriedades na primeira etapa passou pela análise das propriedades térmicas: velocidade de solidificação (V_L) e taxa de resfriamento (\dot{T}). A caracterização elétrica estudou a propriedade condutividade elétrica (ϕ) e o levantamento das propriedades mecânicas: limite de resistência à tração (σ) e microdureza Vickers (HV). A liga com adição de Ni passou por tratamentos térmicos de envelhecimento, por 1, 4 e 8h. Estas amostras foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura - MEV pelos sinais de elétrons retro-espalhados - ERE e espectroscopia de energia dispersiva - EDS. Como resultados do estudo, encontrou-se que adições de Mg influenciaram significativamente a viscosidade das ligas, elevando as velocidades de solidificação nos instantes finais. Os ensaios de microdureza das amostras envelhecidas mostraram que houve um acréscimo significativo de dureza na quarta hora de envelhecimento, da mesma forma que as análises de EDS mostraram que a concentração de Ni também elevou-se nesta condição de tratamento.

Palavras-Chave: Propriedades térmicas, características mecânicas, característica elétrica.

ABSTRACT

This work studied the influence of Mg and Ni solute content on the modification of the thermal, electrical and mechanical properties of an Al-Cu-Fe alloy for application as an electrical conductor. To realize the present study, the alloys were obtained by unidirectional horizontal casting, starting from the commercial pure aluminum with the addition of 0.05wt% Cu and [0.24 to 0.28]wt% Fe content. This basis was modified on a first stage with 0.45, 0.60 and 0.80wt% of Mg content. The alloys obtained with these contents had its properties studied for the selection of a Mg content for further Ni addition at the alloy. The study of these properties on the first stage passed through the analysis of the thermal properties: growth rate (V_L) and cooling rate (\dot{T}). The electrical characterization studied the electrical conductivity property (φ) and the following mechanical properties were determined: ultimate tensile strength (σ) and Vickers microhardness (HV). The alloy which has Ni additions passed through ageing heat treatments of 1, 4 and 8 hours. These samples were analyzed in a scanning electron microscope – SEM by the electrons backscattered – EBS and energy dispersive spectroscopy – EDS signals. As a result of the research, it was found that Mg additions had significantly influenced the alloys viscosity, increasing its growth rates at the final moments of the solidification. The microhardness tests for the aged samples showed that they suffered a significant gain of hardness at the fourth hour of ageing, also, the EDS analysis showed that Ni content increased at the same treating conditions.

Keywords: Thermal properties, mechanical characteristics, electrical characteristic.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Linha aérea de transmissão.....	17
Figura 2.1 – Produção primária de alumínio na América do Norte.....	21
Figura 2.2 – Propriedades selecionadas do alumínio.....	22
Figura 2.3 – Resistividade elétrica do alumínio variando com (a) temperatura e (b) teor de impurezas.....	23
Figura 2.4 – Solubilidade do hidrogênio em alumínio a 1 atm de pressão.....	24
Figura 2.5 – Influência de elementos ligantes na viscosidade do Al.....	25
Figura 2.6 – Diagrama de equilíbrio de fases Al-Mg.....	27
Figura 2.7 – Resposta ao trabalho à frio do alumínio de alta pureza e do alumínio contendo diferentes teores de magnésio. Deformação Verdadeira = $1,15 \ln$ (espessura inicial / espessura final).....	28
Figura 2.8 – Diagrama de fases Al – Fe.....	29
Figura 2.9 – Diagrama de fases Al – Cu.....	30
Figura 2.10 – Diagrama binário Al – Ni.....	31
Figura 2.11 – Parte rica em Al do diagrama Al – Ni.....	32
Figura 2.12 – Dispositivos de solidificação unidirecional horizontais.....	35
Figura 2.13 – Interfaces de solidificação.....	36
Figura 2.14 – Zonas macroestruturais em lingote solidificado unidirecionalmente.....	37
Figura 2.15 – Determinação da variável térmica velocidade de solidificação.....	39
Figura 2.16 – Determinação experimental das taxas de resfriamento.....	40
Figura 2.17 – Fonte de Frank-Read.....	42
Figura – 2.18 Desenho esquemático de um empilhamento de discordâncias formado no grão 1 sobre uma tensão	44
Figura 2.19 – Influência do tamanho de grão na resistência de um metal.....	44
Figura 2.20 – Efeito do teor de Al sobre a resistência de uma liga Ag- Al.....	45
Figura 2.21 – Etapas do tratamento térmico de envelhecimento.....	46
Figura 2.22 – Efeito do tempo e da temperatura na dureza de uma liga de Al-4Cu.....	47
Figura 2.23 – Envelhecimento de uma liga Al – Cu com diferentes teores.....	47
Figura 2.24 - Elementos ligantes para o Al que formam trialuminetos Al_3X termodinamicamente estáveis.....	48
Figura 2.25 – Aparato gerador de corrente elétrica.....	50
Figura 2.26 – Efeitos da temperatura, grau de deformação plástica e teor de soluto sobre a resistividade elétrica de um metal.....	51
Figura 2.27 – (a) distribuição de $f(t)$ e (b) p-valores correspondentes.....	53
Figura 2.28 – Diagrama de caixa.....	54
Figura 3.1 – Lingotes de Alumínio adquiridos para o estudo.....	57
Figura 3.2 – (a) Magnésio, (b) Ferro, (c) Cobre e (d) Níquel.....	57
Figura 3.3 – Cadinhos de Carbetto de Silício (SiC).....	58
Figura 3.4 – Caulim.....	59
Figura 3.5 – Macrografia atacada com reagentes macroestrutural para Al-Mg.....	60
Figura 3.6 – Curvas de aquecimento.....	60
Figura 3.7 – Equipamentos laboratoriais: (a) Serra em fita, (b) Forno, (c) Molde e (d) Espectrômetro.....	61
Figura 3.8 – Balança analítica OHAUS Adventurer.....	62
Figura 3.9 – Laminador duo elétrico MENAC.....	62
Figura 3.10 – Sistema de solidificação unidirecional horizontal.....	63
Figura 3.11– Sistema montado na câmara de vazamento.....	63
Figura 3.12 –Cadinho com material fundido sobre base refratária.....	64

Figura 3.13 – Desgaseificação do metal líquido.....	65
Figura 3.14 – (a) Lingote fundido durante o experimento e (b) peça para análise química.....	65
Figura 3.15 – Marcação dos corpos de prova para corte.....	66
Figura 3.16 – (a) Prisma obtido após corte e (b) Cilindro obtido após usinagem.....	66
Figura 3.17 – Microohmímetro para ensaios elétricos.....	68
Figura 3.18 – Máquina de ensaios universal.....	69
Figura 3.19 HV-1000B para ensaios de microdureza.....	70
Figura 3.20 – (a) Forno para tratamento térmico e (b) tanque de resfriamento.....	71
Figura 3.21 – Amostras de Al embutidas e metalizadas.....	72
Figura 4.1 – Determinação das T_L das ligas com Mg no diagrama de fases Al-Mg.....	74
Figura 4.2 – Determinação da T_L da liga com Ni no diagrama de fases Al-Ni.....	75
Figura 4.3 – Determinação experimental da temperatura <i>liquidus</i> do Al-EC.....	75
Figura 4.4 – Relação Posição x Tempo.....	77
Figura 4.5 – Velocidades de Solidificação em função de: (a) Tempo e (b) Posição.....	78
Figura 4.6 – Taxas de Resfriamento para as ligas estudadas.....	79
Figura 4.7 – Ensaios de microdureza: (a) Intervalo entre ensaios (100x) e (b) detalhe de uma indentação (400x).....	80
Figura 4.8 – Resultados dos ensaios de dureza para a posição de 7,5mm da interface metal/molde para as ligas estudadas.....	80
Figura 4.9 – Microdureza Vickers dos materiais estudados ao longo das Distâncias relativas à Interface Metal/Molde.....	81
Figura 4.10 – Diagramas de caixa para os ensaios de Microdureza Vickers (HV 0.1) para a liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi.....	83
Figura 4.11 – Microdureza para a liga com adição de 0,03%p de Ni com variação das temperaturas (a) e tempos (b) de tratamento.....	83
Figura 4.12 (a) Histograma de Densidade de probabilidade e (b) Gráfico QQ.....	84
Figura 4.13 – Resíduos padronizados versus valores ajustados para o modelo.....	85
Figura 4.14 – Ensaios de tração para (a) fios de 3,0mm de diâmetro e (b) fios de 3,8mm de diâmetro.....	87
Figura 4.15 – Ensaios de tração para os fios de 3,0mm com variação do teor de soluto.....	88
Figura 4.16 – Condutividade Elétrica para as amostras (a)68%DP e (b)60%DP.....	89
Figura 4.17 – Condutividade Elétrica para as amostras de 3,0mm de diâmetro com variação do teor de soluto.....	90
Figura 4.18 – Macroestrutura de solidificação para o Al-EC.....	91
Figura 4.19 – Macroestrutura de solidificação para a liga Al-0,45%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu.....	91
Figura 4.20 – Macroestrutura de solidificação para a liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu.....	92
Figura 4.21 – Macroestrutura de solidificação para a liga Al-0,80%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu.....	92
Figura 4.22 – Macroestrutura de solidificação da liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi.....	93
Figura 4.23 – Micrografias da macroestrutura de solidificação da liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi: (a) detalhes da zona colunar (50x) e (b) transição colunar-equiaxial (50x).....	93
Figura 4.24 – Micrografias MEV (a) sem tratamento térmico, (b) tratada termicamente a 230°C por uma hora, (c) a 280°C por uma hora e (d) a 390°C por uma hora.....	94
Figura 4.25 – Micrografias MEV (a) tratada termicamente a 390°C por quatro horas e	

(b) tratada termicamente a 390°C por oito horas.....	95
Figura 4.26 – (a) Micrografia com marcações de EDS.....	95
Figura 4.27 – Espectro de concentrações para (a) ponto 12 e (b) ponto 9 da Figura 4.24.....	96
Figura 4.28 – Medições de EDS para o elemento Al em função da temperatura de tratamento (a); e em função do tempo de tratamento (b).....	97
Figura 4.29 – Medições de EDS para os elementos Mg e Cu em função da temperatura de tratamento (a); e em função do tempo de tratamento (b).....	98
Figura 4.30 – Medições de EDS para o elemento Fe em função da temperatura de tratamento (a); e em função do tempo de tratamento (b).....	99
Figura 4.31 – Medições de EDS para o elemento Ni em função da temperatura de tratamento (a); e em função do tempo de tratamento (b).....	99
Figura 4.32 – (a) Histograma de densidade e (b) gráfico QQ normal.....	100

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Séries das ligas de alumínio.....	26
Tabela 3.1 – Dimensões dos cadinhos SALAMANDER.....	58
Tabela 3.2 – Etapas de laminação para fabricação do fio 3,8mm.....	67
Tabela 3.3 – Etapas de laminação para fabricação do fio 3,0mm.....	67
Tabela 4.1 – Composição química dos lingotes utilizados.....	73
Tabela 4.2 – Composições químicas dos lingotes fabricados.....	73
Tabela 4.3 – Temperaturas <i>liquidus</i> para as ligas estudadas e T_f do Al-EC.....	76
Tabela 4.4 – Tempos de passagem da isoterma <i>liquidus</i> para cada posição.....	76
Tabela 4.5 – Taxas de Resfriamento para as ligas estudadas.....	78
Tabela 4.6 – Ensaios de Microdureza Vickers (HV 0.1) em relação às posições.....	81
Tabela 4.7 – Condições de Tratamento Térmico.....	82
Tabela 4.8 – Ensaios de Microdureza Vickers em diferentes temperaturas.....	82
Tabela 4.9 – Teste de normalidade de Shapiro-Wilk.....	85
Tabela 4.10 – Quadro de Análise de Variância.....	85
Tabela 4.11 – Ensaios de tração.....	86
Tabela 4.12 – Ensaios de condutividade elétrica.....	88
Tabela 4.13 – Medições de EDS para as amostras.....	96
Tabela 4.14 – Teste de normalidade para as concentrações de Ni com o sinal EDS.....	100
Tabela 4.15 – Quadro de Análise de Variância para as concentrações de Ni.....	101

LISTA DE SIGLAS

CCC	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	Cúbico de Face Centrada
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
EFE	Energia de Falha de Empilhamento
ERE	Elétrons Retro-Espalhados
IACS	<i>International Annealed Copper Standard</i>
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
SRC	Super-Resfriamento Constitucional

LISTA DE SÍMBOLOS

%p	Percentual do elemento em peso
DP	Deformação Plástica
A_s	Área da Amostra (m^2)
$\hat{\alpha}$	Ângulo ($^\circ$)
C_0	Concentração de Solute
d	Tamanho de grão (μm)
d_i	Comprimento de diagonal de indentação (μm)
d_s	Densidade (Kg/m^3)
F	Estatística F
F_{ap}	Carga Aplicada (gf)
G_L	Gradiente de Temperatura (K/mm)
K_s	Condutividade Térmica (W/m.K)
k_y	Constante do Material
L	Calor Latente de Fusão (J/Kg)
l	Comprimento (m)
MQ	Média dos Quadrados
P	Posição (mm)
p	p-valor
R	Coefficiente de Correlação
R_{el}	Resistência Elétrica (Ω)
R_{20}	Resistência Elétrica a 20°C (Ω)
R_t	Resistência Elétrica Medida (Ω)
SQ	Soma dos Quadrados
T	Temperatura ($^\circ C$)
\dot{T}	Taxa de Resfriamento (K/s)
T_f	Temperatura de Fusão ($^\circ C$)
t	Tempo (s)
V_L	Velocidade de Solidificação (mm/s)
x	Deslocamento (mm)
\bar{x}	Média
x_i	Observação
n	Número de observações
SD	Desvio-Padrão
SD^2	Variância
c	número de observações em uma classe
t'	Estatística teste
t'_{obs}	Estatística teste em uma observação
t_c	t' crítico
W	Valor de Wilk
E_{ij}	Erro
Y_{ij}	Variável Resposta
a_i	Coefficiente de regressão
SI	Sistema Internacional de Unidades
α_A	Nível de Significância
α_e	Coefficiente de Variação da Resistência Elétrica com a Temperatura
σ	Limite de Resistência à Tração (MPa)
σ_y	Tensão do Material (MPa)
σ_0	Tensão Constante (MPa)
ρ	Resistividade Elétrica ($\Omega \cdot mm^2/m$)
φ	Condutividade Elétrica (%IACS)
μ	Média Global

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.2 OBJETIVOS	19
1.2.1 Gerais	19
1.2.2 Específicos	19
2 CONEITOS FUNDAMENTAIS	20
2.1 O ALUMÍNIO E SUAS LIGAS	20
2.1.1 Alumínio	20
2.1.1.1 Propriedades Estruturais e Mecânicas	21
2.1.1.2 Propriedades Elétricas	23
2.1.1.3 Solubilidade do Hidrogênio em Alumínio	23
2.1.1.4 Viscosidade do Alumínio	24
2.1.2 Séries do Alumínio	25
2.2 ELEMENTOS LIGANTES	26
2.2.1 Magnésio	26
2.2.2 Ferro	28
2.2.3 Cobre	29
2.2.4 Níquel	30
2.3 LIGAS EM ESTUDO	32
2.3.1 A liga Al-Cu-Fe-Mg	32
2.4 SOLIDIFICAÇÃO	33
2.4.1 Solidificação Unidirecional	34
2.4.2 Microestruturas de Solidificação	36
2.4.3 Macroestruturas de Solidificação	36
2.4.3.1 Zona Coquilhada	37
2.4.3.2 Zona Colunar	37
2.4.3.3 Zona Equiaxial	38
2.4.4 Transferência de Calor na Solidificação	38
2.4.4.1 Velocidade de Deslocamento da Isoterma liquidus (V_L)	38
2.4.4.2 Taxa de resfriamento (\dot{T})	39
2.5 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO	40
2.5.1 Endurecimento por deformação plástica.	41
2.5.1.1 Efeito do tamanho de grão na deformação plástica.	42
2.5.2 Endurecimento por Solução Sólida	44
2.5.3 Endurecimento por Precipitação.	45
2.5.3.1 Trialuminetos	48
2.6 ELEMENTOS DE COMPORTAMENTO ELÉTRICO	49
2.6.1 Transportadores de Carga elétrica e Condutividade	49
2.7 ELEMENTOS DE ESTATÍSTICA	51
2.7.1 Desvio-Padrão	51
2.7.2 Variância	52
2.7.3 Teste F	52
2.7.4 P-Valor	52
2.7.5 Diagrama de caixa	53
2.7.6 Testes de normalidade	54
2.7.7 Análise de Variância (ANOVA)	55
3 MATERIAIS E MÉTODOS	56

3.1 MATERIAIS	56
3.1.1 Alumínio e Elementos Ligantes	56
3.1.2 Cadinhos	58
3.1.3 Caulim	58
3.1.4 Reagentes	59
3.2 MÉTODOS	60
3.2.1 Preparação dos cadinhos	60
3.2.2 Preparação da liga Metálica	61
3.2.3 Preparação da Câmara de vazamento	62
3.2.4 Vazamento das ligas	64
3.2.5 Preparação dos Corpos de Prova	65
3.2.6 Laminação	66
3.2.7 Caracterização Elétrica	67
3.2.8 Caracterização Mecânica	69
3.2.8.1 Ensaios de Tração	69
3.2.8.2 Ensaios de Microdureza	70
3.2.9 Tratamento Térmico	71
3.2.10 Preparação das amostras para microscopia eletrônica e ensaios de dureza	72
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	73
4.1 ANÁLISE QUÍMICA	73
4.2 ANÁLISE TÉRMICA	74
4.2.1 Velocidades de Solidificação	74
4.2.2 Taxas de Resfriamento	78
4.3 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	79
4.3.1 Ensaios de Microdureza Vickers	79
4.3.1.1 Ensaios de Dureza para a Liga Tratada Termicamente	82
4.3.2 Ensaios de Tração	86
4.4 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA	88
4.5 MACROESTRUTURAS DE SOLIDIFICAÇÃO	90
4.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA	93
4.6.1 Elétrons Retro-Espalhados	94
4.6.2 Espectroscopia de Energia Dispersiva	95
5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	101
5.1 CONCLUSÕES	101
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	104
REFERÊNCIAS	104

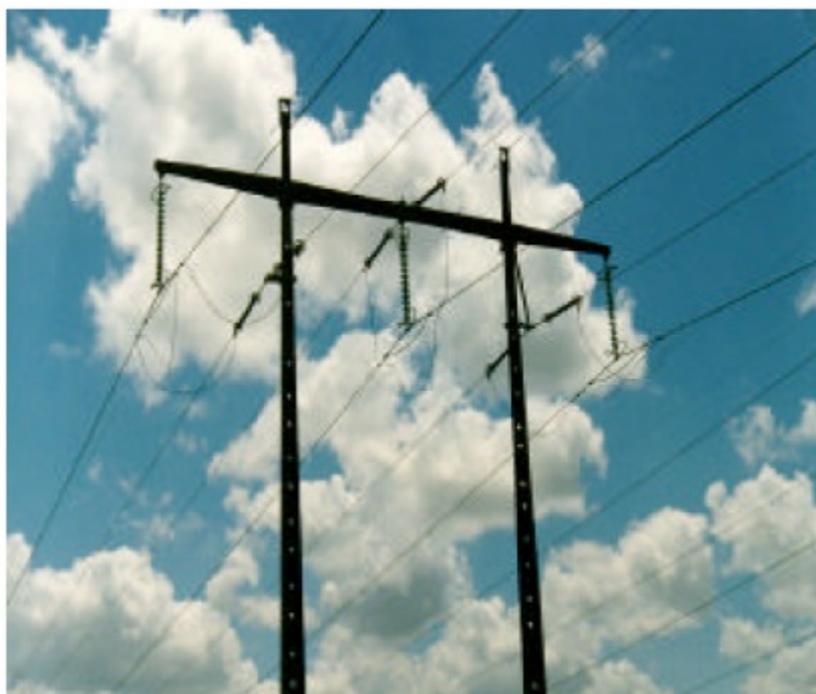
1 INTRODUÇÃO

A eletricidade é transmitida das unidades geradoras até as unidades de medição, utilizando quase que exclusivamente condutores de alumínio. Estes condutores são utilizados em linhas de transmissão, cabos isolados ou nus, para uso em redes de alta tensão, linhas de transmissão secundária e aplicações residenciais ou comerciais (ABAL, 2011). Tais condutores são utilizados por quase 100 anos e apenas uma libra de alumínio iguala a capacidade de condução de corrente de duas libras de cobre, o que permite linhas de transmissão com a metade de estruturas de apoio para estes condutores leves (THE ALUMINUM ASSOCIATION, 2012a). No Brasil, o sistema elétrico teve uma expansão concentrada especialmente na geração de energia por hidrelétricas, associada a uma malha de transmissão que alcança as subestações próximas a grandes pontos de consumo, como empresas ou centros urbanos. A partir deste ponto, as concessionárias montam sua malha de sub-transmissão e distribuição até seus consumidores. Como os custos de novas linhas de transmissão são especialmente elevados, é de importância primordial desenvolver técnicas que permitam elevação na capacidade de transporte a custos mais baixos, de forma a maximizar a energia transportada por área ocupada pelos cabos. Grande parte dos investimentos neste setor ocorreu em empresas ligadas à esfera estadual ou federal, as quais, com início dos processos de privatização, afloraram definitivamente a competitividade do setor (Régis et al., 1999).

A área de cabos de transmissão e distribuição de energia elétrica sofreu grandes inovações tecnológicas. O primeiro material utilizado para este tipo de aplicação foi o cobre, introduzido na década de 1880. Tais condutores eram dimensionados principalmente em função de considerações mecânicas, oriundas da desproporção entre a alta condutividade e peso deste material, o que exigia que os vãos das linhas de transmissão fossem pequenos, aumentando, com isto, o preço global das linhas de transmissão (Nascimento et al., 1999). Em aplicações elétricas, o alumínio comercialmente puro possui a mais alta condutividade elétrica entre os condutores de alumínio. Sua aplicação é restrita apenas devido à sua baixa resistência mecânica (Bobruk et al., 2012). Uma solução típica para este problema é o uso de condutores de alumínio com alma de aço (CAA), os quais têm fios centrais de alta resistência, envolvidos por fios de alta condutividade. Variando o número de fios de aço para um condutor de uma certa seção transversal, pode-se obter elevada resistência à tração ou elevada condutividade elétrica, mas não ambos ao mesmo tempo (Karabay, 2006). Isto levou à aplicação das ligas de

Al-Mg-Si, leves e endurecíveis por precipitação, as quais apresentam melhor resistência mecânica que fios de alumínio (aproximadamente 300 MPa), mas uma condutividade elétrica mais baixa que fios convencionais. As ligas de alumínio baseadas neste sistema ganharam significativo interesse durante as últimas décadas e ainda são objeto de estudo para muitos autores (Bobruk et al., 2012),(Karabay, 2006),(Martinova et al., 2002),(Smyeak, 2012),(Yuan et al., 2011). A Figura 1.1 apresenta uma linha aérea de transmissão tipicamente utilizada para instalação de condutores nus.

Figura 1.1 – Linha aérea de transmissão



Fonte: RÉGIS et al. (1999).

Ainda, pesquisadores também têm desenvolvido condutores de alumínio com almas de materiais compósitos (Alawar et al., 2007). Um outro grupo de aplicações que tem chamado a atenção é o desenvolvimento de materiais termorresistentes, podendo estes suportar a exposição a elevadas temperaturas sem perda significativa de suas propriedades. Estudiosos da área de materiais têm utilizado o Al ligado a teores diluídos de elementos de transição, como os do grupo 4 (Zr, Ti, Hf) (Knipling et al., 2007), Sc (Zhou et al., 2012), ou mesmo lantanídeos, como o Er, devido à seu reduzido custo, quando comparado ao Sc (Yang et al., 2012). A pesquisa destes tipos de materiais objetiva o aumento de resistência do material pela formação de trialuminetos (Al_3Zr , Al_3ScZr , Al_3Ti , Al_3Sc), os quais formam-se após a combinação de tratamentos térmicos (Knipling et al., 2007), (Zhou et al., 2012), (Yang et al., (2012), (Fuller; Seidman; Dunand, 2003).

Com a demanda cada vez maior por energia elétrica, é de fundamental importância, investir na melhoria dos sistemas de transmissão (Inter Academy Council, 2007), o que, subsequentemente significa, também, na utilização de materiais mais eficientes. Entre os materiais utilizados no setor elétrico, há o Alumínio Eletro-Conductor (Al-EC), que pode ser fabricado com adições de outros elementos, como o Magnésio (Mg) e o Níquel (Ni), formando ligas metálicas. Projetistas da área de materiais têm mostrado, também, interesse por ligas como as de Al-Ni (Adamiec, 2007), pois combinações do sistema intermetálico Al-Ni são caracterizados por baixa densidade e alta resistência mecânica, mesmo a temperaturas elevadas (Costa, 2008). Além disso, trabalhos na literatura (Knipling et al., 2007), (Spinelli et al., 2010) reportam que o Ni é capaz de formar o composto intermetálico Al_3Ni que pode endurecer o material, este composto, o qual foi extensivamente estudado em técnicas de solidificação do tipo Bridgman, foi poucas vezes estudado em outros regimes de solidificação os quais estão mais próximos da realidade industrial, uma vez que as variáveis térmicas de solidificação mudam livremente com o andamento da solidificação (Spinelli et al., 2010).

O trabalho de Mercês (Mercês, 2008) estudou as propriedades de uma liga de Al-Mg-Si com teores de Fe na faixa de 0,15-0,30%p, o autor indica que enquanto o teor de Fe aumenta, a condutividade elétrica sofre uma perda significativa, apesar de seu limite de resistência à tração aumentar. O trabalho de Santos et al. (2005) estudou o sistema Al-Cu-Fe e ele nos indica que a presença de um teor de 0,05%pCu eleva sua resistência em 25MPa, decrescendo levemente sua condutividade elétrica. Este trabalho, por sua vez estuda as propriedades de ligas de Al-Cu-Fe-Mg e de uma liga com a mesma base, mas com uma adição de Ni, no intuito de avaliar seu potencial uso como um condutor elétrico para linhas aéreas de transmissão. Utilizou-se os teores de Fe e Cu encontrados nos trabalhos de Mercês (Mercês, 2008) e Santos (Santos et al., 2005) que mais influenciaram sua resistência mecânica, com a presença de teores diluídos de 0,45; 0,60 e 0,80%pMg, além da inclusão de um teor de 0,03%pNi na liga com teor de 0,60%pMg. Os objetivos do trabalho são descritos na seção seguinte:

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Gerais

Este trabalho tem como objetivo analisar os efeitos dos teores de Mg e Ni em uma liga base de Al-Cu-Fe para fins de transmissão e distribuição de energia elétrica através de sua caracterização térmica, elétrica e mecânica.

1.2.2 Específicos

1. Avaliar o comportamento térmico do Al de pureza comercial e também com a adição de diferentes teores de em Mg (0,45%; 0,60% e 0,80% em peso (%p)) em regime de solidificação unidirecional horizontal;
2. Avaliar o comportamento térmico da liga de Al com um teor de 0,60%pMg e uma adição de 0,03%pNi em regime de solidificação unidirecional horizontal;
3. Análise do comportamento elétrico da liga sobre diferentes teores de Mg (0,45%; 0,60% e 0,80% em peso (%p)) em duas condições de deformação plástica (60% e 68% DP) e em diferentes distâncias relativas da interface metal/molde (7,5; 22,5; 37,5 e 52,5mm);
4. Avaliação do limite de resistência à tração das ligas com diferentes teores de Mg (0,45%; 0,60% e 0,80% em peso (%p)) sob diferentes condições de deformação plástica (60% e 68% DP) e em diferentes distâncias relativas da interface metal/molde (7,5; 22,5; 37,5 e 52,5mm);
5. Avaliação da microdureza Vickers do Al de pureza comercial e das ligas com Mg e Ni em diferentes distâncias relativas da interface metal/molde (7,5; 15,0; 22,5; 30,0; 37,5, 45,0 e 52,5mm);
6. Avaliação do limite de resistência à tração da liga com adição de 0,03%pNi sob a condição de tratamento térmico de solubilização e resfriamento rápido sob deformação plástica de 68%;
7. Avaliação da microdureza da liga com adição de 0,03%pNi sob as condições de tratamento térmico de:

- (i) Solubilizada e resfriada rapidamente;
 - (ii) Condição (i) com envelhecimento de 230°C por uma hora;
 - (iii) Condição (i) com envelhecimento de 280°C por uma hora;
 - (iv) Condição (i) com envelhecimento de 390°C nos períodos de uma, quatro e oito horas;
8. Estudo da condutividade elétrica da liga com adição de 0,03%pNi sob a influência de um nível de deformação plástica de 68%;
9. Estudo da evolução das concentrações dos elementos de liga sob as mesmas condições de tratamento térmico descritas no objetivo 7, para a liga com adição de 0,03%pNi.
10. Análise da correlação entre as propriedades dos materiais estudados.

2 CONEITOS FUNDAMENTAIS

2.1 O ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

2.1.1 Alumínio

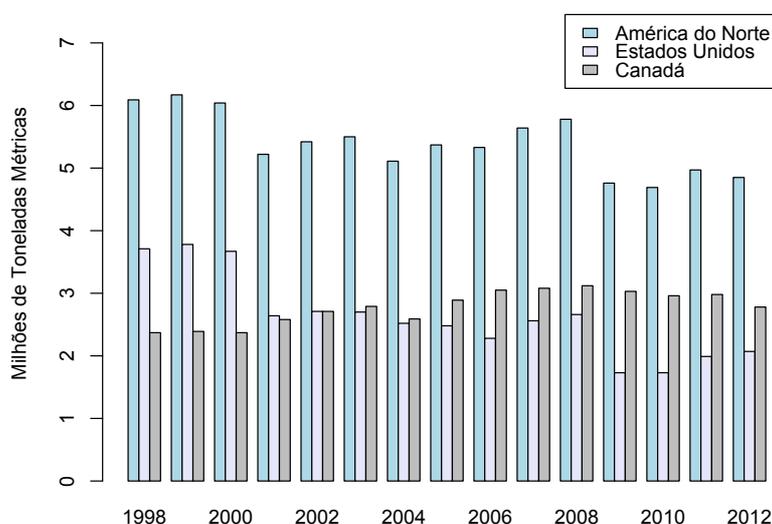
A produção anual de alumínio, hoje da ordem de 10 milhões de metros cúbicos, aumentou consideravelmente quando comparada com a da metade do século XIX. Naquele tempo, o alumínio era produzido a partir da redução do AlCl_3 com K ou Na, sendo este um processo caro e a disponibilidade era de pequenas quantidades. Este ritmo foi alterado em 1886-1888, quando ocorreu o desenvolvimento praticamente simultâneo dos processos de Hall-Héroult para redução eletrolítica do alumínio e do processo Bayer para a obtenção de Al_2O_3 a partir da bauxita, além da criação do dínamo para a geração de energia elétrica em larga escala. Estas inovações foram responsáveis pela transformação do alumínio no principal metal não-ferroso (Russel; Lee, 2005).

A produção mundial de alumínio praticamente dobrou entre as décadas de 1960 e 1970. Nos anos de 1980 e 1990, a demanda por alumínio e outros metais reduziu devido à crescente competição com cerâmicas, polímeros e compósitos. Esta tendência permanece até os dias de hoje, como podemos ver na Figura 2.1. Contudo, a importância do alumínio como

metal aumentou devido à sua baixa densidade, que é justamente um dos componentes importantes dos materiais não metálicos (Shackelford, 2000a), (THE ALUMINUM ASSOCIATION, 2012a).

Como exemplo, a massa total de um novo automóvel norte-americano caiu 16% entre 1976 e 1986, de 1705 kg para 1438 kg. Em grande parte isto foi devido à redução de 29% no uso de aços convencionais (de 941 kg para 667 kg) e um aumento de 63% no uso de ligas de alumínio (de 39 kg para 63 kg), assim como um aumento de 33% na utilização de polímeros e compósitos (de 74 kg para 98 kg). O total de alumínio em carros estadunidenses aumentou em 102% nos anos de 1990 (Shackelford, 2000a). Recentemente, a empresa Jaguar Land Rover (JLR) publicou as especificações do seu novo veículo, que será lançado no mercado em 2013, um veículo utilitário esportivo com uma estrutura feita em alumínio, o que permitiu uma redução em massa de até 420 kg, dependendo do modelo (THE ALUMINUM ASSOCIATION, 2012b).

Figura 2.1 – Produção primária de alumínio na América do Norte



Fonte: Adaptado de The Aluminum Association, (2013).

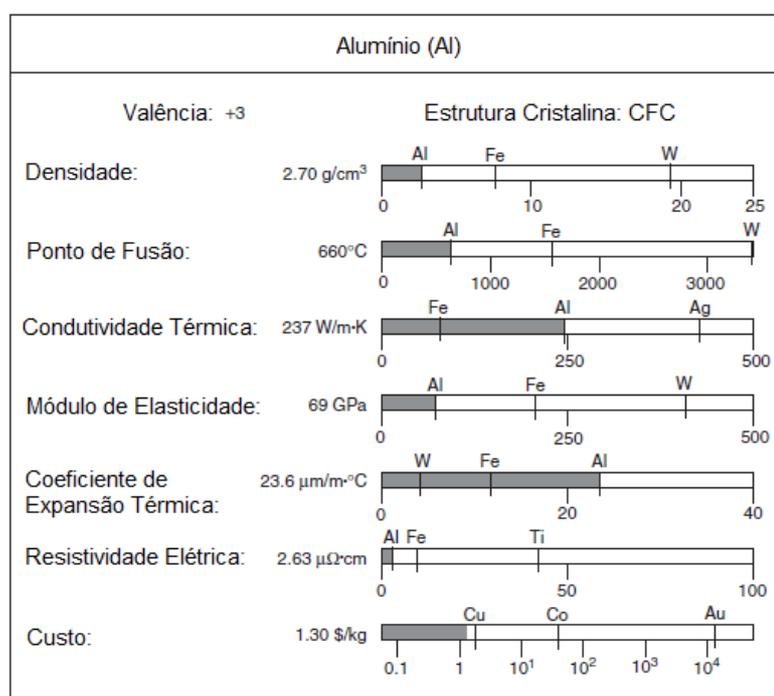
2.1.1.1 Propriedades Estruturais e Mecânicas

O alumínio ultra-puro, com uma pureza de 99,9999% apresenta um limite de resistência à tração da ordem de apenas 12 MPa, enquanto que à índices de pureza da ordem de 90,0% este valor salta para 40 MPa e algumas ligas de alumínio endurecidas por precipitação podem alcançar valores de resistência tão altos quanto 625 MPa (Russel; Lee,

2005). Este elemento apresenta uma estrutura cristalina do tipo Cúbica de Face Centrada - CFC, que tem um baixo módulo de cisalhamento (1,0 MPa) além de suas ligações parcialmente direcionais que conferem uma considerável energia de falha de empilhamento (150 mJ/m^2). Isto permite com que as bandas de falhas de empilhamento tenham espaçamentos de apenas um ou dois átomos. Tais estreitos espaçamentos podem entrar em colapso por flutuação térmica, o que torna o deslizamento cruzado mais fácil em alumínio do que em qualquer outro metal CFC. Diferentemente de outros metais CFC, como o cobre, impurezas de átomos de soluto frequentemente não diminuem a energia de falha de empilhamento no alumínio (Russel; Lee, 2005).

Alumínio puro é considerado um material que apresenta excelente ductilidade, com valores observados de 35 a 50% de alongamento à temperatura ambiente. Como a maioria dos metais CFC ele não apresenta transição dúctil – frágil. O trabalho à frio eleva substancialmente seu limite de resistência à tração, uma peça recozida com limite de resistência à tração de 27 MPa pode ter sua resistência elevada para 125 MPa com trabalho à frio da ordem de 75%. Tratando-se de alumínio ultra-puro, não serão mantidas as propriedades mecânicas oriundas do trabalho à frio à temperatura ambiente, pois na ausência de impurezas o metal gradualmente recupera-se e sofre recristalização (Askerland; Phulé, 2008). Algumas propriedades selecionadas do alumínio são apresentadas na Figura 2.2.

Figura 2.2 – Propriedades selecionadas do alumínio

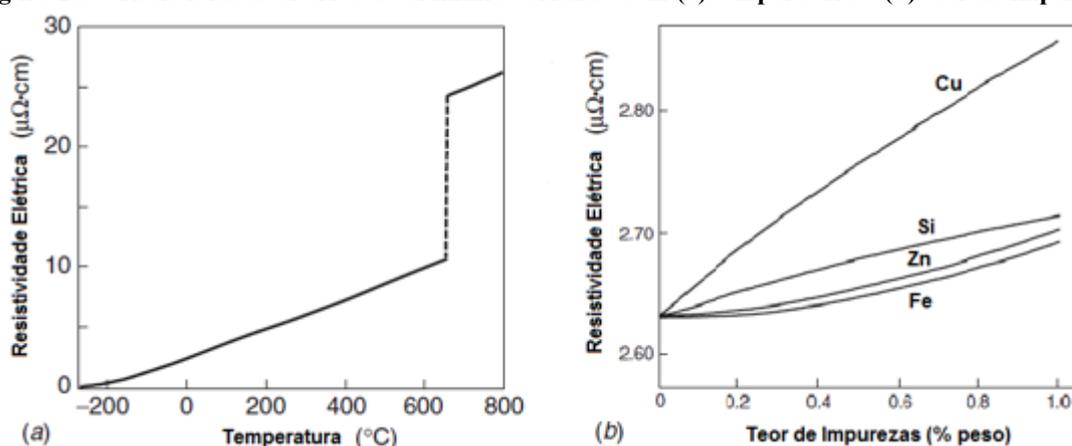


Fonte: Adaptado de Russel e Lee, (2005).

2.1.1.2 Propriedades Elétricas

Sua condutividade elétrica está entre as mais altas de todos os materiais. Embora os metais do grupo 11 da tabela periódica (Ag, Cu, Au) tenham condutividades maiores do que o alumínio, eles são muito mais pesados e mais caros, tornando sua aplicação impraticável em muitos casos. Tais condutividades aqui apresentadas variam com os efeitos da temperatura e concentração de soluto. Em relação ao aumento de temperatura, os elevados valores causam uma intensificação das interações elétron-fóton o que causa mais resistividade elétrica, um fenômeno semelhante é observado com o aumento do teor de soluto em um material conforme pode ser observado nas figuras 2.3a e 2.3b (Russel; Lee, 2005).

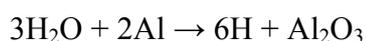
Figura 2.3 – Resistividade elétrica do alumínio variando com (a) temperatura e (b) teor de impurezas



Fonte: Adaptado de Russel e Lee, (2005).

2.1.1.3 Solubilidade do Hidrogênio em Alumínio

Embora a maioria dos gases apresente baixa ou nenhuma solubilidade em alumínio, este elemento, quando em estado líquido, pode dissolver quantidades substanciais de hidrogênio conforme nos mostra a Figura 2.4. A solubilidade do hidrogênio cai consideravelmente quando o metal se solidifica. Durante o estado líquido o alumínio reage com a água, de onde é liberado o hidrogênio (Russel; Lee, 2005), (Kaufman; Rooy, 2004):

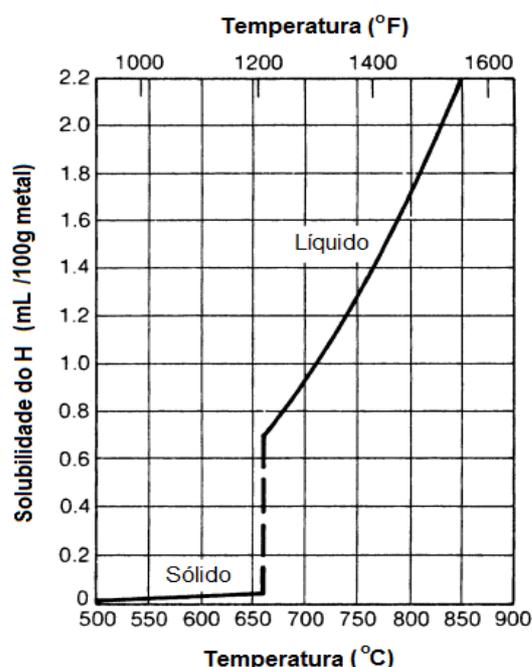


O hidrogênio dissolvido em alumínio pode formar bolhas de gás no metal solidificado, o que ocasiona diminuição de sua resistência mecânica, as fontes de contaminação de hidrogênio incluem a atmosfera, refratários que não foram completamente secos, ferramentas, ligas mãe, componentes de carga em geral ou produtos de combustão em fornos a gás. Em

ligas que contenham magnésio, ocorre a formação de um óxido de magnésio amorfo o qual é mais permeável, ou menos protetor, à difusão do hidrogênio da atmosfera no metal líquido. Este problema pode ser minimizado por desgaseificação, que é a utilização de gás inerte no metal líquido com o objetivo de reduzir as concentrações de hidrogênio por sua difusão em bolhas formadas com o gás inerte. Na indústria, técnicas envolvendo rotores foram desenvolvidas para tornar mais eficiente a mistura destes gases com o alumínio de forma a reduzir os tempos de reação para atingir baixos níveis de hidrogênio (Kaufman; Rooy, 2004). Os gases mais utilizados neste processo são o argônio e/ou nitrogênio (Rooy, 1992).

O nível de solubilidade do hidrogênio no alumínio pode ser observado na Figura 2.4, pode-se notar a variação da solubilidade com a temperatura e o rápido decaimento abaixo do ponto de fusão a 660°C.

Figura 2.4 – Solubilidade do hidrogênio em alumínio a 1 atm de pressão



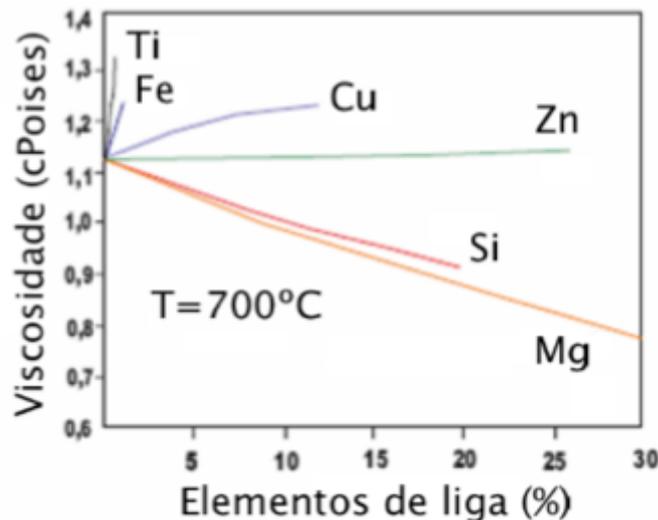
Fonte: Adaptado de Kaufman e Rooy (2004).

2.1.1.4 Viscosidade do Alumínio

Verran et al. (2004), estudou o comportamento da fluidez do Al sob o efeito de várias concentrações de diferentes elementos ligantes. O autor mostra que diferentes elementos podem ter efeitos totalmente distintos na viscosidade do Al. Observa-se na Figura 2.5, que enquanto o Cu e o Fe elevam em diferentes escalas a viscosidade do material, o Mg tende a diminuí-la, aumentando, assim, sua fluidez.

Este conceito é de fundamental entendimento, uma vez que é possível relacionar a maior fluidez de um material com a molhabilidade do molde pelo metal (Fernandez, 2011). Segundo trabalho de Garcia et al. (2006), Uma liga que apresente um intervalo de solidificação menor, apresentará uma casca sólida formada nos instantes iniciais mais espessa, sendo a força motriz de deformação desta casca mais forte, gerando descontinuidades na interface metal/molde (*gaps* de ar). Quando há ocorrência de um intervalo de solidificação mais longo, ocorrerá um fenômeno distinto, pois será formada uma camada sólida mais fina e conseqüentemente menos resistente à pressão metalostática, o que fará com que a região mais frágil da casca seja empurrada contra a parede do molde, permitindo, desta forma, um contato mais eficiente entre o metal e o molde.

Figura 2.5 – Influência de elementos ligantes na viscosidade do Al



Fonte: Adaptado de Verran et al. (2004).

2.1.2 Séries do Alumínio

As séries do alumínio são apresentadas na Tabela 2.1, a qual está baseada em trabalhos da literatura (Feitosa, 2007), (Sheppard, 1999) onde são ilustradas, entre outras características, os principais elementos de liga de cada uma delas. Callister (2001) afirma que as ligas de alumínio são caracterizadas por sua baixa densidade, quando comparadas com o aço como por exemplo, altas condutividade térmica e elétrica e boa resistência à corrosão. Além disto, muitas destas ligas são conformadas com facilidade devido à sua alta ductilidade. Em várias dessas ligas, ocorre o aumento de resistência mecânica por precipitação de compostos intermetálicos. Pode-se observar que a aplicabilidade destas ligas é bastante

diversa, varia desde utensílios de uso geral, até estruturas para aeronave e eletricidade. Smallman e Ngan (2007) afirmam que na indústria elétrica, o alumínio da classe de condutividade elétrica, as ligas da série 5XXX e 6XXX são aplicadas em linhas de distribuição, substituindo os condutores mais caros de cobre. Ligas reforçadas com estruturas finas de discordâncias, estabilizadas por pequenos precipitados também são utilizadas como fios elétricos.

Tabela 2.1 – Séries das ligas de alumínio

Série	Elemento (s) ligante (s) principal (is)	Outros elementos de liga	Termicamente tratáveis	Aplicações
1XXX	Alumínio Puro	-	-	Ind. química e elétrica
2XXX	Cu	Mg, Li	Sim	Aeronáutica
3XXX	Mn	Mg	-	Aplicabilidade geral
4XXX	Si	-	-	Fios de soldagem
5XXX	Mg	-	-	Transportes e aeronáutica
6XXX	Mg, Si	Fe, Cu	Sim	Estruturas e eletricidade
7XXX	Zn	Cu, Mg, Cr, Zr	Sim	Aeronáutica
8XXX	Sn, Li, Fe, Cu, Mg	-	Sim	
9XXX	-	-	-	Para uso futuro

Fonte: Adaptado de Feitosa (2007) e Sheppard (1999).

Uma das mais ativas áreas de desenvolvimento na metalurgia do alumínio é a série 8XXX, envolvendo o lítio como elemento principal. As ligas de Al-Li apresentam especialmente baixa densidade, assim como melhorada rigidez. O alto custo do lítio, quando comparado com os tradicionais ligantes do alumínio, e a necessidade de um processamento à atmosferas controladas, devido à reatividade do lítio, aparentemente são justificáveis devido aos vários avanços alcançados em aplicações aeronáuticas (Shackelford, 2000a).

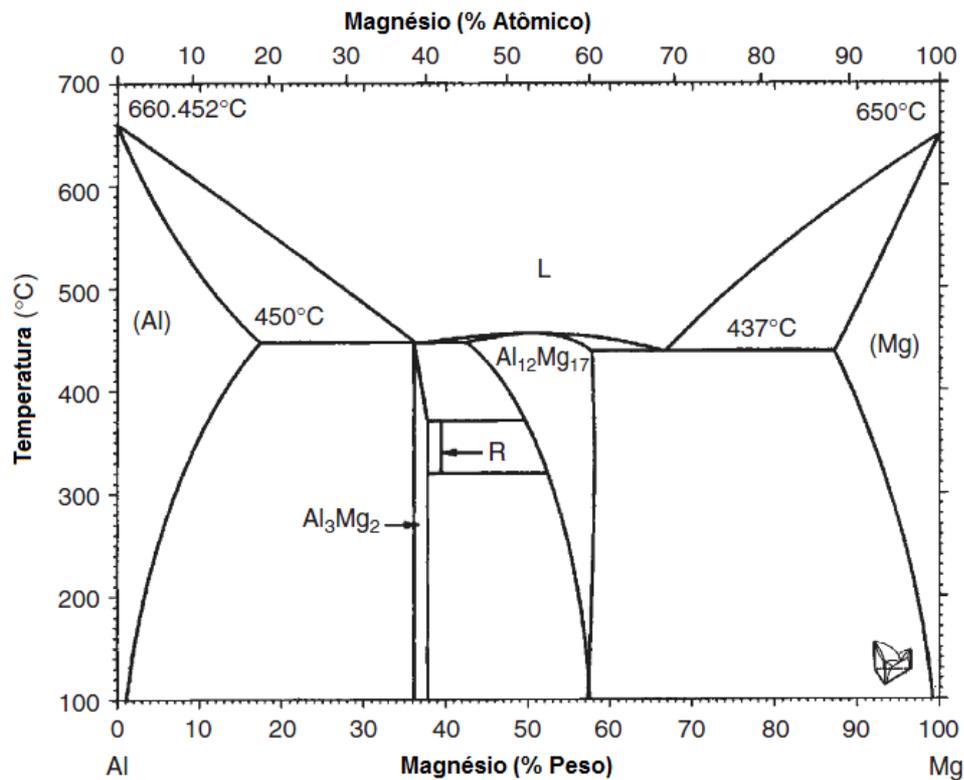
2.2 ELEMENTOS DE LIGA

2.2.1 Magnésio

O magnésio é um dos poucos elementos com alta solubilidade sólida em alumínio, sendo seu equilíbrio em torno de 15% a 450°C, embora esta solubilidade aproxime-se de zero a 20°C. O equilíbrio de fases do binário Al-Mg, mostrado na Figura 2.6, aparenta oferecer bom potencial para endurecimento por precipitação, contudo o efeito de tais precipitados é pequeno. Consequentemente o efeito primário resultante das adições de magnésio no alumínio será o endurecimento por solução sólida (metaestável) (Kaufman; Rooy, 2004).

A maioria das ligas da série 5XXX contém de 1 a 5% de teor de magnésio, adições de cromo e/ou manganês da ordem de 0,12 a 0,25% são frequentemente utilizadas como refinadores de grão. O cromo tem baixa taxa de difusão no alumínio e forma fases finas dispersas que retardam a nucleação e crescimento de grãos. A presença de magnésio reduz sensivelmente a densidade da liga ($2,65 \text{ g/cm}^3$) e reduz a energia de falha de empilhamento no alumínio, o que causa um aumento da temperatura de recuperação dinâmica, permitindo à liga reter as propriedades do trabalho à frio a temperaturas mais elevadas antes da recuperação e recristalização ocorrerem. Ligas com teores de magnésio da ordem de 4% normalmente não formam Mg_2Al_3 , a pesar de que ele pode precipitar-se nos contornos de grão se o metal for mantido à temperaturas de 120°C a 200°C , o que pode causar corrosão intergranular (Kaufman; Rooy, 2004).

Figura 2.6 – Diagrama de equilíbrio de fases Al-Mg

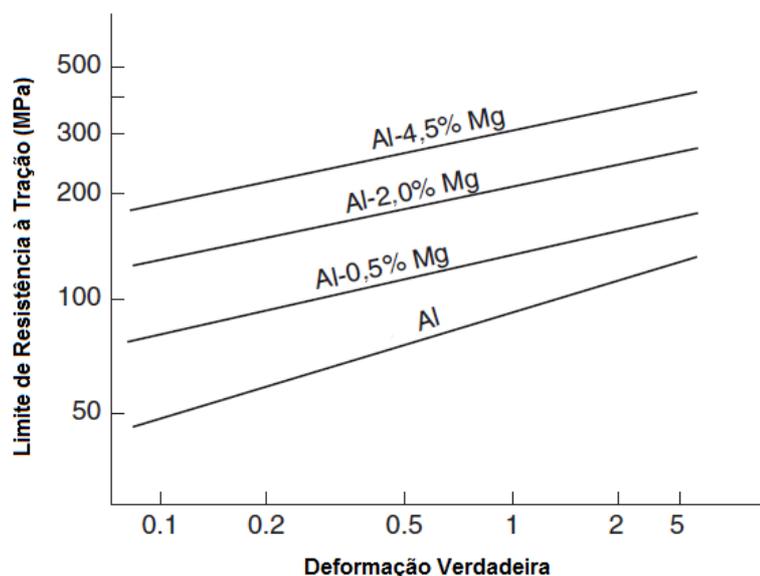


Fonte: Adaptado de ASM International (1992).

As ligas de alumínio da série 5XXX dificilmente são utilizadas na condição H1 (somente endurecimento por deformação) devido à temperatura ambiente ocorrer gradual formação de Mg_2Al_3 em bandas de deslizamento após trabalho à frio, frequentemente utiliza-se a condição H3 (endurecimento por deformação e estabilização) para forçar a dispersão dos precipitados de Mg_2Al_3 por todo o grão, caso deseje-se formar uma microestrutura menos

sucessível a corrosão sob tensão. Em uma condição O (recozida), as ligas com magnésio podem atingir limites de resistência à tração na faixa de 40 a 160 MPa, onde os maiores teores de soluto geram as maiores resistências. Algumas ligas podem atingir até 340 MPa na condição H38 (endurecimento por redução de área de aproximadamente 75% e estabilização). A Figura 2.7 ilustra o efeito do trabalho à frio sobre diferentes ligas Al-Mg e sobre o alumínio de alta pureza (Russel; Lee, 2005).

Figura 2.7 – Resposta ao trabalho à frio do alumínio de alta pureza e do alumínio contendo diferentes teores de magnésio. Deformação Verdadeira = $1,15 \ln$ (espessura inicial / espessura final)



Fonte: Adaptado de Hatch (1984), *apud* Russel e Lee (2005).

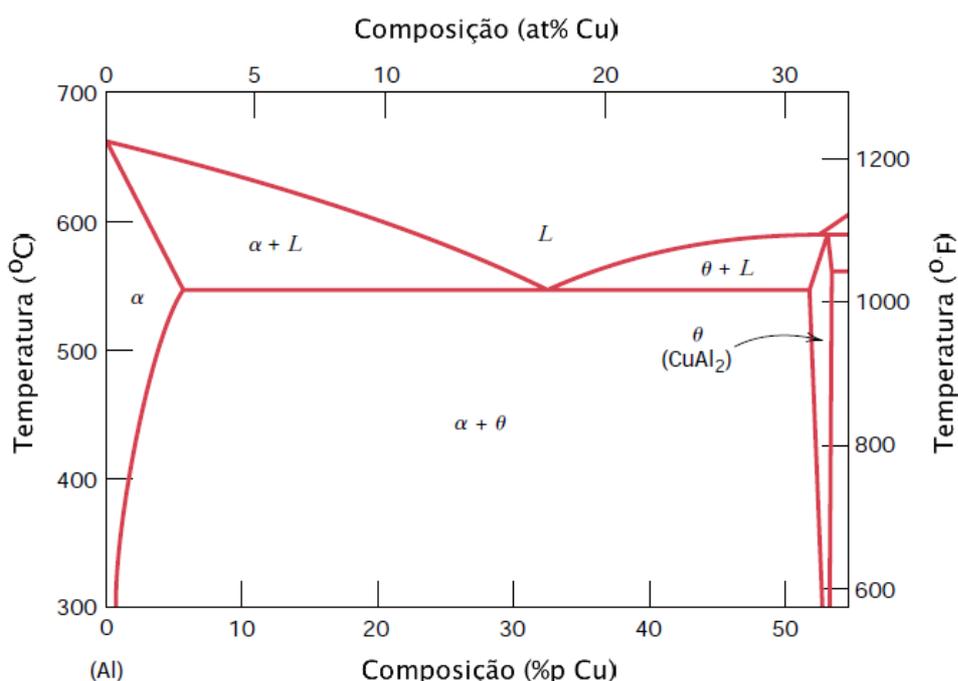
2.2.2 Ferro

Entre as características que este elemento confere ao alumínio, observa-se que um aumento no teor de ferro é acompanhado substancialmente por redução da ductilidade do material. O ferro reage formando um variado número de fases intermetálicas, as mais comuns são Al_3Fe , $FeMnAl_6$ e $\alpha AlFeSi$. Estas fases insolúveis são responsáveis por aumento de resistência, especialmente a elevadas temperaturas, mas também por fragilização da microestrutura (Kaufman; Rooy, 2004).

O ferro apresenta alta solubilidade no alumínio líquido, por esta razão é dissolvido com facilidade em todos os estágios de produção, contudo no estado sólido esta solubilidade é de apenas 0,05%, o que se reflete na presença deste elemento como fase intermetálica secundária, diluída frequentemente com outros elementos. Devido à sua limitada solubilidade,

alumínio a altas temperaturas (5% a 524°C) e é apenas ligeiramente solúvel à temperatura ambiente (Gomes; Bresciani, 1976). O diagrama do sistema Al-Cu é apresentado na Figura 2.9, abaixo:

Figura 2.9 – Diagrama de fases Al - Cu



Fonte: Adaptado de Callister, (2001).

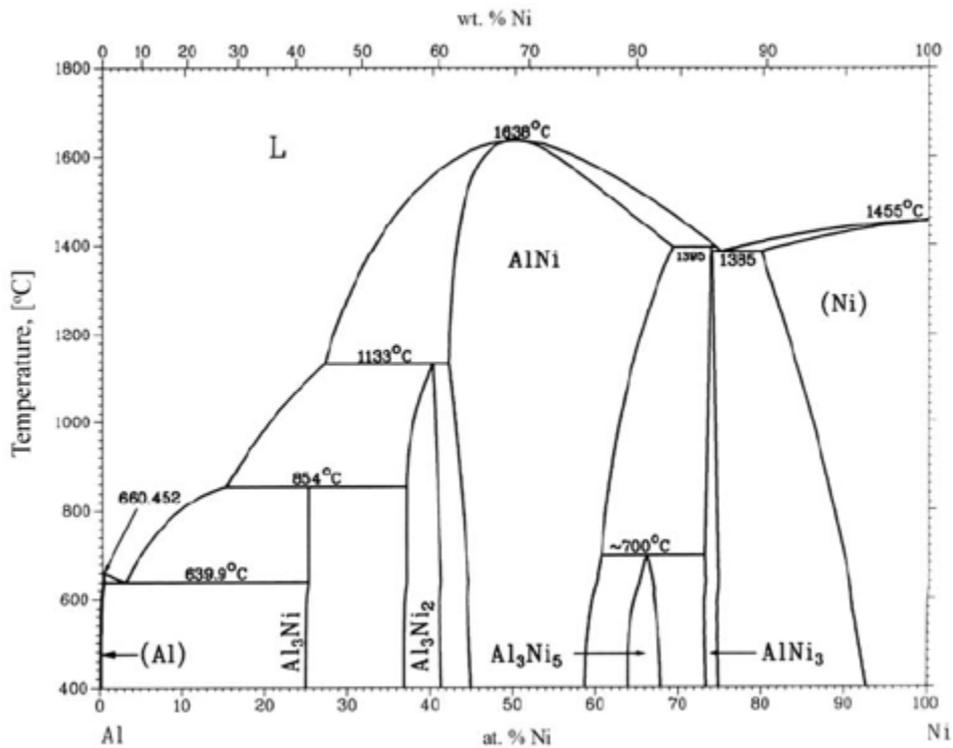
2.2.4 Níquel

O elemento mais comumente utilizado em conjunto com o cobre para realçar as propriedades do material à altas temperaturas. Também é responsável pela redução do coeficiente de expansão térmica da liga (Kaufman; Rooy, 2004).

A Figura 2.10 apresenta o diagrama binário do sistema Al-Ni e a Figura 2.11 detalha a parte rica em Al. A adição de Ni em até 2% em peso, resulta em um aumento de resistência da liga, contudo, reduz sua ductilidade. Como pode ser observado na Figura 2.10, a adição de teores de abaixo de 0,05%p Ni, permitem que a liga seja tratada termicamente (Batalu; Georgeta; Angel, 2006).

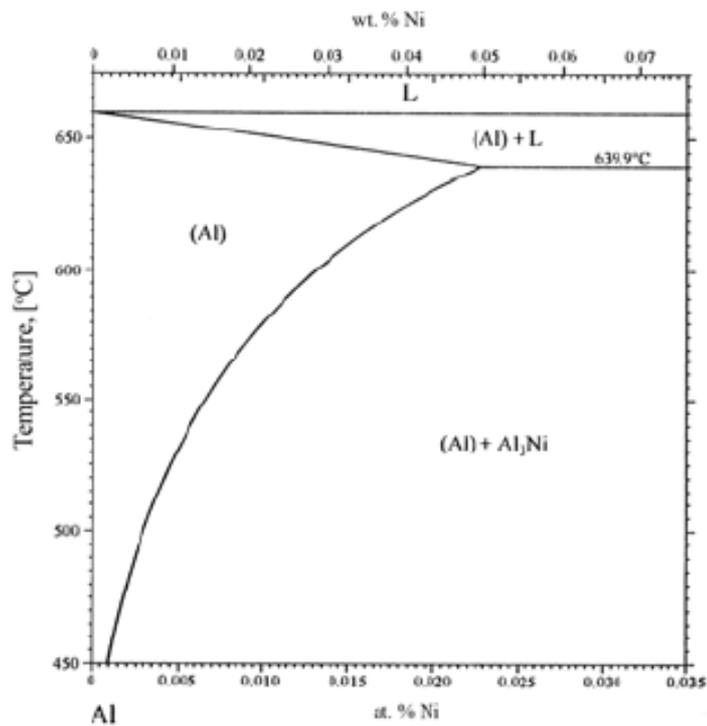
No caso particular do binário Al-Ni, dentro do arranjo das composições denominadas hipoeutéticas, a microestrutura de solidificação consiste em uma matriz dendrítica de fase α rica em alumínio, tendo uma mistura eutética na região formada pela fase α e o composto

Figura 2.10 – Diagrama binário Al - Ni



Fonte: Adaptado de ASM International (1992).

Figura 2.11 – Parte rica em Al do diagrama Al - Ni



Fonte: Okamoto (2002) apud Batalu, Georgeta e Angel (2006).

intermetálico Al_3Ni . Ainda, o arranjo interdendrítico das partículas duras Al_3Ni , que são estáveis em temperaturas abaixo de 500°C , proporciona um reforço para a matriz dendrítica, conferindo conseqüentemente uma maior resistência mecânica ao material (Canté, 2009).

2.3 LIGAS EM ESTUDO

2.3.1 A liga Al-Cu-Fe-Mg

Prazeres (2006) estudou o alumínio eletro-condutor Al-EC com diferentes teores de ferro e com e sem a presença de zircônio e cobre. O autor afirma que a utilização de um teor de 0,05% de cobre reflete-se no seu limite de resistência à tração, elevando-o, enquanto que outras características como capacidade de deformação e condutividade elétrica sofrem variação insignificante. No mesmo estudo, o autor demonstra que teores de ferro modificados com 0,05% de cobre elevam o limite de resistência à tração em torno de 25 MPa, enquanto que há leve decréscimo de condutividade elétrica e variação insignificante na capacidade de deformação do material. Os maiores teores de ferro obtiveram melhores respostas mecânicas, contudo houve grande decréscimo na condutividade elétrica. O teor que apresenta resultados intermediários para os resultados mecânicos e elétricos foi o de 0,22% Fe.

Feitosa (2007) realizou estudos com ligas da série 6XXX, variando adições de cobre nos níveis de 0,05%, 0,1%, 0,2% e 0,3%. Encontrou-se resultados que apontam que em sistemas de solidificação unidirecionais, o teor de cobre de 0,3% confere melhores propriedades mecânicas, elétricas e térmicas ao material. Contudo, o autor também avaliou o comportamento das ligas metálicas em um sistema de solidificação chamado de molde em “U”, que é um simulador físico simplificado do sistema de lingotamento contínuo, método o qual é adotado para produção em escala industrial de fios para aplicações elétricas, onde observou-se que apesar de os resultados dos ensaios de tração favorecerem a utilização de teores de 0,3% de cobre, os resultados dos ensaios elétricos apontam para a utilização de um teor de soluto de 0,05%.

Mercês (2008) observou que de 0,15% a 0,20% de Fe apresentam boas características mecânicas e elétricas, enquanto que o teor de 0,30% de Fe apesar de ter apresentado as melhores características mecânicas, perdeu muito em condutividade elétrica.

2.4 SOLIDIFICAÇÃO

Segundo Garcia (2007), a estrutura obtida após a solidificação é determinante para as propriedades do produto final. Isto inclui não somente peças de fundição que já apresentem basicamente sua forma definitiva, mas aqueles produtos os quais passarão por outras etapas de fabricação para a obtenção de chapas, fios ou forjados. Embora acredite-se que eventuais defeitos estruturais sejam eliminados no decorrer de etapas de conformação plástica, o que se observa é que estes defeitos são, em grande parte, conduzidos até o produto final. As características destes produtos são dependentes de tamanho de grão, espaçamento dendrítico, espaçamentos lamelares ou fibrosos, de heterogeneidades de composição química, tamanho e forma de inclusões, porosidade etc. Todos estes aspectos são influenciados pelas condições de solidificação.

No contexto da solidificação, ao resfriar-se um metal líquido, observa-se a formação de embriões, os quais são partes muito pequenas de sólido, sendo formados pelo agrupamento de átomos oriundos do líquido. Com o crescimento deste embrião, ele torna-se um núcleo, este processo é denominado de nucleação. Refere-se à nucleação como sendo a formação dos primeiros cristais, com dimensões em escala nanométrica, a partir do metal líquido. Em uma perspectiva geral, nucleação refere-se ao estágio primário da formação de uma nova fase a partir de outra (Askerland; Phulé, 2008).

Os efeitos do fenômeno de nucleação na microestrutura de um material fundido exercem uma ampla influência no tamanho de grão e em sua morfologia, assim como na homogeneidade de composição. A microestrutura final é também modificada pelo crescimento cristalográfico, fluxo de fluido, além de outros processos estruturais que são importantes nos estágios posteriores do resfriamento do lingote (Perepekzo, 1992). A pesar de a nucleação poder ser classificada em homogênea e heterogênea, exceto em experiências ocorridas em ambientes controlados em laboratório, a nucleação ocorre no regime heterogêneo, ou seja, com a presença de muitos agentes catalizadores, sendo estes: teores de impurezas em suspensão no volume do metal líquido, paredes do recipiente o qual contém o líquido, películas de óxido na superfície do líquido, elementos adicionados propositalmente, além de outras interfaces que constituem a superfície sobre a qual o sólido se forma. Sob tais condições, ocorre um núcleo comum raio de curvatura maior do que o raio crítico nestes elementos, condição esta que constitui a estabilidade de tal estrutura, permitindo com que ele cresça dentro da fase líquida. Faz-se necessário apenas que uma reduzida quantidade de átomos agrupe-se para produzir uma partícula sólida que contenha o raio de curvatura

requerido. Assim um super-resfriamento pequeno é suficiente para se obter o tamanho crítico, facilitando a nucleação. (Askerland; Phulé, 2008), (Garcia, 2007).

Um outro mecanismo importante na solidificação é crescimento cristalográfico, o qual é majoritariamente função da mobilidade atômica. Após a estabilização dos núcleos sólidos, o crescimento destes núcleos é iniciado enquanto mais átomos se acumulam à fase formada. Certas variáveis (térmicas e cinéticas) devem ser consideradas para determinar se o crescimento do cristal será inibido ou acelerado. Quando estes cristais sólidos são formados a partir de uma fase líquida, libera-se energia. A este tipo de energia denomina-se calor latente de fusão, o qual deve ser removido da interface sólido-líquido antes que a solidificação esteja concluída. Sabe-se que as partículas metálicas apresentam comportamentos distintos, dependendo de sua localização dentro da composição: seja no líquido, na interface sólido/líquido ou na fase sólida. A forma como ocorre a transferência do calor latente de fusão governa o mecanismo de crescimento do sólido e a microestrutura final de um metal fundido (Lesout, 1992), (Askerland; Phulé, 2008).

2.4.1 Solidificação Unidirecional

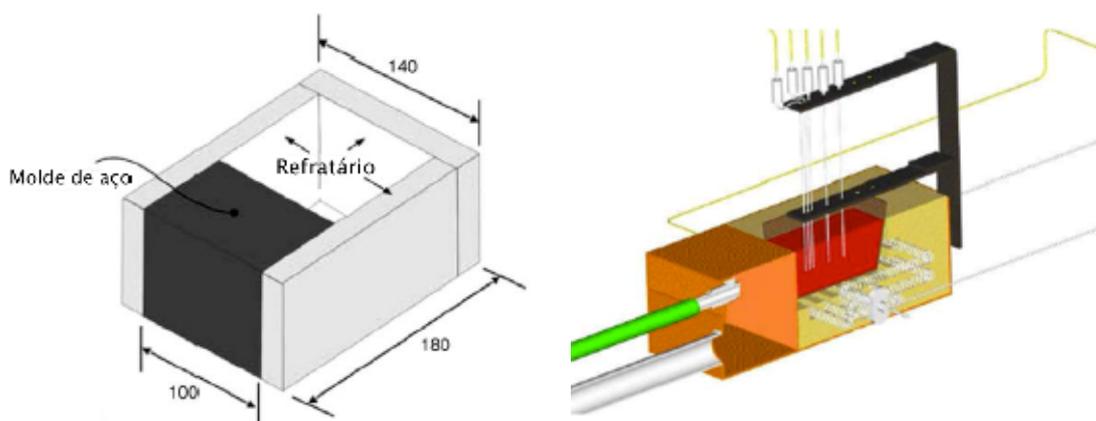
Segundo Canté (2009), a técnica de solidificação unidirecional tem sido largamente aplicada no estudo experimental dos fenômenos da solidificação. Estes estudos dividem-se em duas categorias: (i) os que abordam da solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor e (ii) os que investigam a solidificação em regime transitório. Na primeira categoria, as variáveis gradiente de temperatura e velocidade de solidificação (V_L), podem ser controlados de forma independente e mantidos constantes ao longo do experimento, como no caso de estudos que utilizam a técnica de Bridgman/Stockbarger. Ainda segundo o autor, a investigação em condições estacionárias de fluxo de calor é muito utilizada na determinação de relações quantitativas entre os aspectos microestruturais e as variáveis térmicas, uma vez que permite a análise da influência de cada uma delas de forma independente, além de permitir o mapeamento de parâmetros microestruturais em um espectro mais amplo do material solidificado. A maior parte dos resultados experimentais os quais envolvem aspectos das macro e microestruturas que resultam do processo de solidificação, utilizam condições estacionárias de troca de calor.

Em um processo de solidificação unidirecional, segundo Garcia (2007), ao iniciar, o processo de solidificação forma uma fina camada de metal junto à parede do molde. À medida que tal processo avança, um espaço físico (chamado de *gap*, em inglês) é formado, entre o

metal e o molde. Tal divisão desenvolve-se em consequência de mecanismos associados principalmente à interação físico-química do metal com o molde, ou seja, pela contração do metal e a expansão do molde. Tal separação física gradativa entre metal e molde resulta em uma resistência térmica à passagem do calor em direção ao molde.

Lobo, (2007) apresenta-nos dois métodos empregados no estudo da solidificação unidirecional, no caso com extração de calor horizontal. No primeiro método, partindo do vazamento de metal líquido dentro de molde isolado termicamente, onde o calor está sendo extraído somente por uma das paredes que pode ser constituída de um bloco maciço metálico ou de uma câmara resfriada com água. Neste caso, a turbulência oriunda do vazamento do metal líquido induz correntes de convecção forçada que não se dissipam rapidamente e agem com intensidades diferentes ao longo da secção do lingote. O segundo método é conduzido por um dispositivo similar ao primeiro, contudo, permitindo a fusão do metal em seu interior até que uma certa temperatura seja alcançada, a partir da qual inicia-se a solidificação por refrigeração. Nessa situação garante-se, com a fusão do metal dentro do molde, uma maior estabilidade em relação ao movimento de metal líquido. Porém, é relevante ressaltar que não se podem garantir as mesmas variáveis térmicas ao longo de diferentes secções horizontais da base ao topo do lingote, uma vez que instabilidades térmicas e diferenças de massa específica no líquido irão induzir correntes convectivas, que serão diferentes ao longo dessas secções. A Figura 2.12 apresenta-nos os dois métodos utilizados para solidificação unidirecional horizontal.

Figura 2.12 – Dispositivos de solidificação unidirecional horizontais



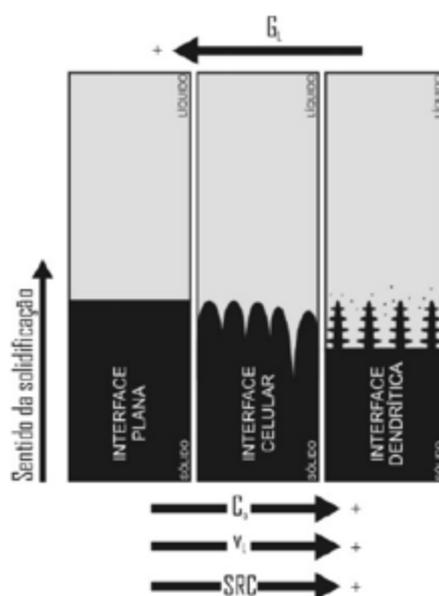
Fonte: (a) Goulart et al. (2006) e (b) Silva (2007).

2.4.2 Microestruturas de Solidificação

Segundo Canté (2009), as microestruturas resultantes do processo de solidificação, relacionam-se com a forma da interface de crescimento entre o sólido e o líquido. A forma desta interface, por sua vez, é influenciada por parâmetros constitucionais e térmicos do sistema metal/molde, provocando a instabilidade desta interface.

Rosa (2007) afirma que o Super-Resfriamento Constitucional (SRC) origina-se da rejeição de soluto ou do solvente, formando um gradiente térmico (G_L) à frente da interface de crescimento. Dependendo do valor deste SRC, observa-se a formação de uma instabilidade na frente de solidificação, que pode originar diferentes morfologias, sendo estas: planar, celular e dendrítica. A Figura 2.13, ilustra de que forma as variáveis gradiente térmico (G_L), concentração de soluto (C_0), velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) e SRC, podem influenciar a formação destas microestruturas. Canté (2009) ainda nos afirma que, um fator fortemente associado à transição de morfologia na solidificação é a diminuição da razão (G_L/V_L), ou seja, à medida que observa-se um valor abaixo de um valor crítico a instabilidade da interface é inevitável e estruturas celulares e dendríticas serão formadas.

Figura 2.13 – Interfaces de solidificação



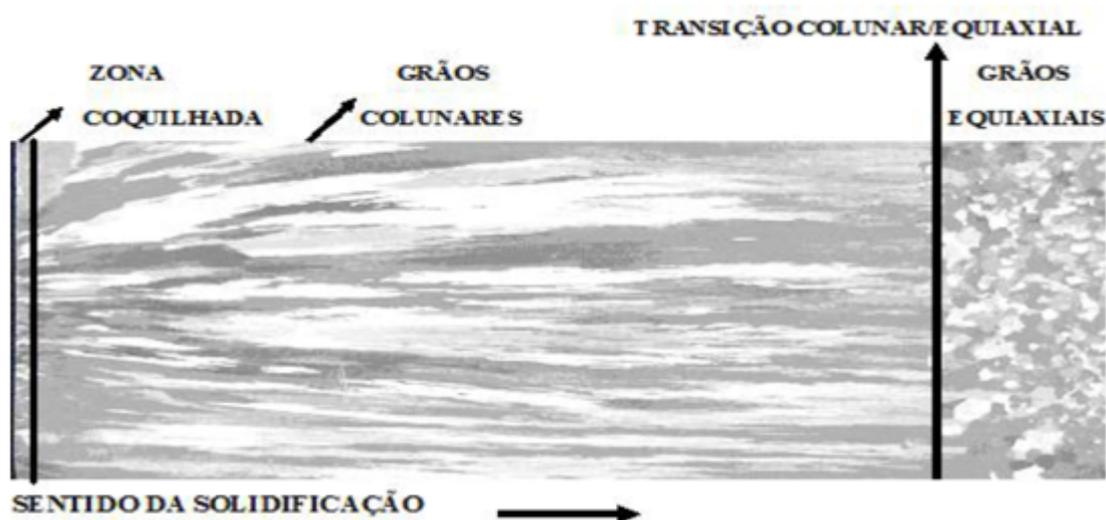
Fonte: Rosa (2007).

2.4.3 Macroestruturas de Solidificação

Segundo Garcia (2007), na solidificação, após a formação de núcleos sólidos a partir do metal líquido, ocorre o crescimento destes, acarretando em estruturas as quais, já

solidificadas, denomina-se de grãos cristalinos, os quais definirão a macroestrutura da peça. Pode-se caracterizar a macroestrutura de um metal solidificado pelas dimensões, distribuição, forma e orientação destes grãos, existindo, basicamente três regiões distintas: coquilhada, colunar e equiaxial, conforme Figura 2.14.

Figura 2.14 – Zonas macroestruturais em lingote solidificado unidirecionalmente



Fonte: Goulart (2010).

2.4.3.1 Zona Coquilhada

Denomina-se de grãos coquilhados os que ocorrem em uma camada formada junto às paredes do molde, sendo resultado de um primeiro contato do metal líquido com o molde ainda frio durante o vazamento. Altas taxas de resfriamento provocarão uma rápida diminuição local da temperatura, favorecendo uma nucleação intensa de grãos. Tal redução de temperatura ocasionará um superesfriamento térmico, resultando em grãos cristalinos de forma e tamanho pequeno, quase sempre uniformes, cujas orientações são aleatórias, formando uma fina camada junto às paredes do molde (Garcia, 2007).

2.4.3.2 Zona Colunar

Constitui-se como zona colunar, a ocorrência de grãos cristalinos alongados (em forma de coluna) e paralelos à direção do fluxo de calor. A formação da zona colunar tem início no crescimento de grãos formados a partir de núcleos originados do intenso resfriamento do metal líquido nos primeiros instantes da solidificação, os quais apresentam

direção cristalográfica favorável ao crescimento na direção da extração de calor e tendem a crescer para o centro do lingote (Garcia, 2007). Tais núcleos apresentam uma tendência de crescimento mais rápida que os outros, que terão seu crescimento bloqueando. Estes grãos possuem, portanto, dimensões maiores que os grãos da zona coquilhada, além de apresentar direções cristalográficas bastante orientadas (Garcia, 2007).

Esta zona é geralmente observada em fundidos de metais relativamente puros. Um efeito semelhante é observado quando uma liga metálica é vazada com elevado superaquecimento em uma coquilha além de também ser observado quando as correntes de convecção térmica são eliminadas na solidificação de um metal, em um molde (Ohno, 1988 *apud* Rodrigues, 2007).

2.4.3.3 Zona Equiaxial

A terceira e última zona macroestrutural, a zona equiaxial, constitui-se de uma região central de grãos cristalinos de crescimento aleatório, semelhante aos grãos coquilhados. Suas dimensões, contudo, são grandes quando comparados com os grãos constituintes da zona coquilhada. Diferentemente do crescimento ocorrido na região colunar, a zona equiaxial central caracteriza-se por grãos que crescem em direções cristalográficas aleatórias (Garcia, 2007). De acordo com Garcia (2007), estes grãos podem ser formados a partir de três mecanismos: (i) Núcleos da zona coquilhada que tenham sido transportados para o centro do lingote pela movimentação de correntes convectivas no metal líquido, podendo subsistir se o superaquecimento do metal líquido não for elevado; (ii) Por partículas as quais são arrancadas dos ramos dendríticos localizados na zona colunar, sendo empurrados para a região central pela ação de correntes de convecção; (iii) Pela formação de núcleos na superfície livre do metal líquido quando em contato com o meio ambiente, sendo estes transportados para o interior do lingote.

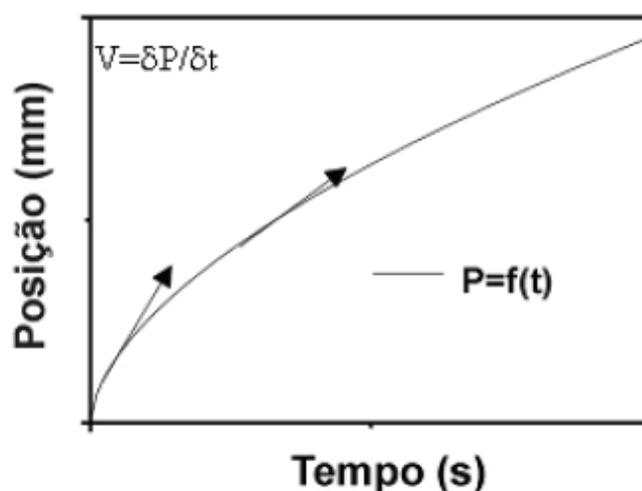
2.4.4 Transferência de Calor na Solidificação

2.4.4.1 Velocidade de Deslocamento da Isoterma liquidus (V_L)

As velocidades de solidificação, ou velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus*, são determinadas experimentalmente neste estudo. Encontrou-se trabalhos na literatura

(Rodrigues, 2007),(Feitosa, 2007),(Fernandez, 2011),(Marques, 2008),(Silva MAPS, 2011) os quais adotam esta abordagem. O conceito consiste na determinação de modelos do tipo $P=f(t)$, sendo P a posição relativa à interface metal/molde e t o tempo relativo à passagem das isothermas *liquidus*. Tais relações são obtidas a partir de modelos de regressão não linear do tipo potência: $P = a(t)^b$. A derivada de tal função nos dá a velocidade de solidificação em relação ao tempo ($V=\delta P/\delta t$), a Figura 2.15 ilustra este procedimento. Após manipulação algébrica, a velocidade de solidificação pode ser obtida em função da posição. Em operações envolvendo etapas de solidificação, a possibilidade de implementação de diferentes velocidades de solidificação, tem influência direta sobre a estrutura do produto fundido, seja no tamanho dos grãos ou espaçamentos interdendríticos. (Quaresma et al., 2000),(Osório; Garcia, 2002).

Figura 2.15 – Determinação da variável térmica velocidade de solidificação

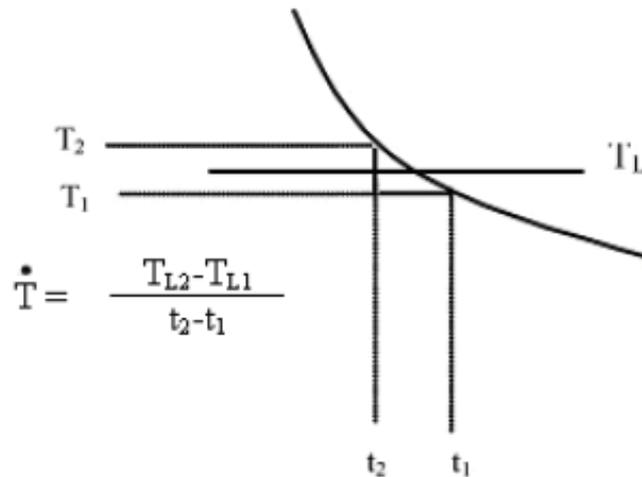


Fonte: Silva MAPS (2011).

2.4.4.2 Taxa de resfriamento (\dot{T})

Neste trabalho, as taxas de resfriamento foram calculadas segundo o método de diferenças finitas descrito por Okamoto e Kishitake (1975). Segundo este método, dada a temperatura *liquidus* de uma liga, para cada posição relativa à interface metal/molde calcula-se tal variável a partir da razão entre as diferenças das temperaturas antes e depois do registro da temperatura *liquidus* e os tempos relativos à ocorrência destas temperaturas. A Figura 2.16 ilustra a determinação dos pontos para cálculo.

Figura 2.16 – Determinação experimental das taxas de resfriamento



Fonte: Silva MAPS (2011).

Contudo, segundo Garcia (2007), a taxa de resfriamento da isoterma *liquidus* pode ser definida como a inclinação da curva de resfriamento no momento da passagem pela temperatura *liquidus*, conforme apresentado na Equação 2.1:

$$\dot{T} = \frac{\partial T_L}{\partial t} = \left(\frac{\partial T_L}{\partial x} \right)_{x=S_L} \left(\frac{\partial x}{\partial t} \right)_{x=S_L} \quad (2.1)$$

onde, $\frac{\partial T_L}{\partial x}$ e $\frac{\partial x}{\partial t}$ são, respectivamente, o gradiente de temperatura junto a isoterma *liquidus* e a velocidade de deslocamento desta isoterma, logo, tem-se a Equação 2.2:

$$\dot{T} = \frac{d_s L}{k_s} V_L^2 \quad (2.2)$$

Na Equação (2.2), para o Al, L é o calor latente de fusão = 385.000 J/Kg; d_s a densidade = 2.550Kg/m³; k_s a condutividade térmica = 222W/m.K. Isto mostra a dependência deste modelo analítico à velocidade de solidificação.

2.5 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO

Nesta seção, serão apresentados conceitos sobre os mecanismos utilizados para endurecimento (ganho de resistência) nas ligas metálicas estudadas. O endurecimento foi

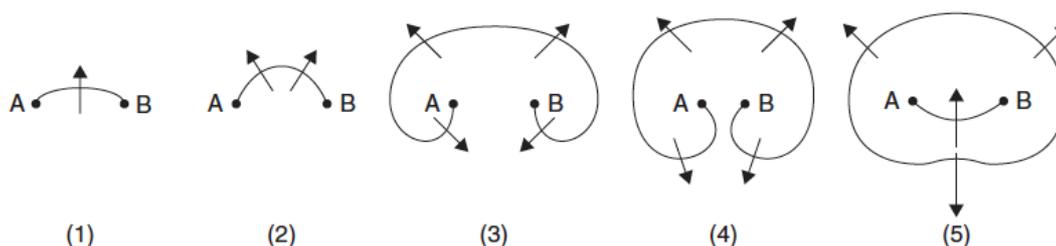
conferido ao material por deformação plástica (laminação), solução sólida (adição de elementos ligantes) e endurecimento por precipitação (tratamento térmico).

2.5.1 Endurecimento por deformação plástica.

O mecanismo fundamental para elevar-se a resistência mecânica de um metal durante a deformação plástica é o aumento da densidade de discordâncias (defeitos lineares no material) pela distorção de sua rede cristalina. Ao aplicar-se uma tensão acima do limite de escoamento do material, as discordâncias deslizam em seus planos cristalinos (lei de Schmid). Eventualmente, uma discordância que move-se em seu plano de deslizamento encontra obstáculos que travam as pontas da linha da discordância. À medida que prossegue a aplicação de tensão, a discordância tenta mover-se, arqueando seu centro até atingir uma forma semelhante à de uma alça. No momento em que as duas extremidades desta alça se tocam, é criada uma nova discordância. Tal processo pode repetir-se, criando alças adicionais, este mecanismo de geração de discordâncias é denominado de fonte de Frank-Read. Durante o processo de deformação, a densidade de discordâncias pode saltar de 10^6 cm/cm³ para 10^{12} cm/cm³ (Askerland; Phulé, 2008), (Shackelford, 2000b)

A Figura 2.17 apresenta uma fonte de Frank-Read consistindo em uma discordância em linha fixada nos pontos A e B (tal fixação pode ser devido a, por exemplo, outras discordâncias as quais juntam-se aos pontos A e B não estarem nestes planos de deslizamento). No ponto 1, pode-se observar a discordância em linha com uma curvatura, devido à alta energia elástica, a qual tenta reduzir seu comprimento. Sob a aplicação de tensão, a linha de discordância irá curvar-se ainda mais, reduzindo, com isto, seu raio de curvatura até que ele atinja uma condição de equilíbrio, na qual a tensão na linha irá balancear sua força devido à aplicação de tensão. Elevando a tensão aplicada, a linha tende a continuar reduzindo seu raio de curvatura, até tornar-se semicircular (Ponto 2). Além deste ponto, não há mais condição de equilíbrio e há uma tendência de expansão rápida, girando ao redor dos pontos A e B, em uma sucessão de formas indicadas pelos pontos 3,4 e 5. Entre os estágios 4 e 5, as duas partes da discordância abaixo de AB encontram-se, causando a aniquilação de ambas, formando um *loop* de discordâncias, o qual expande-se no plano de deslizamento, formando uma nova discordância entre A e B. A sequência se repete, formando uma nova discordância em cada ciclo (Smallman; Ngan, 2007).

Figura 2.17 – Fonte de Frank-Read



Fonte: Adaptado de Smallman e Ngan (2007).

A estrutura de discordâncias desenvolvida durante a deformação de metais policristalinos CFC e CCC segue o mesmo padrão encontrado nos monocristais: discordâncias primárias produzem dipolos e ciclos pela interação com discordâncias secundárias, as quais elevam os emaranhados de discordâncias, desenvolvendo gradualmente estruturas denominadas de sub-contornos. O tamanho de célula decresce com o aumento da tensão e as diferenças estruturais observadas entre vários metais e ligas são primariamente na forma dos sub-contornos. Em metais CFC e CCC, os quais têm alta Energia de Falha de Empilhamento (EFE), como o Al, os emaranhados de discordâncias rearranjam-se em estruturas bem definidas, chamadas células, mas em metais com baixa EFE (bronze, aços austeníticos, etc.) as discordâncias estendem-se, e o deslizamento cruzado é restrito e contornos afilados não formam-se nem a elevadas tensões (Smallman; Ngan, 2007), (Meyer; Chawla, 2009).

2.5.1.1 Efeito do tamanho de grão na deformação plástica.

Contornos de grão têm um papel muito importante na deformação plástica de materiais policristalinos, a baixas temperaturas, ($T < 0,5T_f$), onde T_f é a temperatura de fusão, os contornos de grão agem como fortes obstáculos ao movimento de discordâncias. Discordâncias em movimentação podem empilhar-se contra estes contornos e elevar as concentrações de tensões que podem iniciar múltiplo deslizamento local. Outro efeito interessante, é a condição de compatibilidade ao longo dos grãos vizinhos durante a deformação de um policristal, conforme já citado anteriormente, ou seja, se o desenvolvimento de vazios ou trincas não puder ocorrer, a deformação de cada grão deverá ser acomodada pelo seu grão vizinho. Tal processo ocorre por deslizamento múltiplo, nos seus contornos, o que leva a uma elevada taxa de endurecimento. Quanto menor for o seu tamanho de grão, maior será a área de contornos por unidade de volume. Em outras palavras, para uma dada deformação no início da curva tensão-deformação, o volume total ocupado

pelo material endurecido por deformação eleva-se com a redução do tamanho de grão. Isto implica em mais elevado endurecimento devido a interações de discordâncias devido ao deslizamento múltiplo (Meyer; Chawla, 2009).

Nos metais policristalinos, os cristais individuais têm diferentes orientações, o que faz com que a tensão aplicada a um material varie de grão para grão. Alguns grãos escoam primeiro, seguido de outros. Os contornos de grão atuam como barreiras na movimentação de discordâncias, logo, a não ser que o tamanho de grão seja elevado, não ocorre um deslizamento estrutural com facilidade em policristais. Além disso, tensões internas ao redor de grupos de empilhados de discordâncias causam o funcionamento de outras fontes de discordâncias em grãos vizinhos. Ainda, a tensão de escoamento macroscópica a qual todos os grãos escoam, depende de seu tamanho. Finalmente, um policristal não é livre para deformar plasticamente como se fosse um monocristal, para tal ele deve estar em contato com e acomodar as mudanças de forma de seus vizinhos. Uma inabilidade de atender esta condição levaria à falha do material com uma pequena tensão (Meyer; Chawla, 2009) (Hull; Bacon, 2001).

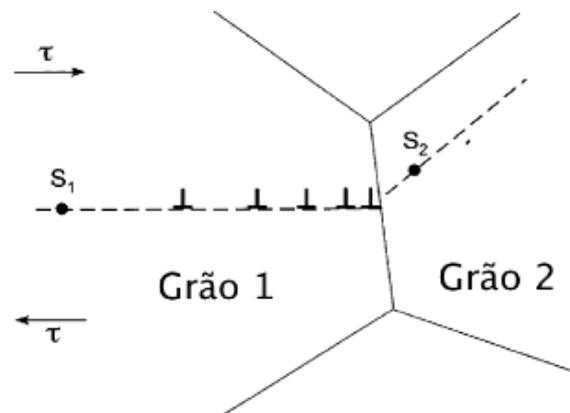
A partir de medições experimentais das tensões de escoamento de agregados policristalinos, nos quais o tamanho de grão d é a única variável do material, encontrou-se que a relação de Hall-Petch (Equação 2.3) é satisfeita por:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-0,5} \quad (2.3)$$

Onde k_y é uma constante do material e σ_0 é uma tensão constante. Uma racionalização desta equação é que um empilhamento em um contorno de grão pode gerar tensão suficientemente grande para operar fontes em um grão adjacente, conforme esquema da Figura 2.18. A Figura 2.19 apresenta o efeito da variação do tamanho de grão sobre a resistência de um material.

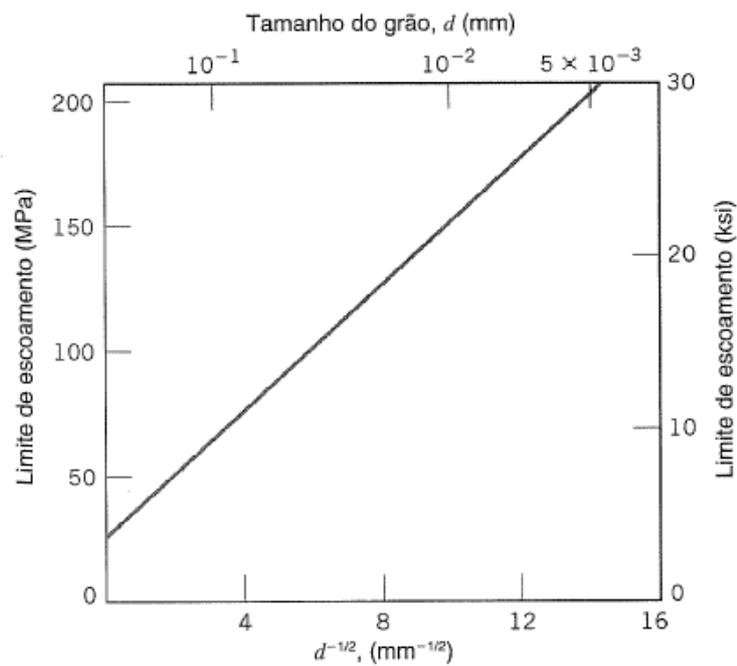
Existem vários modelos de endurecimento por deformação plástica, os quais abordam mais profundamente conceitos e características envolvendo defeitos pontuais, planares, lineares e volumétricos. Abordar tais características, contudo, necessita de extensa experimentação com técnicas de microscopia eletrônica de transmissão (MET), a qual não faz parte do escopo deste estudo.

Figura 2.18 - Desenho esquemático de um empilhamento de discordâncias formado no grão 1 sobre uma tensão t



Fonte: Hull, Bacon (2001).

Figura 2.19 – Influência do tamanho de grão na resistência de um metal



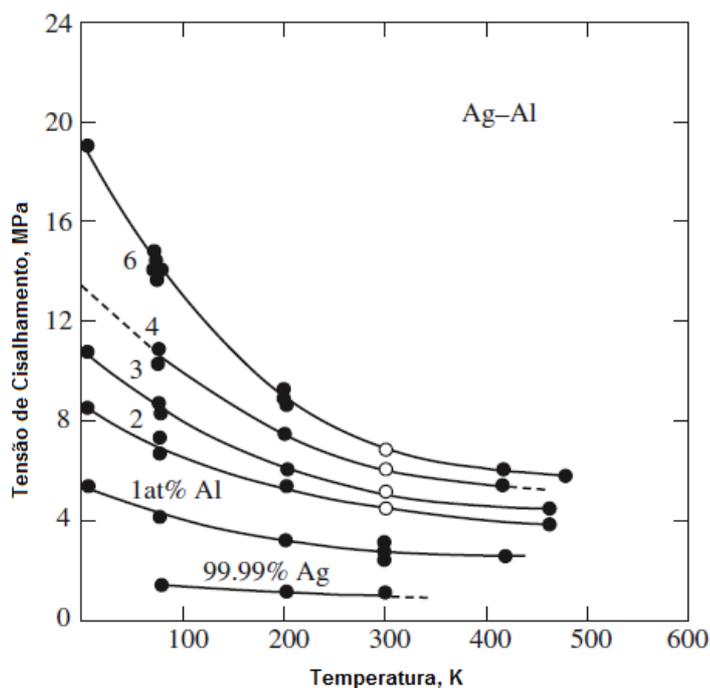
Fonte: Callister (2001).

2.5.2 Endurecimento por Solução Sólida.

A inserção de um segundo elemento em um metal puro representa uma forma muito flexível de endurecimento. Este segundo constituinte pode agregar-se nas mais variadas formas ou tamanhos, de átomos de soluto aleatoriamente dispersos a *clusters* ou mesmo partículas de segunda fase, as quais poderão ser cisalhadas, ou não pelas discordâncias. Estas diferentes ocorrências influenciam de maneira diferente a resistência do material (Argon, 2008). Os metais com composição mais diluída (maior pureza) são quase sempre menos

resistentes do que ligas utilizando este metal como solvente. Tal fenômeno ocorre devido aos átomos de impurezas (soluto) os quais entram em solução sólida imprimem certas deformações na rede cristalina, o que resulta em interações no campo de deformação entre discordâncias e átomos de impurezas e, por conseguinte, ocorre restrição ao movimento de discordâncias (Callister, 2001). A Figura 2.20 ilustra o efeito da adição de soluto sobre o material.

Figura 2.20 – Efeito do teor de Al sobre a resistência de uma liga Ag- Al



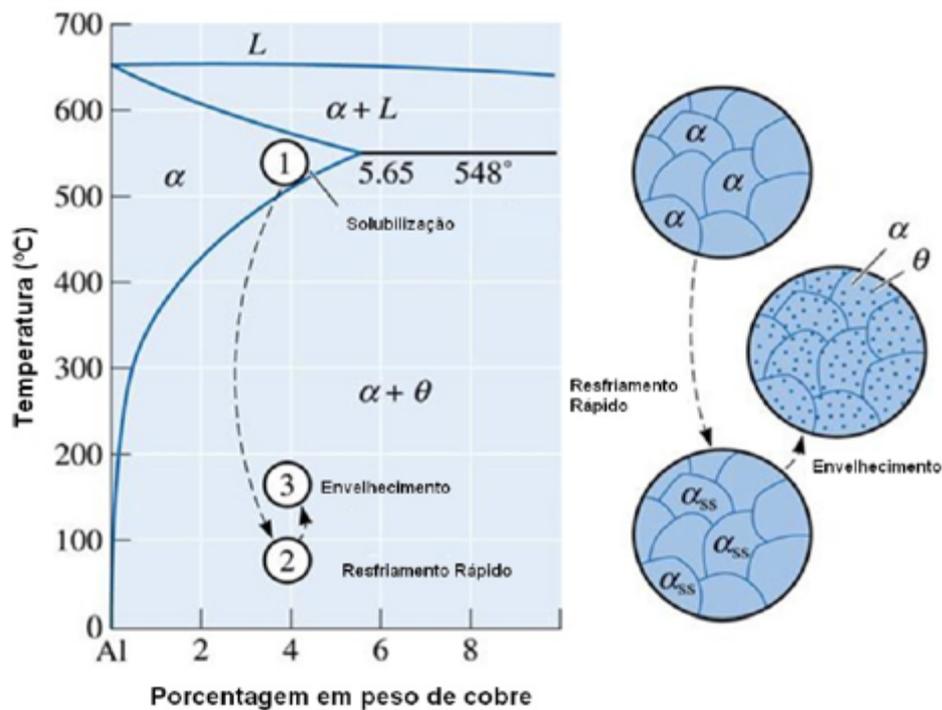
Fonte: Adaptado de Argon, (2008).

2.5.3 Endurecimento por Precipitação.

O tratamento térmico de envelhecimento apresenta três etapas principais: solubilização, resfriamento rápido e envelhecimento. A primeira etapa consiste em aquecer a liga acima da temperatura *solvus* (ponto 1 na Figura 2.21) e manter o material a esta temperatura para produzir uma solução sólida homogênea, a qual dissolve quaisquer precipitados, reduzindo a segregação química da liga original. Após esta etapa, o resfriamento rápido (ponto 2 na Figura 2.21) forma uma solução sólida supersaturada, pois neste regime de resfriamento, os átomos não têm tempo para se difundir em direção a locais de nucleação e com isto, não ocorre a formação de outra fase. Na última etapa, chamada de envelhecimento (ponto 3 na Figura 2.21), ocorre um aquecimento a temperaturas abaixo da linha *solvus*. Por estas temperaturas não serem muito elevadas, ocorre a difusão dos átomos em distâncias

muito curtas, para locais de nucleação, onde ocorre o crescimento de precipitados muito pequenos, uniformemente dispersos no material, o que é suficiente para endurecê-lo de forma bastante efetiva (Askerland; Phulé, 2008). Com a elevação do tempo de envelhecimento, a resistência mecânica cresce, atinge um ponto de máximo e começa a decrescer. Tal redução na resistência mecânica e na dureza que ocorre apenas após longa exposição do material a elevados tempos de tratamento é conhecida como superenvelhecimento (Callister, 2001). Neste processo, a coerência dos precipitados com a matriz perde-se, juntamente com os efeitos endurecedores associados com a formação de precipitados e seu crescimento.

Figura 2.21 – Etapas do tratamento térmico de envelhecimento

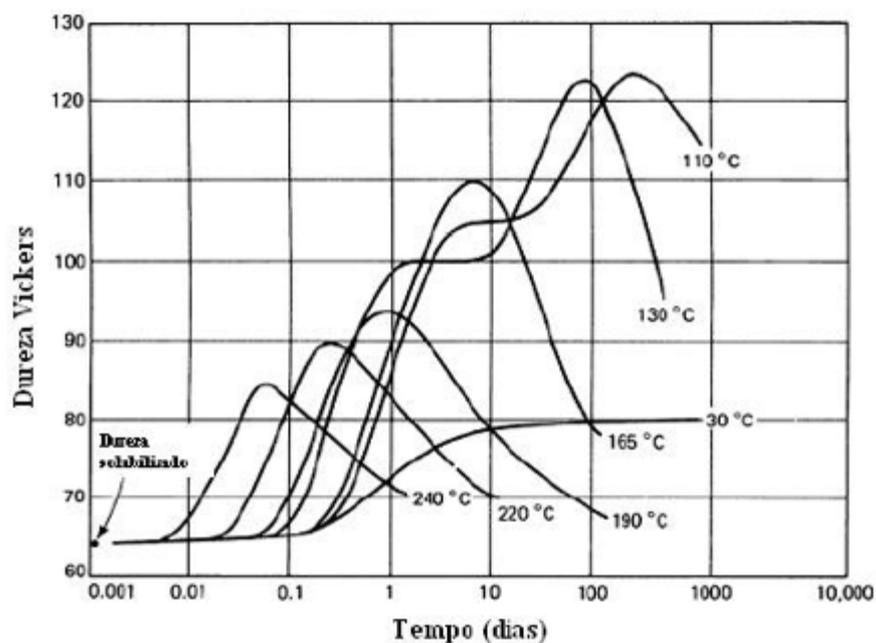


Fonte: Askerland e Phulé (2008).

O crescimento dos precipitados continua a ser observado, porém, neste estágio, sem o efeito da resistência. Esta condição corresponde ao superenvelhecimento (Brooks, 1992). A Figura 2.22 mostra nos que para um determinado tempo de envelhecimento, maiores temperaturas de tratamento podem levar a uma reação mais rápida por parte do material, elevando, com isto, mais rapidamente sua resistência. Por outro lado, temperaturas mais elevadas levam o material a superenvelhecer mais rapidamente, além de o emprego de temperaturas menores de envelhecimento levarem a resistências maiores (com o custo de um maior tempo para chegar a tal patamar de resistência). A Figura 2.23 mostra o efeito do teor

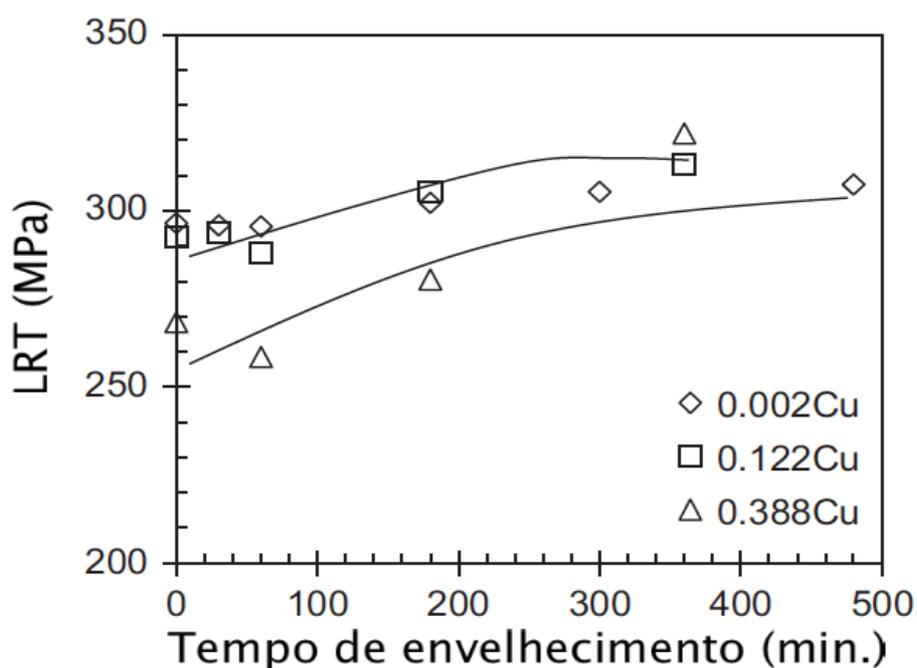
de Cu sobre o envelhecimento de uma liga de Al-Mg-Si. Percebe-se que ao eleva-se o teor de Cu, acentua-se uma tendência de queda de resistência na primeira hora de tratamento, por outro lado, o ganho de resistência observado passa a ser mais acentuado.

Figura 2.22 - Efeito do tempo e da temperatura na dureza de uma liga de Al-4Cu



Fonte: Brooks, (1992).

Figura 2.23 – Envelhecimento de uma liga Al-Mg-Si com diferentes teores de Cu



Fonte: Ji et al., (2012).

2.5.3.1 Trialuminetos

Por mais de três décadas, a melhoria de resistência a elevadas temperaturas tem sido um objetivo contínuo no desenvolvimento de ligas de alumínio (Fine, 1975), (Knipling, 2006). Existem vários elementos os quais cristalizam-se para formar trialuminetos do tipo Al_3X , sendo X um elemento de transição, uma terra rara, ou mesmo um Actínídeo. A Figura 2.24 apresenta uma tabela periódica com indicações da literatura sobre estes elementos formadores. Dos sete trialuminetos do tipo $L1_2$ termodinamicamente estáveis indicados, Sc foi um dos que ganharam mais atenção (Royset; Ryum, 2005), (Knipling, Dunand, Seidman, 2006). De acordo com Knipling, (2006), como pode ser visto ainda na Figura 2.22, entre os elementos de transição, além do Al_3Sc , nenhuma outra estrutura termodinamicamente estável e altamente simétrica como o $L1_2$ existe. Nos grupos IV e V, é prevalente entre seus elementos a formação das estruturas $D0_{22}$ e $D0_{23}$ tetragonais, em sua forma monolítica. Ainda segundo o autor, estes trialuminetos têm despertado considerável interesse devido a seu potencial uso como um material estrutural de alta resistência para altas temperaturas, mais notadamente o Ti (devido a sua baixa densidade) e Zr (devido a sua resposta ao envelhecimento). Outras estruturas de baixa simetria podem ser obtidas com elementos de transição, tais como Fe, Co, Ni, Re e Ir (Knipling, 2006).

Figura 2.24 – Elementos ligantes para o Al que formam trialuminetos Al_3X termodinamicamente estáveis

Compostos Intermetálicos Trialuminetos Termodinamicamente Estáveis

▨ Cúbico ($L1_2$)
 ▩ Tetragonal ($D0_{22}$ or $D0_{23}$)
 ▧ Hexagonal ($D0_{19}$, $D0_{18}$, $D0_{17}$) ou Romboédrico
 ▦ Ortorrômbico ($D0_{13}$), Monoclínico ou Desconhecido
 □ Indicativo de trialumineto na parte rica em Al

1	2	Elementos de Transição										13	14	15	16	17	18
H	He											B	C	N	O	F	Ne
Li	Be	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Na	Mg	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
K	Ca	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Rb	Sr	Lantanídeos (Terras Raras)										Halogênios					
Cs	Ba	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Gases Nobres	
Fr	Ra	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr	
Alcalinos		Actínídeos															

Fonte: Knipling (2006).

Triáluminetos intermetálicos são mais abundantes entre os elementos lantanídeos, quase todos eles formam componentes termodinamicamente estáveis do tipo Al_3X . Existe um contínuo decréscimo no raio dos elementos ao longo da série dos lantanídeos, e isto demonstra uma influência na estabilidade dos compostos intermetálicos formados por eles (Knipling; Dunand; Seidman, 2007), (Buschoward; Vanyucht, (1967) *apud* Knipling, (2006)).

2.6 ELEMENTOS DE COMPORTAMENTO ELÉTRICO

2.6.1 Transportadores de Carga elétrica e Condutividade

A condução de eletricidade nos materiais ocorre por meio de estruturas em escala atômica, denominadas de transportadores de carga, como os elétrons. Desde o século XIX, já era possível medir Diferenças de Potencial (DDP) que causavam as correntes elétricas, além de quantificar as resistências elétricas dos materiais condutores. Em 1827, o físico Georg Simon Ohm formulou sua famosa lei, que relaciona a diferença de potencial (V) (em J/C), a resistência elétrica (R_{el}) (em Ω) e a corrente elétrica (I) (em A), conforme apresentado na Equação 2.4 (Shackelford, 2000c), (Padilha, 2000):

$$V = IR_{el} \quad (2.4)$$

O valor da resistência elétrica varia com a geometria da peça, aumentando com maiores comprimentos (l) e decresce com a área da amostra (A_s). Como resultado, a propriedade mais característica de um dado material, independentemente de sua geometria, é sua resistividade elétrica (ρ) (em Ωm no SI, mas usualmente expressa em $\Omega \cdot mm^2/m$ de acordo com os padrões normativos ASTM B 193, NBR 5118 e NBR 6815), de acordo com a Equação (2.5):

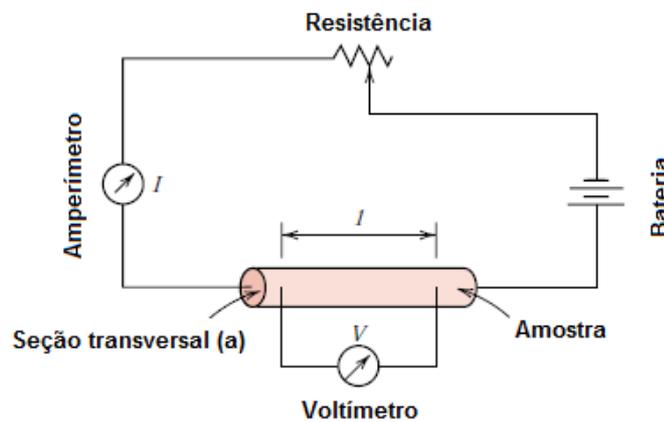
$$\rho = \frac{R_{el}A_s}{l} \quad (2.5)$$

Uma propriedade do material igualmente útil é sua condutividade elétrica (ϕ) (que pode ser expressa em $\Omega^{-1}m^{-1}$), sendo esta, a recíproca de sua resistividade (Equação 2.6). Ao dividir-se a condutividade elétrica do Cu pela de algum material, será obtida sua condutividade elétrica em %IACS (*International Annealed Copper Standard*):

$$\varphi = \frac{1}{\rho} \quad (2.6)$$

Uma corrente elétrica resulta da movimentação de partículas eletricamente carregadas, como resposta a forças as quais agem sobre elas a partir de um campo elétrico aplicado de uma fonte externa. Partículas carregadas positivamente são aceleradas na direção do campo, enquanto que as partículas carregadas negativamente, na direção oposta. Na maioria dos materiais sólidos, uma corrente surge a partir do fluxo de elétrons, o que é definido como condução eletrônica (Callister, 2001). A Figura 2.25 ilustra um aparato gerador de corrente elétrica.

Figura 2.25 – Aparato gerador de corrente elétrica

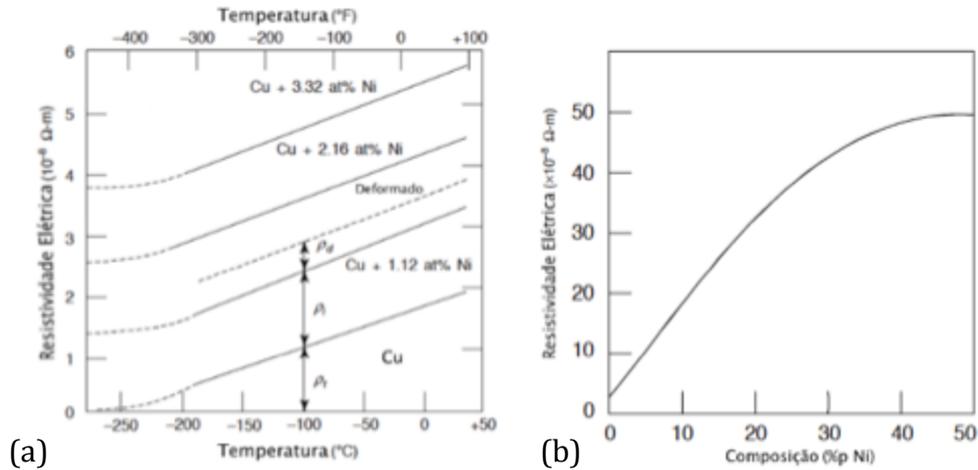


Fonte: Adaptado de Callister (2001).

Além dos fatores anteriormente citados, a condutividade elétrica de um material depende de características microestruturais. Uma vez que a condutividade elétrica ocorre com a movimentação de elétrons, a resistência elétrica será causada pelo espalhamento das ondas elétricas por quaisquer tipo de irregularidades na estrutura cristalina, entre elas há o efeito da temperatura, de elementos ligantes ou mesmo deformação plástica (Smallman; Ngan, 2007). Qualquer aumento de temperatura no condutor irá elevar o nível de excitação dos átomos na rede cristalina, dificultando, com isto, a movimentação dos elétrons. A deformação plástica aumenta a resistividade elétrica devido ao aumento da densidade de discordâncias inerente à deformação, conforme discutido na seção 2.5.1. Além destes fatores, existe a influência dos átomos de soluto inseridos na matriz, os quais quebram a regularidade da rede cristalina, criando obstáculos para a movimentação de elétrons, elevando, com isto, sua resistência

elétrica. (Kakani SL; Kkakani A, 2004). As figuras 2.26a e 2.26b, ilustram os efeitos de destas variáveis na resistividade elétrica de ligas Cu-Ni.

Figura 2.26 – (a) Efeitos da temperatura, deformação plástica e teor de soluto sobre a resistividade elétrica de um metal e (b) efeito do teor de soluto sobre a resistividade elétrica.



Fonte: Adaptado de Kakani SL e Kakani A, (2004).

2.7 ELEMENTOS DE ESTATÍSTICA

2.7.1 Desvio-Padrão

De acordo com Bhatia (2012) e Spiegel (1994), o desvio-padrão é definido como a raiz quadrada da média dos quadrados dos desvios dos valores individuais (x_i) de sua média (\bar{x}) (para uma amostra) (Equação 2.7). A necessidade de elevar-se ao quadrado as variações visa tornar os valores negativos em positivos. Após calcular-se a média dos quadrados dos desvios, ela pode ser expressa nas unidades originais das amostras efetuando sua raiz quadrada. Denomina-se desvio-padrão devido a fato de que esta medida indica o espalhamento de um grupo de valores ao redor de sua média.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}} \quad (2.7)$$

2.7.2 Variância

A variância (Equação 2.8) de um conjunto de dados (x_i) x_1, x_2, \dots, x_n , é equivalente à razão entre a soma dos quadrados dos desvios das observações e o número de dados disponíveis. Define-se também, como sendo o quadrado do desvio-padrão (Spiegel, 1994).

$$SD^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n} \quad (2.8)$$

2.7.3 Teste F

De acordo com (Walck, 2007), para a análise de variância, o valor de F pode ser calculado de acordo com a Equação (2.9), onde o numerador é referente à variância entre grupos (de um nível) e o denominador é a variância dentro do(s) grupo(s), em n observações de uma variável dependente x_i , com uma média \bar{x} , dividida em c classes de uma variável independente. A média em cada classe é \bar{x}_j , para $j=1,2,\dots,c$. Em cada uma das classes c, há n_j observações. x_{ij} : i-ésima observação na classe j.

$$F = \frac{\frac{\sum_{j=1}^c n_j (\bar{x}_j - \bar{x})^2}{(c - 1)}}{\frac{\sum_{j=1}^c \sum_{i=1}^{n_j} (x_{ji} - \bar{x}_j)^2}{(n - c)}} \quad (2.9)$$

2.7.4 P-Valor

O p-valor é uma medida a qual atende, em um sentido estrito, o resultado de um teste estatístico, indicando se uma hipótese deve ser aceita ou rejeitada. Este valor é uma função da estatística de teste t' ($p(t')$), a qual mede a compatibilidade da amostra com a hipótese nula (H_0), sendo que um pequeno valor de p (abaixo da significância escolhida (α_A)) coloca em dúvida a validade da hipótese nula. Para um valor observado t'_{obs} , da estatística teste, p é a probabilidade de obtenção de um valor $t' \geq t'_{obs}$ sob a hipótese alternativa (Equação 2.10) (Bohm; Zech, 2010):

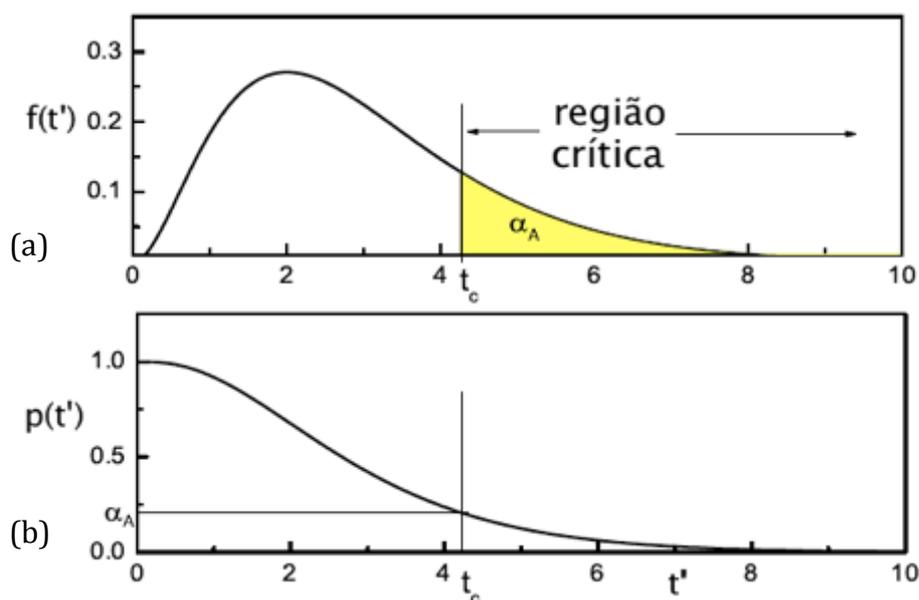
$$p = P\{t' \geq t'_{obs} | H_0\} \quad (2.10)$$

Ainda segundo o autor, para simplificar esta definição assume-se que a estatística t' está confinada a valores entre zero e infinito, com uma região crítica $t' > t'_c$. Sua distribuição, sob H_0 , é $f_0(t')$, logo, obtêm-se a Equação 2.11:

$$p(t') = 1 - \int_0^{t'} f_0(t'') dt'' = 1 - F_0(t') \quad (2.11)$$

Segundo Peternelli e Mello (2011), a região crítica é a faixa de valores do teste que leva à rejeição da hipótese de nulidade (ou seja, se $p < \alpha_A$, rejeita-se H_0). Tal região está ilustrada na Figura 2.27a, a qual é uma função de densidade de probabilidade de um teste sob a região de H_0 , com a região crítica expandindo-se de t'_c até o infinito. a Figura 2.27b é a curva equivalente do p-valor. (Bohm; Zech, 2010).

Figura 2.27 – (a) distribuição de $f(t)$ e (b) p-valores correspondentes



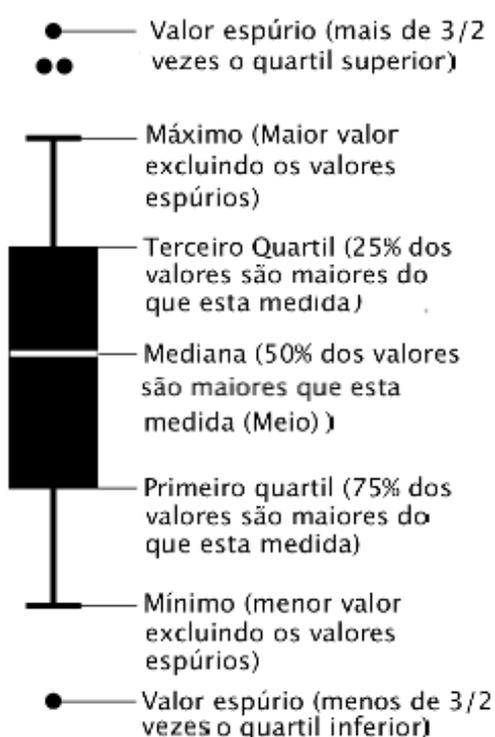
Fonte: Adaptado de Bohm e Zech (2010).

2.7.5 Diagrama de Caixa

Também chamado de diagrama de *box-whisker*, esta é uma ferramenta que apresenta informações importantes sobre posição e variação de uma série de dados, particularmente na ilustração de variação e diferenças entre diferentes grupos. O diagrama de caixa apresenta

graficamente as estatísticas da distribuição. Conforme pode ser observado na Figura 2.28, ele apresenta a mediana, o 25º percentil (ou primeiro quartil, ou quartil inferior), o 75º percentil (ou terceiro quartil, ou quartil superior) e valores os quais estão desviando do restante dos dados. Cinquenta por cento das observações estarão entre o primeiro e terceiro quartil, consistindo na amplitude interquartílica, a qual é a diferença entre o terceiro e o primeiro quartil. O diagrama também identifica os valores extremos, os quais estão a mais de 1,5 vezes a amplitude interquartílica, os quais são considerados valores espúrios (*outliers*). A extensão do diagrama depende da variabilidade dos dados observados (Bhatia, 2012) (Chambers, (1983) *apud* NIS/SEMATEC).

Figura 2.28 – Diagrama de caixa



Fonte: Adaptado de Flowingdata e Statistics Canadá.

2.7.6 Testes de Normalidade

Esta análise testa se a distribuição de dados é oriunda de uma distribuição específica. Tal teste é importante caso o autor deseje utilizar a série de dados em uma análise de variância. Os testes mais comumente encontrados na literatura são os de Anderson-Darling e de Kolmogorov-Smirnov, os quais testam a série de dados para diferentes distribuições. Neste

trabalho utiliza-se o teste de Shapiro-Wilk, teste proposto em 1965 e que é específico para análise de normalidade (Peternelli; Mello, 2012) e (NIS/SEMATEC).

Tal teste calcula a estatística W (Equação 2.12), a qual testa se uma amostra aleatória x_1, x_2, \dots, x_n é oriunda de uma distribuição normal. Baixos valores de W são evidência de distanciamento da normalidade.

$$W = \frac{(\sum_{i=1}^n a_i x_{(i)})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (2.12)$$

Onde $x_{(i)}$ representa os valores das amostras (sendo x_1 o menor valor) e a_i representa uma constante gerada a partir das médias, variâncias e covariâncias de uma amostra de tamanho n .

2.7.7 Análise de Variância (ANOVA)

A análise de variância é um procedimento que permite a identificação e quantificação de variações ocorridas em um experimento, discriminando, portanto, as partes das variações associadas ao modelo pelo qual o experimento foi procedido, da variação que se dá ao acaso (Tabachnik; Fidell, 2001).

A análise de variância de um fator, método empregado no presente estudo, é um caso especial, para um fator de interesse, e uma generalização de um teste de comparação de duas amostras. Tal teste é utilizado para decidir se dois grupos (níveis) de um fator têm a mesma média. A análise de variância para um fator, generaliza estes níveis, onde k , número de níveis é maior ou igual a 2 (Bussab, 1988).

O modelo de análise de variância, para um fator, pode ser representado pela Equação 2.13, onde Y é uma variável resposta no i -ésimo nível, na j -ésima observação, μ é a média geral das observações, α_i é o efeito do i -ésimo nível e E_{ij} é o erro para i -ésimo nível na j -ésima observação (Tabachnik; Fidell, 2001), (Bussab, 1988).

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + E_{ij} \quad (2.13)$$

A ANOVA fornece estimativas para as médias de cada nível (Equação 2.14), Estes valores são previsões do modelo e as diferenças entre a variável resposta e as médias estimadas para os níveis são chamadas de resíduos. (Equação 2.15).

$$\hat{Y}_{ij} = \hat{\mu} + \hat{\alpha}_i \quad (2.14)$$

$$R_{ij} = Y_{ij} - \hat{\mu} - \hat{\alpha}_i \quad (2.15)$$

A análise de variância utiliza uma série de variáveis da estatística descritiva para validar seus resultados, como coeficiente de correlação (R), soma dos quadrados (SQ), média dos quadrados (MQ), teste F (F) e p-valor (p) entre outros valores que podem ser consultados dependendo do objetivo da investigação. De uma forma simplificada, assume-se que existem diferenças significativas entre as médias observadas, quando o p-valor for menor do que a significância (α_A) adotada (como por exemplo, $\alpha_A = 0,05$).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

No desenvolvimento deste estudo foram utilizados diversos materiais e métodos de ensaio, os quais são descritos neste capítulo. A aplicação de métodos de ensaio é inerente à utilização de equipamentos, por isto os detalhes sobre os equipamentos estarão descritos juntamente nas seções de aplicação dos métodos.

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Alumínio e Elementos de Liga

O alumínio, material mais abundante nas ligas metálicas estudadas, solvente dos elementos de liga, foi doado pela empresa ALUBAR METAIS E CABOS S.A., um fabricante de referência no setor de condutores elétricos de alumínio. Os materiais utilizados foram lingotes no nível de pureza comercial (%pAl > 99,6%), os quais são comumente utilizados na fabricação de fios e cabos elétricos pela referida empresa. A Figura 3.1 ilustra os lingotes de alumínio.

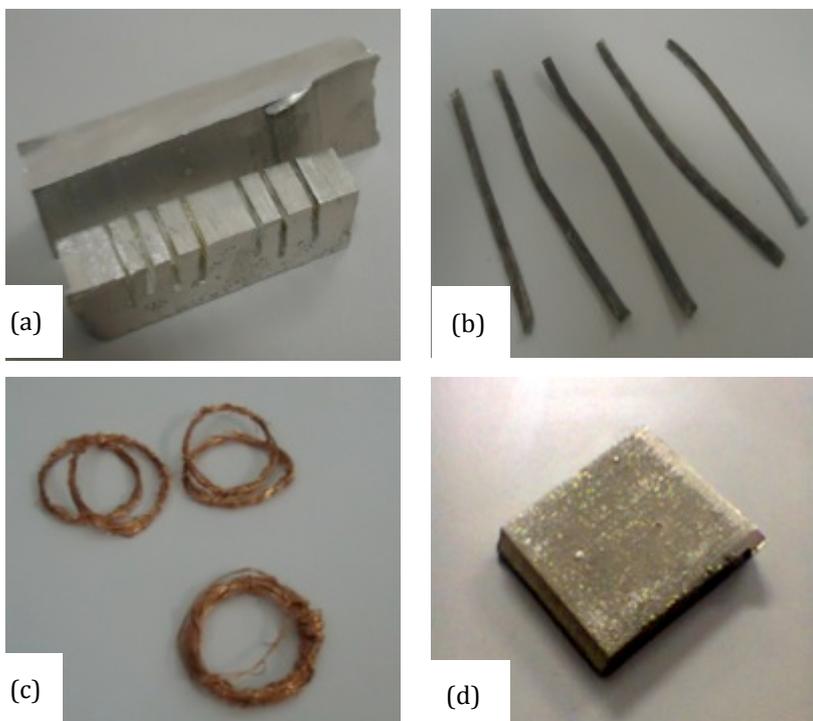
Figura 3.1 – Lingotes de Alumínio adquiridos para o estudo



Fonte: Arquivo Pessoal.

O restante dos materiais utilizados para a obtenção das ligas metálicas foi adquirido pela Universidade Federal do Pará – UFPA, todos eles, Mg, Fe, Cu e Ni, na ordem de pureza comercial. A Figura 3.2 apresenta os materiais adquiridos.

Figura 3.2 – (a) Magnésio, (b) Ferro, (c) Cobre e (d) Níquel



Fonte: Arquivo Pessoal.

3.1.2 Cadinhos

Foram utilizados cadinhos de Carbetto de Silício (SiC) (Figura 3.3) fabricados pela companhia MORGAN MMS, estes foram adquiridos pela Universidade Federal do Pará – UFPA. Os recipientes utilizados são do modelo SALAMANDER SA-6, SA-10 e SA-13. A Tabela 3.1 apresenta as dimensões dos cadinhos. Estes recipientes são componentes específicos para a fundição de ligas metálicas não ferrosas, apresentam alta resistência à abrasão, resistência à oxidação, boa resistência ao choque térmico e a agentes químicos (MORGANN MMS a).

Figura 3.3 – Cadinhos de Carbetto de Silício (SiC)



Fonte: Arquivo Pessoal.

Tabela 3.1 – Dimensões dos cadinhos SALAMANDER

TIPO	Altura total (mm)	Diâmetro superior (mm)	Diâmetro da base (mm)	Alumínio (Kg)	Volume (l)
AS 6	170	140	100	1,9	0,8
AS 8	185	140	100	2,2	0,9
AS 10	200	170	120	3,1	1,3
AS 13	230	170	120	3,8	1,6

Fonte: Morgan MMS b.

3.1.3 Caulim

Material formado a partir de silicatos hidratados de alumínio, apresenta densidade de 2,6 g/cm³, e ponto de fusão de 1800°C. Apresenta como principal constituinte a caulinita (Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O) embora sejam encontrados outros elementos como silício, oxigênio e

hidrogênio em sua matriz. Apesar de sua primeira aplicação industrial ter sido na fabricação de utensílios de porcelana há alguns séculos, apenas a partir de 1920 sua aplicação tornou-se mais variada na indústria, seja na fabricação de papel, plásticos, pesticidas, rações, produtos alimentícios e farmacêuticos, entre outras aplicações (Silva, 2001).

O interesse no caulim vem de suas propriedades de cobertura, quando sua aplicação ocorre como pigmento, e devido à sua baixa condutividade térmica (Da Luz; Damasceno, 1993) que fazem deste material uma opção como revestimento interno dos cadinhos de SiC, quando misturado com H₂O. O Caulim utilizado neste estudo apresenta-se na Figura 3.4.

Figura 3.4 – Caulim

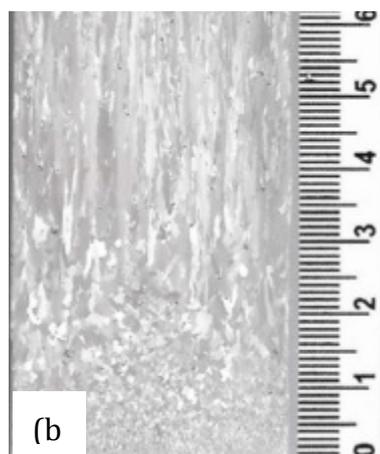


Fonte: Arquivo Pessoal.

3.1.4 Reagentes

Utilizou-se reagentes para revelação das macroestruturas de solidificação. Para a revelação das macrografias, utilizou-se os reagentes de Poulton (2mL HF, 3mL HCl, 20mL HNO₃, 175mL H₂O) e um reagente para ligas Al-Mg obtido a partir do trabalho de Rodrigues (Rodrigues, 2007) (20ml de glicerina, 30 ml HCl, 2ml de solução saturada em água de FeCl₃, 7 gotas de HF e 1ml de HNO₃). O objetivo dos ataques químicos foi o de revelar os grãos metálicos das ligas, para observação qualitativa da variação dos tamanhos dos grãos ao longo do comprimento dos lingotes. A Figura 3.5 apresenta uma macroestrutura revelada por ataque com reagente.

Figura 3.5 – Macrografia atacada com reagentes macroestrutural para Al-Mg



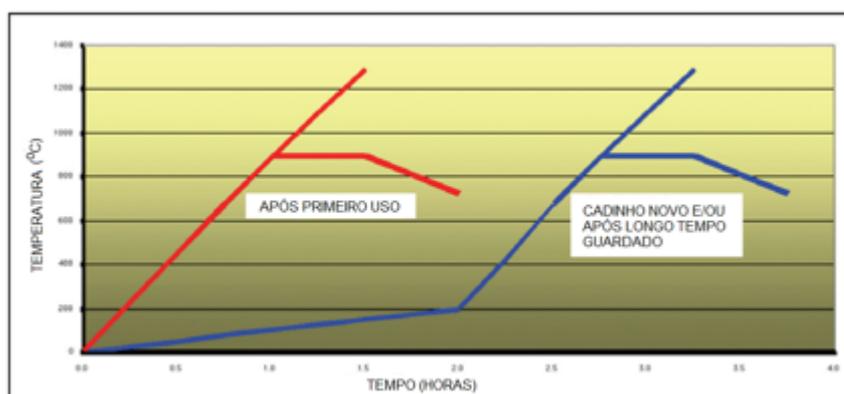
Fonte: Jean Rodrigues (2012).

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Preparação dos Cadinhos

Neste estudo, as ligas foram vazadas em cadinhos de SiC. Estes cadinhos foram preparados de acordo com as especificações de cura oferecidas pelo fabricante. Este procedimento consiste em aquecer o cadinho lentamente durante duas horas da temperatura ambiente até a temperatura de 200°C, esta fase busca eliminar umidade que pode ter sido absorvida da atmosfera. Em seguida, o cadinho deverá ser aquecido até a temperatura de 900°C, temperatura a qual deverá permanecer por trinta minutos, com o objetivo de desenvolver o vidro de proteção, material este que eleva a resistência e durabilidade deste recipiente (MORGANITE BRASIL). A Figura 3.6 apresenta a curva de aquecimento sugerida pelo fabricante.

Figura 3.6 – Curvas de aquecimento

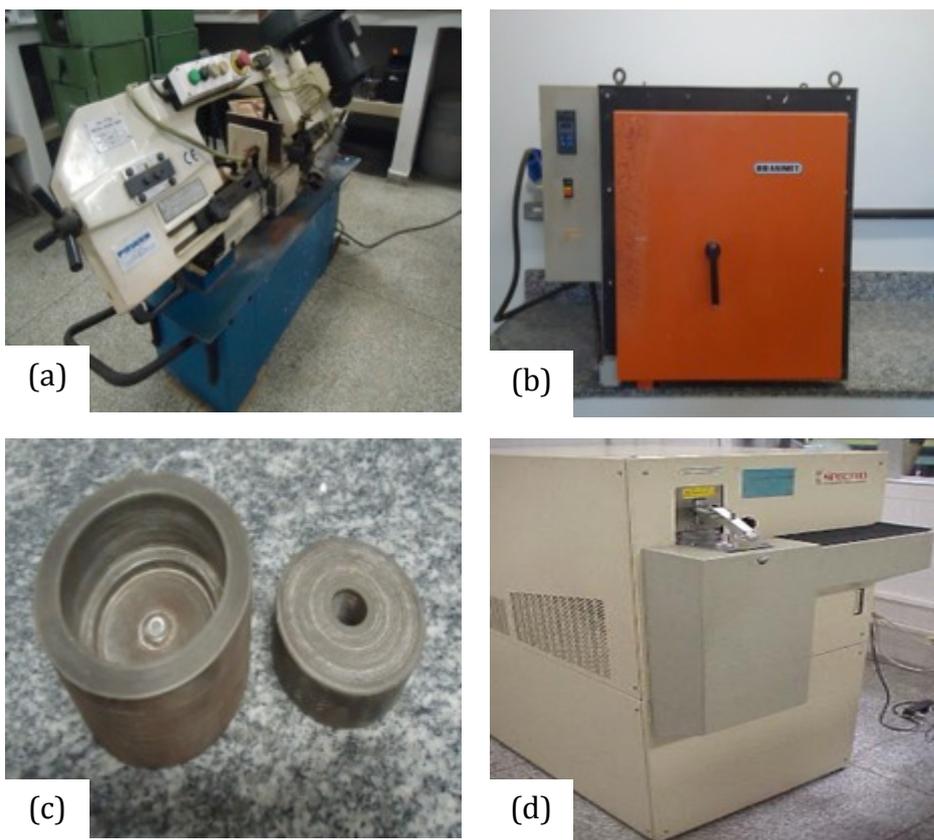


Fonte: Adaptado de Morgan MMS b.

3.2.2 Preparação da Liga Metálica

O primeiro passo na execução deste trabalho foi a preparação do alumínio, o que consistiu em cortar os lingotes em pequenos segmentos com a utilização de uma máquina de serra em fita modelo BS-912B, conforme pode ser visto na Figura 3.7a. Em seguida estes segmentos do lingote foram fundidos em um forno tipo mufla BRASIMET, (ver Figura 3.7b) para que fosse possível retirar pequenas amostras para realizar análises químicas, as quais foram obtidas pelo vazamento do material fundido no sistema apresentado na Figura 3.7c. Estas amostras foram analisadas por intermédio de espectrometria óptica de massa, em um espectrômetro SPECTROLAB de propriedade da empresa ALUBAR METAIS E CABOS S.A. (ver Figura 3.7d) de onde foi possível determinar quais os teores de cada elemento presentes nos lingotes.

Figura 3.7 – Equipamentos laboratoriais: (a) Serra em fita, (b) Forno, (c) Molde e (d) Espectrômetro



Fonte: (a), (b) e (c) Arquivo Pessoal; (d) Santos (2010).

Após esta etapa, foi possível calcular, em percentual de massa, a quantidade de elementos que deveriam ser adicionados para que se atingisse a composição química

desejada. Para este procedimento, foi utilizada uma balança analítica da marca OHAUS, modelo Adventurer (*vide* Figura 3.8), que apresenta uma precisão de 0,01g por medição.

Após os materiais terem sido pesados, o ferro foi submetido a um processo de deformação plástica em um laminador duo elétrico MENAC (*vide* Figura 3.9) para que sua superfície de contato fosse maximizada, o que posteriormente facilitará sua difusão no metal líquido.

Figura 3.8 – Balança analítica OHAUS Adventurer



Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 3.9 – Laminador duo elétrico MENAC



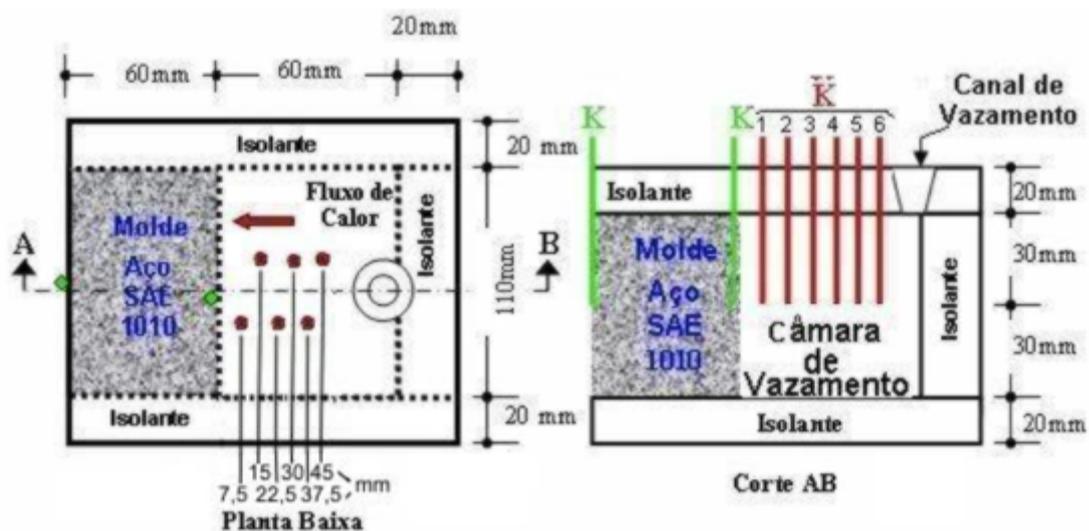
Fonte: Arquivo Pessoal.

3.2.3 Preparação da Câmara de Vazamento.

Neste estudo utilizou-se um sistema de solidificação com extração de calor unidirecional horizontal desenvolvido por Quaresma (1999) conforme pode ser observado nas Figuras 3.10 e 3.11. Este sistema é composto de um molde de aço SAE 1010, com dimensões de 60 x 60 x 110 mm e placas de material refratário com o objetivo de isolar as paredes da câmara de vazamento, a qual tem as mesmas dimensões do molde. Foram posicionados

termopares do tipo K dentro da câmara, para registrar o resfriamento do metal líquido, tais termopares encontram-se posicionados nas distâncias de 7,5; 15,0; 22,5; 30,0; 37,5 e 45,0mm da interface metal/molde, conforme demonstrado na Figura 3.10.

Figura 3.10 – Sistema de solidificação unidirecional horizontal



Fonte: Adaptado de Quaresma (1999).

Ainda, no molde de aço e na interface molde/ambiente, posicionaram-se dois termopares tipo J, com o objetivo de registrar a passagem de calor pela fonte extratora (*vide* Figura 3.10). Todos os termopares posicionados na câmara de vazamento localizam-se à mesma altura relativa, de 30mm, para evitar distorções no registro de dados.

Figura 3.11- Sistema montado na câmara de vazamento



Fonte: Arquivo Pessoal.

3.2.4 Vazamento das Ligas

Após todos os materiais terem sido preparados, o cadinho selecionado para o vazamento foi aquecido no forno até a temperatura de 400°C, de onde foi retirado e pintado com caulim, este procedimento teve como objetivo minimizar aderência de material ao cadinho. Em seguida, foram introduzidos no cadinho os elementos alumínio, cobre e ferro e em seguida, o cadinho retornou ao forno, o qual foi programado para atingir uma temperatura de 850°C, temperatura a qual fundirá os elementos. Ao alcançar esta temperatura, ela será mantida por uma hora e trinta minutos. Após a constatação da fundição total dos elementos, o cadinho foi retirado do forno e posicionado sobre uma base de material refratário (Figura 3.12), a qual evitará choques térmicos do recipiente com o piso do laboratório, posteriormente o metal líquido foi, então, homogeneizado com espátula metálica pintada com caulim.

Figura 3.12 –Cadinho com material fundido sobre base refratária



Fonte: Arquivo Pessoal.

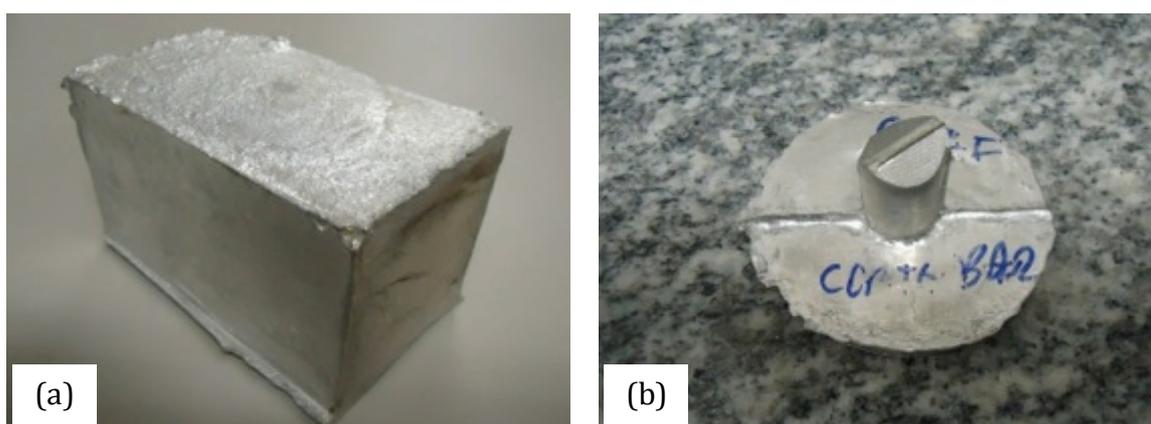
Posicionou-se, então, uma tampa de material refratário sobre o cadinho para minimizar perdas térmicas e foi inserido o argônio à solução com o objetivo de capturar o hidrogênio, conforme discutido na seção 2.1.1.4, a uma vazão de 0,2 l/s durante 40 segundos, conforme descrito em trabalhos anteriores (Fernandez, 2011; Ventura, 2009) (Figura 3.13). O passo seguinte foi o vazamento da liga metálica (com um superaquecimento de 10%) no molde para análise química (conforme Figura 3.7c) e nas câmaras de vazamento com os moldes unidirecionais (Figura 3.11). Após o resfriamento pôde-se obter os lingotes da liga de alumínio (Figura 3.14a) e a peça para análise química (Figura 3.14b).

Figura 3.13 – Desgaseificação do metal líquido



Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 3.14 – (a) Lingote fundido durante o experimento e (b) peça para análise química



Fonte: Arquivo Pessoal.

3.2.5 Preparação dos Corpos de Prova

O passo seguinte consistiu em definir quais planos no lingote deveriam ser utilizados, para tal, utilizou-se uma lógica semelhante ao adotado por outros autores (Fernandez, 2011; Ventura, 2009). A Figura 3.15 mostra o esquemático dos planos de corte.

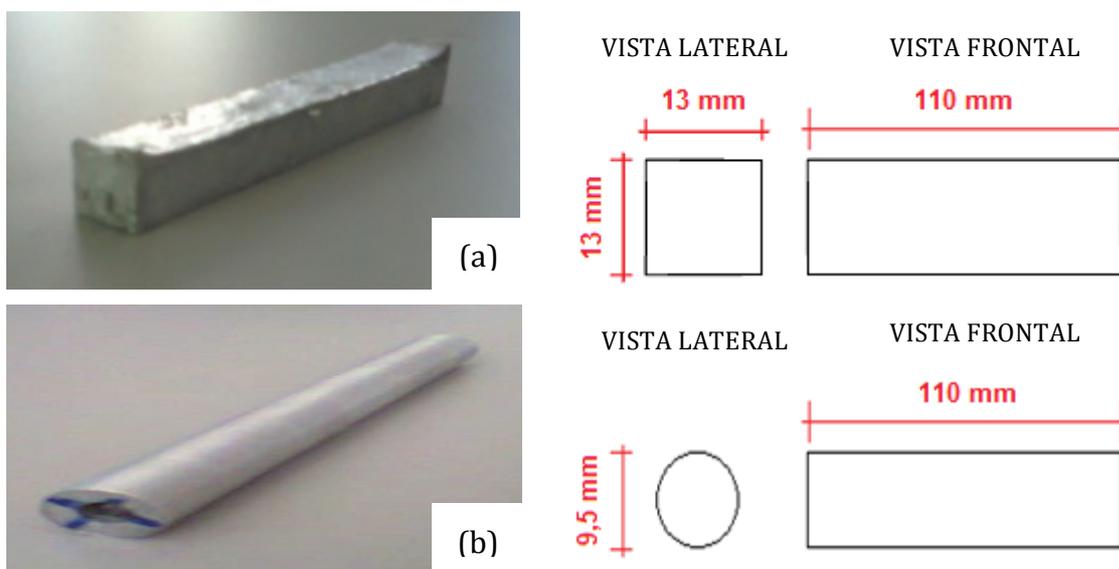
Após a definição das seções a serem analisadas, realizou-se os cortes dos lingotes em uma máquina de serra de fita apresentada na seção 3.2.2. As amostras destinadas a ensaios elétricos e ensaios de tração ainda passaram por uma etapa de usinagem, com o objetivo de transformar o prisma obtido após o corte (de dimensões de 13x13x110mm) em um corpo de prova cilíndrico com diâmetro externo de 9,5mm conforme observa-se na Figura 3.16.

Figura 3.15 – Marcação dos corpos de prova para corte



Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 3.16 – (a) Prisma obtido após corte e (b) Cilindro obtido após usinagem



Fonte: Arquivo Pessoal.

3.2.6 Laminação

Os laminadores duo elétricos MENAC do Laboratório de Fundição da UFPA (Figura 3.9) contém diferentes canais de laminação, de forma a fabricar um produto com seção circular, geometria esta que está entre as adotadas pelos fabricantes de condutores elétricos. Os diâmetros nominais dos canais adotados para fabricação dos fios encontram-se nas tabelas 3.2 e 3.3. Este equipamento foi utilizado com o objetivo de conferir deformação plástica aos

corpos de prova para que se pudesse estudar o efeito dos diferentes graus de deformação sobre a microestrutura do material.

Tabela 3.2 – Etapas de laminação para fabricação do fio 3,8mm

	Redução 1	Redução 2	Redução 3	Redução 4	Redução 5	Redução Total
Diâmetro de entrada (mm)	9,5	7,6	6,3	5,2	4,4	9,5
Diâmetro de saída (mm)	7,6	6,3	5,2	4,4	3,8	3,8
Deformação (%)	20%	17%	17%	15%	14%	60%

Fonte: Arquivo Pessoal.

Tabela 3.3 – Etapas de laminação para fabricação do fio 3,0mm

	Redução 1	Redução 2	Redução 3	Redução 4	Redução 5	Redução 6	Redução Total
Diâmetro de entrada (mm)	9,5	7,6	6,3	5,2	4,4	3,8	9,5
Diâmetro de saída (mm)	7,6	6,3	5,2	4,4	3,8	3,0	3,0
Deformação (%)	20%	17%	17%	15%	14%	21%	68%

Fonte: Arquivo Pessoal.

3.2.7 Caracterização Elétrica

As amostras laminadas foram testadas eletricamente em um microohmímetro MegaBras 2000-e conforme a Figura 3.17, pelo método de ponte de Kelvin. O ensaio foi executado em concordância com os procedimentos descritos pelos padrões normativos disponíveis na literatura (NBR 6814, NBR 5118, ASTM B193). O ensaio consistiu em separar um segmento de fio laminado e posicioná-lo entre as garras do microohmímetro, respeitando a distância mínima entre garras para ensaio de 300mm. Mediu-se sua resistência elétrica e a temperatura do ambiente, após este procedimento, a resistência foi corrigida para a temperatura de 20°C (Equação 3.1) e com este valor calculou-se sua resistividade elétrica (Equação 3.2).

Figura 3.17 – Microohmímetro para ensaios elétricos



Fonte: Arquivo Pessoal.

$$R_{20} = R_t \left(\frac{1}{1 + \alpha(T - 20)} \right) \quad (3.1)$$

Onde:

R_{20} : Resistência elétrica a 20°C (em Ω);

R_t : Resistência elétrica medida à uma temperatura t (em Ω);

α_e : Coeficiente de variação da resistência com a temperatura;

T : Temperatura a qual foi realizada a medição (em °C).

$$\rho = \left(\frac{A_S}{l} \right) R_{el} \quad (3.2)$$

Onde:

ρ : Resistividade elétrica (em $\Omega\text{mm}^2/\text{m}$);

A_S : Área do condutor (em mm^2);

l : Comprimento de medição (em m);

R_{el} : resistência elétrica (em Ω).

Após terem sido executados os cálculos, converteu-se os valores de resistividade em condutividade elétrica, medida expressa em %IACS (*International Annealed Copper Standard*), que mede a condutividade de qualquer material metálico em função da

condutividade do cobre (100 %IACS). Para tal, basta efetuar a razão entre as resistividades do cobre e a do material estudado, como na equação 3.3:

$$\varphi = \frac{\rho_{Cu}}{\rho_{Al}} \quad (3.3)$$

Onde:

φ : Condutividade elétrica (em %IACS);
 ρ_{Cu} : Resistividade do cobre (em $\Omega/\text{mm}^2/\text{m}$);
 ρ_{Al} : Resistividade do alumínio (em $\Omega/\text{mm}^2/\text{m}$).

3.2.8 Caracterização Mecânica

3.2.8.1 Ensaios de Tração

Após os ensaios elétricos, preparou-se os corpos de prova nas dimensões especificadas pelo padrão normativo NBR 6810 e NBR ISO 6892. Respeitando as distâncias entre garras e os comprimentos dentro das garras. O equipamento utilizado para os ensaios de tração foi uma máquina de ensaios universal KRATOS KLC1, mostrada na Figura 3.18. As amostras foram posicionadas no equipamento e tiveram os ensaios de tração realizados com aplicação de carga uniaxial até a fratura da amostra. Para cada média apresentada neste estudo foram realizados três ensaios válidos. Os resultados obtidos destes ensaios são os Limites de Resistência à Tração (LRT) expressos em MPa.

Figura 3.18 – Máquina de ensaios universal



Fonte: Arquivo Pessoal.

3.2.8.2 Ensaaios de Microdureza (HV)

Os ensaios de microdureza foram realizados em um equipamento HV-1000B conforme a Figura 3.19, utilizou-se amostras paralelas à direção extratora de calor nas mesmas posições que os termopares, utilizando cargas de teste de 0,98N e um indentador piramidal de base regular com 136° de vértice, para determinação da Microdureza Vickers do material.

Figura 3.19 HV-1000B para ensaios de microdureza



Fonte: Arquivo Pessoal.

Os procedimentos utilizados para estes ensaios estão em concordância com o padrão normativo ASTM E384. Para o cálculo das médias de cada distância relativa à interface metal/molde, utilizou-se, para as amostras sem tratamento térmico, 15 medições e para as amostras tratadas termicamente, 30 medições. Cada medição foi realizada por observação em aumentos de 100 a 400X. As dimensões das marcações horizontais e verticais foram inseridas no computador do equipamento, que calculou a dureza pela fórmula descrita na Equação 3.4:

$$HV = \frac{2 \times 10^3 F_{ap} \operatorname{sen} \frac{\hat{\alpha}}{2}}{d_i^2} = 1.8544 \frac{F}{d_i^2} \quad (3.4)$$

Onde:

a: Ângulo da pirâmide (136°);

F_{ap} : Carga aplicada durante o teste (gf);

d_i : Comprimento da diagonal da indentação (μm);

3.2.9 Tratamento Térmico

Tal procedimento foi efetuado somente nas amostras oriundas da liga de Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi, na posição de 7,5mm da interface metal/molde. Tais amostras foram seccionadas dos lingotes longitudinalmente em relação ao fluxo de extração de calor e inseridas em um forno da marca EDG FC-1 (Figura 3.20a). Inicialmente, solubilizou-se as amostras a uma temperatura de 610°C , tal temperatura encontra-se acima da linha *solvus* e abaixo da temperatura eutética da liga metálica. As amostras foram submetidas a esta temperatura por 12 horas, para eliminação de partículas de segunda fase oriundas do Ni. Ao serem retiradas do forno, as amostras sofreram resfriamento rápido (também conhecido como *quenching*) em um tanque com volume de $0,132\text{ m}^3$ (Figura 3.20b) com água à temperatura ambiente. Em seguida, as amostras foram tratadas termicamente por uma hora a temperaturas de 230°C , 280°C e 390°C .

Figura 3.20 – (a) Forno para tratamento térmico e (b) tanque de resfriamento



Fonte: Arquivo Pessoal.

A primeira das temperaturas de tratamento, é oriunda de uma especificação técnica da Companhia Paranaense de Energia Elétrica – COPEL (Prazeres, 2006). A segunda temperatura, é especificada pela norma ASTM B941, utilizada como padrão normativo para ensaios de tração em fios de liga Al-Zr para aplicações elétricas. Finalmente, a temperatura de 390°C, foi especificada por este estudo, objetivando a análise do comportamento da resistência do material em um nível de tratamento mais elevado. Houve, também, tratamentos térmicos efetuados por quatro e oito horas na temperatura de 390°C. Tais tempos de tratamento foram utilizados com o objetivo de verificar o comportamento térmico da liga à exposições prolongadas. Ao término dos tratamentos térmicos, as amostras foram posicionadas sobre placas de material refratário e resfriadas à temperatura ambiente com ar parado.

3.2.10 Preparação das amostras para microscopia eletrônica e ensaios de dureza.

As amostras as quais passaram por microscopia eletrônica e/ou ensaios de microdureza foram embutidas a frio com a utilização de resina. Em seguida, utilizou-se lixamento abrasivo nas gramaturas de 80, 100, 120, 180, 220, 320, 400, 600, 1200 e 1500. Durante o lixamento as amostras foram refrigeradas em água corrente. Em seguida, realizou-se o polimento das mesmas com a utilização de um feltro, com a adição de alumina e sabão neutro. As amostras destinadas à análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) passaram por um processo de metalização com Au, com o objetivo de reduzir distorções nos sinais de elétrons retro-espalhados (ERE) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS), provocadas pela resina, devido à sua baixa condutividade elétrica. A Figura 3.21 apresenta as amostras prontas para entrada no MEV.

Figura 3.21 – Amostras de Al embutidas e metalizadas



4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE QUÍMICA

Os resultados desta etapa referem-se à composição química dos lingotes e das ligas de alumínio fabricadas. A Tabela 4.1 apresenta a composição em percentual de peso dos lingotes utilizados neste estudo.

Estes resultados demonstraram que o material poderia ser utilizado para a fabricação das ligas metálicas. O único elemento presente em quantidade suficiente para poder influenciar no comportamento da liga é justamente um dos elementos ligantes a serem utilizados, no caso o Fe.

Tabela 4.1 – Composição química dos lingotes utilizados

Nº	Elementos (em % de peso)									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Ti	Na	Al
C1	0,0603	0,1809	0,0002	0,0017	0,0014	0,008	0,006	0,0086	0,0018	99,71
AK	0,0588	0,2172	0,0009	0,0022	0,0014	0,0146	0,0068	0,0040	0,0008	99,64
AH	0,0570	0,1746	0,0006	0,0016	0,0015	0,0061	0,0065	0,0048	0,0014	99,74
AM	0,0628	0,1977	0,0006	0,0017	0,0012	0,0074	0,0066	0,0033	0,0010	99,71

Fonte: Arquivo Pessoal.

Após a fundição das ligas, obtiveram-se os resultados das composições químicas dos materiais produzidos, conforme apresentado na Tabela 4.2, o que indica-nos que todos os procedimentos de cálculo estequiométrico efetuaram-se de forma correta e as composições químicas obtidas estão de acordo com o escopo deste trabalho.

Tabela 4.2 – Composições químicas dos lingotes produzidos

Nº	Elementos (em % de peso)									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Ti	Na	Al
L1	0,0570	0,1746	0,0006	0,0016	0,0015	0,0061	0,0065	0,0048	0,0014	99,74
L2	0,0647	0,2392	0,0542	0,0025	0,4653	0,0036	0,0057	0,0004	0,0007	99,16
L3	0,0568	0,2764	0,0534	0,0039	0,5976	0,0110	0,0059	0,0015	0,0001	98,94
L4	0,0661	0,2434	0,0522	0,0017	0,8097	0,0037	0,0106	0,0006	0,0005	98,84
L5	0,0640	0,2833	0,0555	0,0023	0,6312	0,0050	0,0322	0,0008	0,0003	98,87

Fonte: Arquivo Pessoal.

Nos estudos aqui realizados, os teores de Fe (para as ligas) foram admitidos em um intervalo de [0,24%p-0,28%p], ou seja, com uma média nominal em torno de 0,26%, com variação de 0,02%p para mais e para menos. Logo, os teores de Fe para as ligas serão referidos durante o texto como sendo 0,26%pFe.

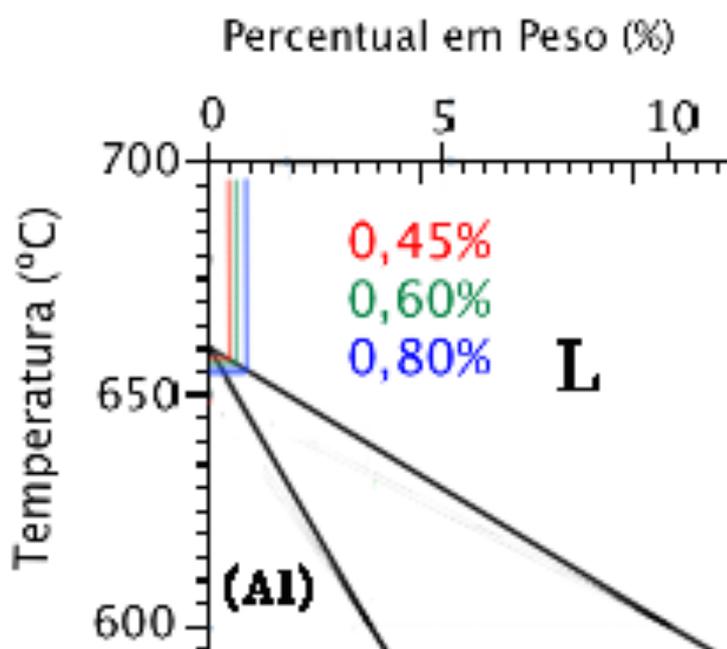
Sobre as composições químicas presentes na Tabela 4.2, L1 refere-se ao Alumínio de pureza comercial (também denominado Alumínio Eletro-condutor, Al-EC). L2 diz respeito à liga Al-0,45%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu. L3, a liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu, L4 a liga Al-0,80%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu. A composição química de L5 é referente à liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi.

4.2 ANÁLISE TÉRMICA

4.2.1 Velocidades de Solidificação

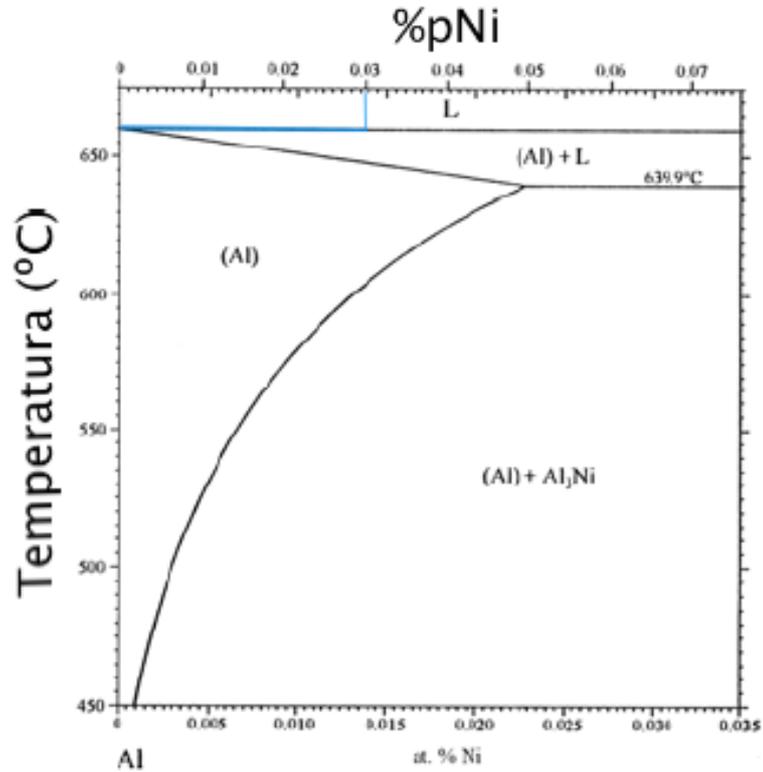
O primeiro passo na determinação das velocidades de solidificação, consiste na obtenção das temperaturas de início de solidificação. Antes de serem realizados os vazamentos, as temperaturas *liquidus* das ligas e do Al-EC foram estimadas em seus respectivos diagramas de fase, conforme pode ser observado nas figuras 4.1 (para as ligas com Mg) e 4.2 (para a liga com Ni), tais valores encontram-se na Tabela 4.3. O procedimento seguinte foi a obtenção experimental destas temperaturas.

Figura 4.1 – Determinação das T_L das ligas com Mg no diagrama de fases Al-Mg



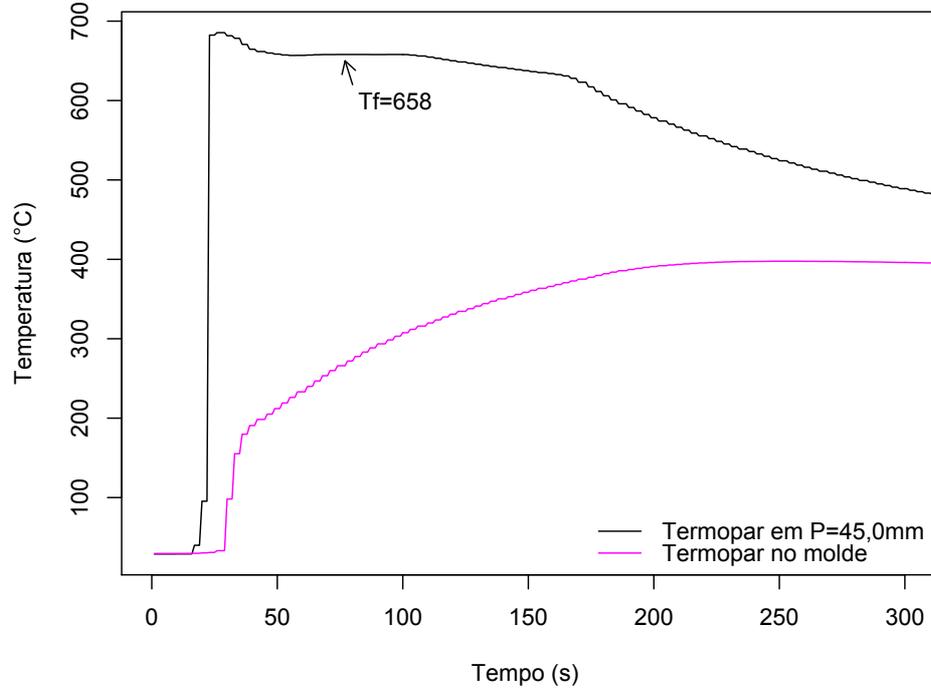
Fonte: Adaptado de ASM International (1992).

Figura 4.2 – Determinação da T_L da liga com Ni no diagrama de fases Al-Ni



Fonte: Adaptado de Okamoto (2002) apud Batalu, Georgeta e Angel (2006).

Figura 4.3 - Determinação experimental da temperatura de fusão do Al-EC



Fonte: Arquivo Pessoal.

Analisando as curvas de resfriamento dos vazamentos no ponto de 45,0 mm relativo à distância da interface metal/molde, conforme mostra a Figura 4.3, para o Al-EC, pôde-se determinar experimentalmente sua temperatura de fusão. Para cada liga metálica estudada este procedimento foi efetuado e os resultados mostraram-se próximos ao descrito pelos diagramas de fase das ligas. Tal método também foi adotado por Fernandez (2011). Repetindo-se o mesmo procedimento para todas as ligas produzidas, pôde-se obter os valores experimentais apresentados na Tabela 4.3, de onde observa-se um decréscimo da temperatura *liquidus* conforme o aumento do teor de Mg. este comportamento também pode ser observado para tais teores no diagrama de fases do binário Al-Mg (ver Figura 2.6).

Tabela 4.3 – Temperaturas *liquidus* para as ligas estudadas e T_f do Al-EC

Liga	Temperatura estimada no diagramas de fases (°C)	Temperatura obtida experimentalmente (°C)
Al-EC	660	658,0
Al-0,45%pMg	657	655,2
Al-0,60%pMg	656	653,8
Al-0,80%pMg	654	650,1
Al-0,60%pMg-0,03%pNi	658	655,1

Fonte: Arquivo Pessoal.

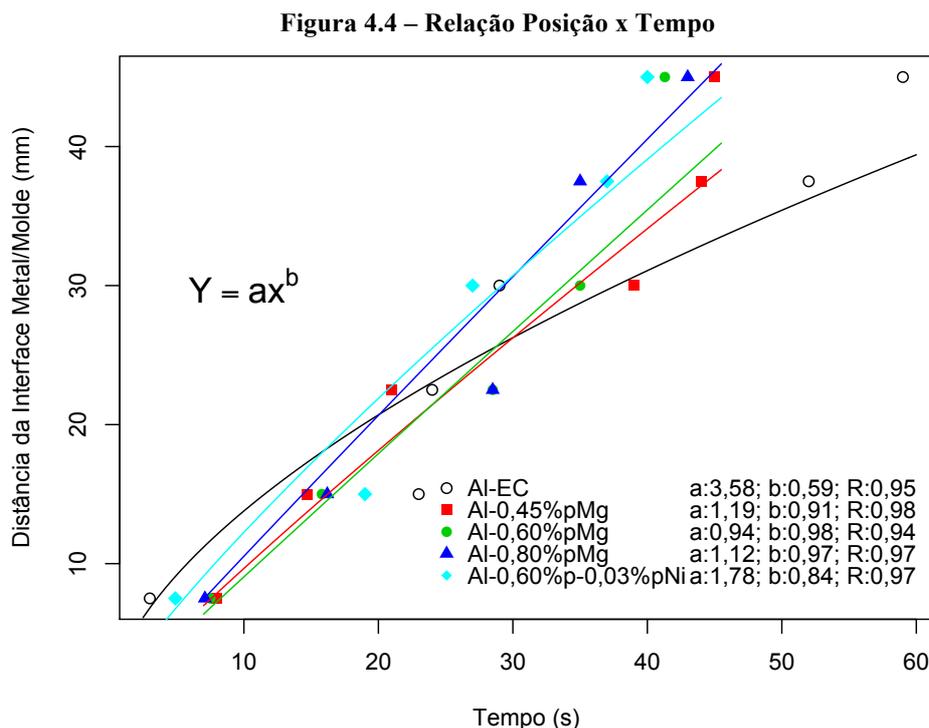
Uma vez encontrada a temperatura de início de solidificação do material, determina-se para todos os termopares posicionados na câmara de vazamento, o momento o qual a isoterma *liquidus* passa por eles. A Tabela 4.4 apresenta estes tempos de passagem.

Tabela 4.4 – Tempos de passagem da isoterma *liquidus* para cada posição

Distância da interface Metal/Molde(mm)	Al-EC	Al-0,45%pMg	Al-0,60%pMg	Al-0,80%pMg	Al-0,60%pMg-0,03%pNi
7,5	3,0	8,0	7,5	7,1	4,9
15,0	23,0	14,7	15,8	16,2	19,0
22,5	24,0	21,0	28,5	28,4	-
30,0	29,0	39,0	35,0	-	27,0
37,5	52,0	44,0	-	35,0	37,0
45,0	59,0	45,0	41,3	43,0	40,0

Fonte: Arquivo Pessoal.

Estes resultados são apresentados graficamente na Figura 4.4, de onde, a partir da utilização de um modelo de regressão não-linear do tipo potência, são obtidas equações do tipo Posição (ou Distância da Interface Metal/Molde) x Tempo. Tais equações, quando diferenciadas (ver seção 2.4.4.1) permitem obter experimentalmente a equação da Velocidade de Solidificação em função do tempo. Esta mesma equação, após manipulação algébrica, pode ser expressa em função da Posição, conforme pode ser observado nas figuras 4.5a e 4.5b, respectivamente.

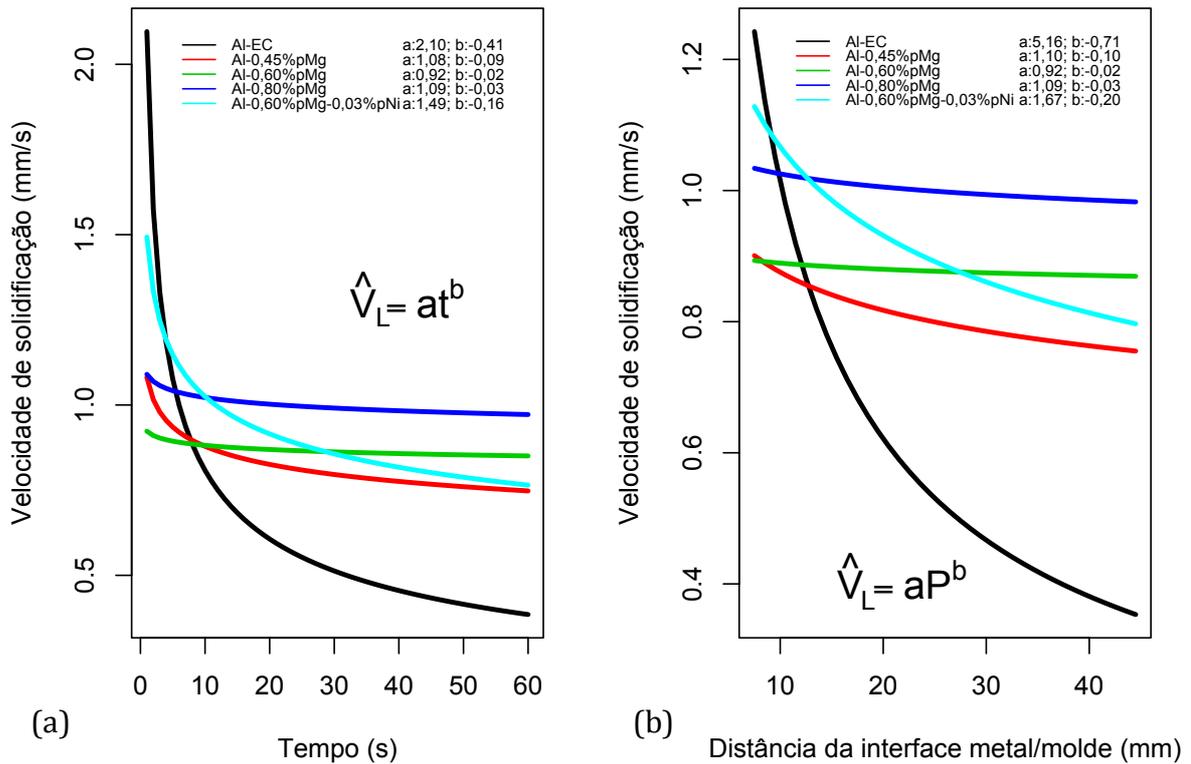


Fonte: Arquivo Pessoal.

Ao observar as velocidades de solidificação, nota-se que para os pontos mais próximos da fonte extratora de calor, os valores são mais elevados e que vão diminuindo à medida que se distancia da interface metal/molde e à medida que o tempo decorre, pois com o processo de solidificação em andamento, a fonte extratora de calor começa a perder eficiência e a parte solidificada na câmara de vazamento atua como uma camada crescente que diminui, cada vez mais, a eficiência da troca de calor, atuando como uma barreira (Rodrigues, 2007).

Observa-se que o perfil de velocidade do Al-EC caracteriza-se por uma troca de calor muito intensa nos instantes iniciais da solidificação, contudo, a rapidez destes instantes iniciais faz com que o processo perca eficiência muito rapidamente. Ao adicionar-se Mg à liga, percebe-se que o perfil de solidificação muda consideravelmente. Evidencia-se que existe uma tendência de aumento de fluidez da liga, conforme descrito por Verran et al. (2004), o que traduz-se em maiores velocidades, após os instantes iniciais, para os maiores teores de Mg. Ao adicionar-se Ni à liga, contudo, percebe-se uma melhora na afinidade metal/molde, devido ao aumento significativo das velocidades de solidificação nos instantes iniciais. Comparando esta liga com a de 0,60%pMg, percebe-se que nos instantes finais da solidificação, há uma baixa redução na fluidez do material.

Figura 4.5 – Velocidades de Solidificação em função de: (a) Tempo e (b) Posição



Fonte: Arquivo Pessoal.

4.2.2 Taxas de Resfriamento

As taxas de resfriamento foram determinadas baseando-se em um método descrito por Okamoto e Kishitake (1975) (seção 2.4.4.2). Os resultados destes cálculos estão apresentados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 – Taxas de resfriamento para as ligas estudadas

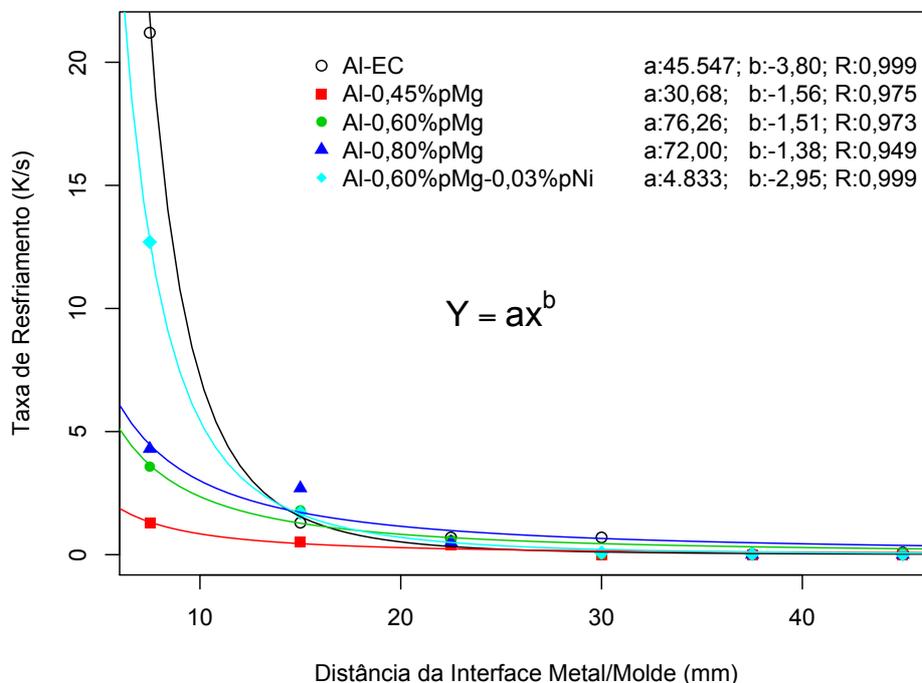
Distância da interface Metal/Molde(mm)	Taxas de resfriamento para cada liga e ponto estudado (K/s)				
	Al-EC	Al-0,45%pMg	Al-0,60%pMg	Al-0,80%pMg	Al-0,60%pMg-0,03%pNi
7,5	21,2	1,3	3,575	4,3	12,7
15,0	1,3	0,5	1,8	2,7	1,7
22,5	0,7	0,4	0,6	0,5	-
30,0	0,7	0,0071	0,0235	-	0,08
37,5	0,0233	0,0042	-	0,0032	0,0184
45,0	0,0904	0,0016	0,0033	0,0014	0,0071

Fonte: Arquivo Pessoal.

Analogamente ao observado nas velocidades de solidificação, nos pontos mais próximos da fonte extratora de calor, observa-se taxas de resfriamento maiores, que vão diminuindo ao longo do comprimento do lingote. Esta tendência é apresentada na Figura 4.6, onde também percebe-se claramente que as ligas com adições de Mg apresentam o mesmo

perfil de resfriamento, enquanto que o Al-EC apresenta maiores taxas para a posição inicial na solidificação.

Figura 4.6 – Taxas de Resfriamento para as ligas estudadas



Fonte: Arquivo Pessoal.

Em adição, os modelos de regressão que melhor expressam as séries de dados são não-lineares do tipo potência. A Figura 4.6 apresenta seus coeficientes de correlação (R) indicando boa aderência dos modelos aos dados experimentais, uma vez que o valor máximo para o R seria um (1), indicando total correlação positiva, zero indicaria ausência de correlação e menos um (-1) indicaria correlação negativa.

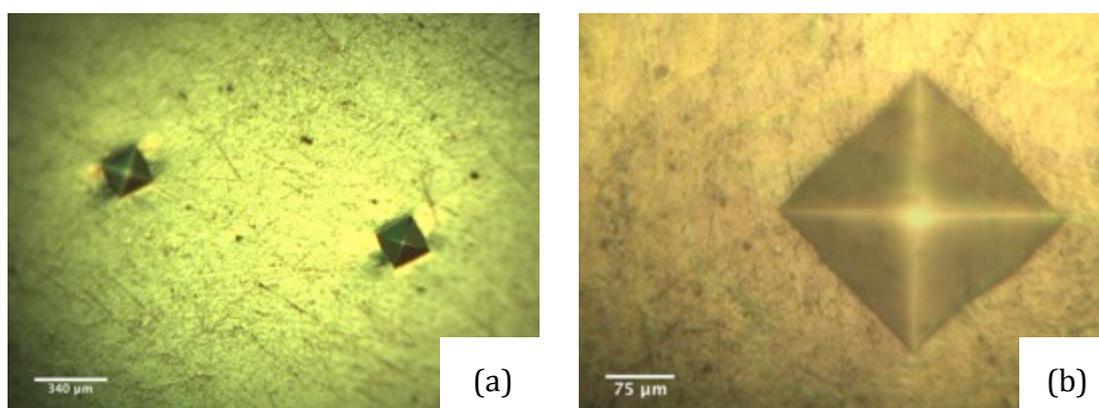
4.3 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

4.3.1 Ensaio de Microdureza Vickers

Esta seção aborda os resultados dos ensaios de Microdureza Vickers realizados para os materiais estudados, obteve-se médias para sete diferentes posições relativas à interface metal/molde (7,5; 15,0; 22,5; 30,0; 37,5; 45 e 52,5) para todas as ligas estudadas. Para a liga com adição de 0,03%p Ni, a qual foi tratada termicamente em diferentes temperaturas (230°C, 280°C e 390°C) e intervalos de tempo (1h, 4h e 8h) estudou-se somente a posição de 7,5mm.

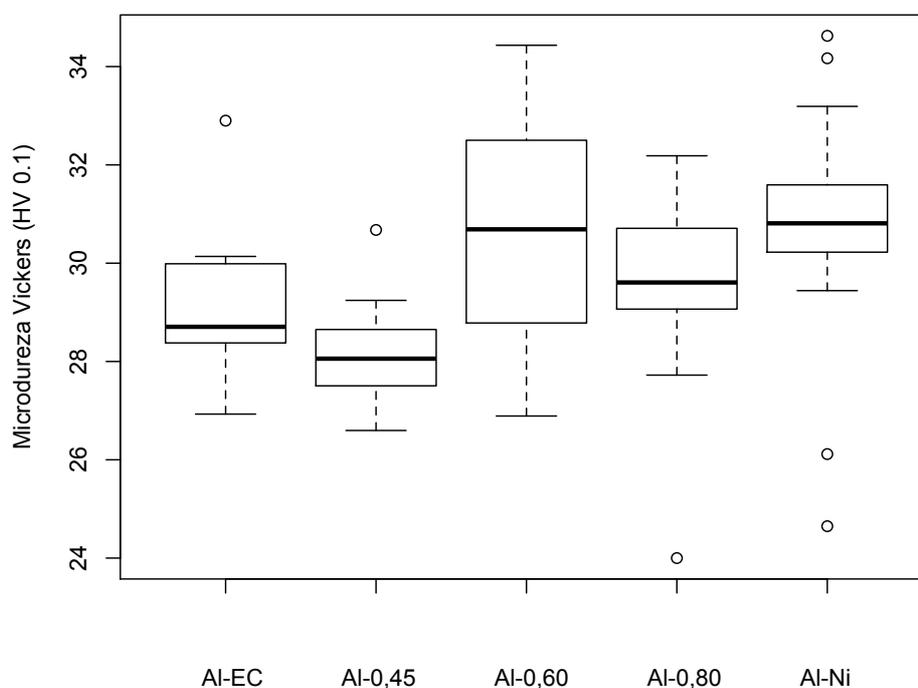
A Figura 4.7 apresenta duas micrografias geradas em microscópio óptico, dos ensaios de dureza. Inicialmente, as medições realizadas foram analisadas com a utilização de um diagrama de caixa (Figura 4.8), com o objetivo de identificar valores espúrios, com variação alta o suficiente para posicionar o resultado fora dos limites superior ou inferior do diagrama. Tal diagrama é apresentado com os resultados das medições das ligas estudadas na posição de 7,5mm da interface metal/molde.

Figura 4.7 – Ensaio de microdureza: (a) Intervalo entre ensaios (100x) e (b) detalhe de uma indentação (400x)



Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 4.8 - Resultados dos ensaios de dureza para a posição de 7,5mm da interface metal/molde para as ligas estudadas



Fonte: Arquivo Pessoal.

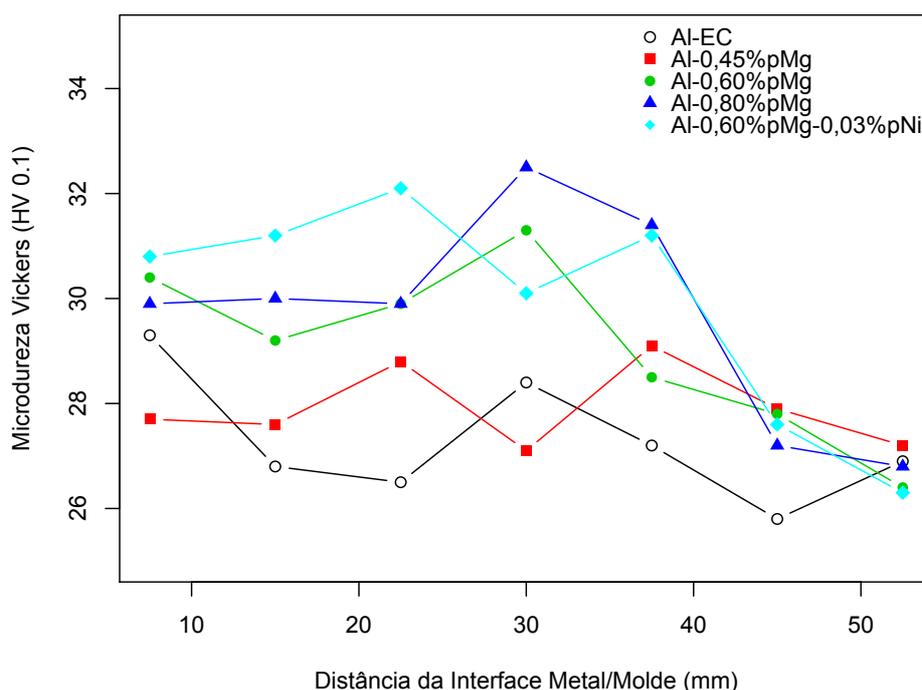
Em seguida, separou-se os resultados válidos do comportamento da dureza dos materiais estudados em relação às distâncias relativas à interface metal/molde, cujos resultados estão apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Ensaios de microdureza Vickers (HV 0.1) em relação às posições

Liga	Média/Desvio-Padrão	Posição relativa à interface metal/molde (mm)						
		7,5	15,0	22,5	30,0	37,5	45,0	52,5
Al-EC	Média	29,3	26,8	26,5	28,4	27,2	25,8	26,9
	Desvio-Padrão	0,97	2,03	2,60	1,91	2,08	2,13	1,28
Al-0,45%pMg	Média	27,8	27,6	28,8	27,1	29,1	27,9	27,2
	Desvio-Padrão	1,47	2,29	3,15	2,40	2,81	3,43	2,12
Al-0,60%pMg	Média	30,4	29,2	29,9	31,3	28,5	27,8	26,4
	Desvio-Padrão	1,84	1,13	2,05	3,14	3,00	2,10	1,93
Al-0,80%pMg	Média	29,9	30,0	29,9	32,5	31,4	27,2	26,8
	Desvio-Padrão	1,37	2,26	1,94	3,33	3,20	1,34	1,50
Al-0,60%pMg-0,03%pNi	Média	30,8	30,3	30,4	31,7	30,5	27,6	26,3
	Desvio-Padrão	0,80	2,07	1,79	3,19	2,35	1,92	1,73

Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 4.9 - Microdureza Vickers dos materiais estudados ao longo das distâncias relativas à interface metal/molde



Fonte: Arquivo Pessoal.

Não foi possível obter bons coeficientes de correlação para modelos de regressão ajustados à evolução das séries de dados. Conforme pode ser observado na Figura 4.9, contudo, observa-se um comportamento característico para os materiais. Em relação ao teor de soluto, aparentemente as ligas mais diluídas apresentam menor dureza, enquanto que a influência da distância da interface metal/molde mostra-nos que, dado um material, para as três primeiras posições (7,5; 15,0 e 22,5 milímetros de distância) não observou-se grandes

variações de dureza, com exceção do Al-EC enquanto que, em geral, para a quarta posição, observa-se um aumento expressivo na dureza do material, a qual decresce nas posições subsequentes.

4.3.1.1 Ensaio de Dureza para a Liga Tratada Termicamente

Esta seção apresenta os resultados dos ensaios de microdureza realizados na posição de 7,5mm da interface metal/molde para a liga Al-0,60%pMg-0,28%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi tratada termicamente. A Tabela 4.7, apresenta as condições de envelhecimento as quais a liga foi submetida para realização dos ensaios. A Figura 4.10 apresenta um diagrama de *caixa* para os dados medidos para estas condições, onde os valores espúrios foram identificados e eliminados, além disto, fica evidente o comportamento da distribuição de dados, mostrando uma maior média para as amostras medidas na quarta hora de tratamento a 390°C. A Tabela 4.8 apresenta os resultados das microdurezas das amostras ensaiadas nas três diferentes temperaturas (230°C, 280°C e 390°C), além de apresentar também os resultados da amostra sem tratamento térmico (apenas solubilizada por 610°C e resfriada rapidamente). A Figura 4.11 apresenta os resultados apresentados na tabela supracitada.

Tabela 4.7 - Condições de tratamento térmico

Temperatura de Tratamento	Tempo de Tratamento		
	1h	4h	8h
390°C	X	X	X
280°C	X	-	-
230°C	X	-	-

Fonte: Arquivo Pessoal.

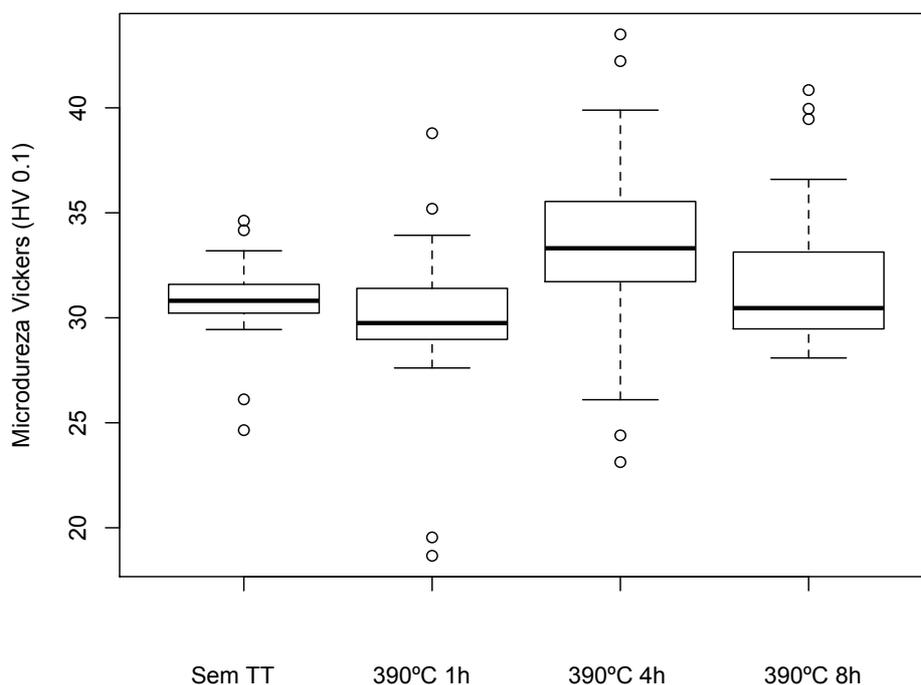
Tabela 4.8 – Ensaio de microdureza Vickers em diferentes temperaturas

Temperatura (°C)	Tempo (h)	Microdureza Vickers (HV 0.1)	
		Média	Desvio-Padrão
Sem T.T.	0	30,8	0,80
230	1	30,1	1,56
280	1	29,9	1,51
390	1	30,2	1,63
390	4	33,30	3,05
390	8	30,88	2,16

Fonte: Arquivo Pessoal

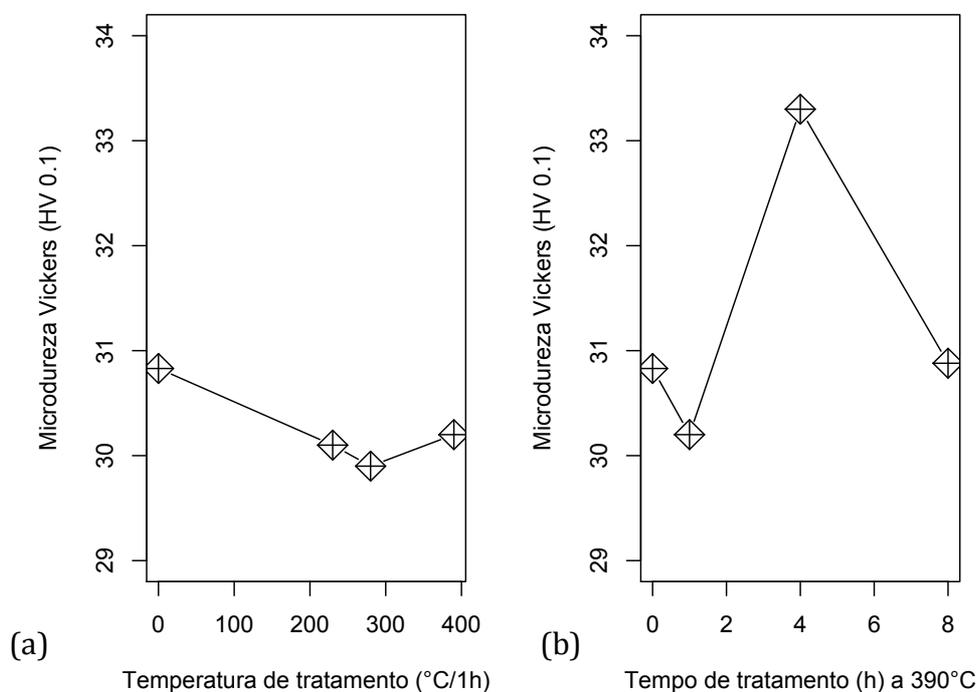
Na Figura 4.11a, percebe-se que as amostras sem tratamento térmico de envelhecimento (solubilizada e resfriada rapidamente), apresentaram (quando comparadas às amostras envelhecidas por uma hora) uma média de dureza mais elevada, enquanto que as

Figura 4.10 – Diagramas de caixa para os ensaios de microdureza Vickers (HV 0.1) para a liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi



Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 4.11 - Microdureza para a liga com adição de 0,03%p de Ni com variação das temperaturas (a) e tempos (b) de tratamento



Fonte: Arquivo Pessoal.

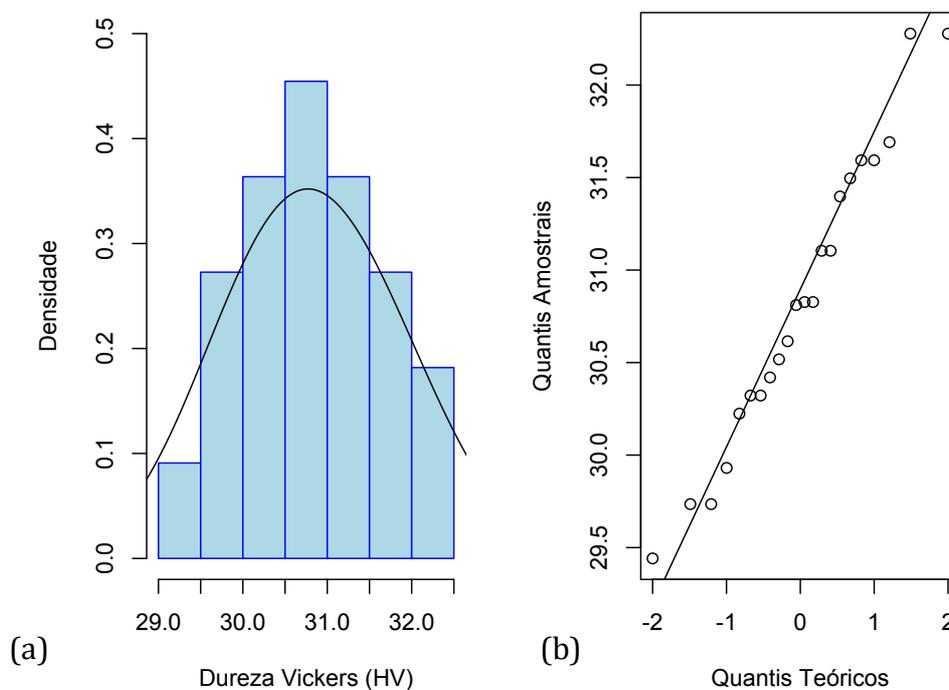
amostras tratadas termicamente por uma hora, após uma evidente queda de resistência, apresentam crescimento a partir da temperatura de tratamento de 390°C. Isto pode ser um

indicativo de que na primeira hora, à temperatura de 390°C, algum processo de endurecimento já tenha iniciado. Durante a quarta hora de envelhecimento a 390°C, fica evidente um ganho significativo de resistência, o que indica que o material pode estar sofrendo nova modificação microestrutural, como o endurecimento por precipitação. Em seguida, na oitava hora de envelhecimento, percebe-se uma queda de resistência, o que pode estar ocorrendo devido ao superenvelhecimento do material (Callister, 2001), (Askerland; Phulé, 2008).

Segundo apresentado por Raghavan (2009), é possível a formação de trialuminetos do tipo Al_3Ni no teor utilizado neste trabalho. Knipling (2006) cita o Al_3Ni como um composto intermetálico de baixa simetria o qual pode conferir ganho de resistência ao material.

Para testar a significância matemática dos resultados apresentados na Figura 4.11b, recorreu-se ao uso do teste paramétrico Análise de Variância (ANOVA) com delineamento inteiramente casualizado (Peternelli; Mello, 2012). Uma das exigências para a realização da ANOVA é a de que os dados sigam uma distribuição normal, conforme apresentado no Capítulo 2. Para tal, primeiramente realizou-se a análise dos resultados através de histogramas de densidade de probabilidade e gráficos QQ normal, (conforme apresentados na Figura 4.12, para as amostras sem tratamento térmico (tempo de envelhecimento 0)).

Figura 4.12 (a) Histograma de densidade de probabilidade e (b) Gráfico QQ normal



Fonte: Arquivo Pessoal.

A Figura 4.12a apresenta a distribuição de dados e sua semelhança com uma curva normal (distribuição Gaussiana). Na Figura 4.12b, a proximidade dos pontos com a reta diagonal indicam uma tendência de que a série de dados siga uma distribuição normal. Contudo, além de tal análise gráfica realizou-se testes de Shapiro-Wilk para determinação desta tendência, cujos resultados encontram-se na Tabela 4.9. Como as estatísticas W são próximas de 1 e os p-valores são maiores do que a significância ($\alpha_A=0,05$), isto nos leva à não rejeição a hipótese nula (H_0) de que a distribuição de dados seja normal com um intervalo de confiabilidade de 95%.

Tabela 4.9 - Teste de normalidade de Shapiro-Wilk

Indicadores	Tratamento			
	Sol. e Temp.	1h (390°C)	4h (390°C)	8h (390°C)
W	0,971	0,956	0,969	0,922
p	0,738	0,420	0,689	0,084

Fonte: Arquivo Pessoal.

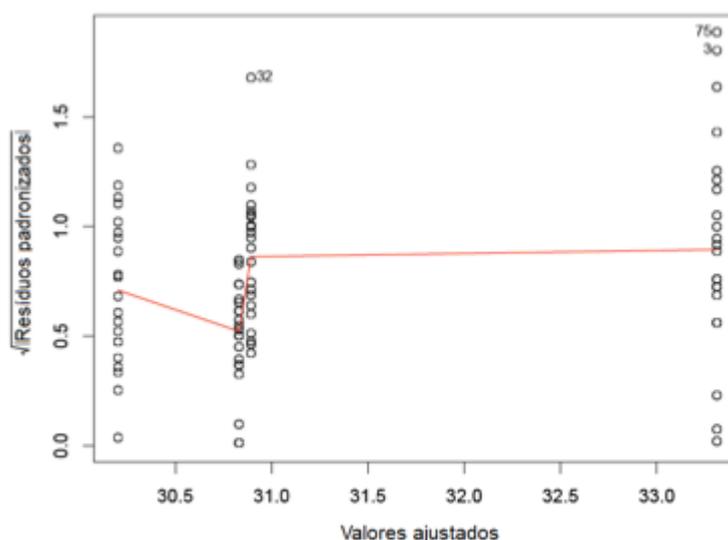
O passo seguinte foi realizar a ANOVA, cujo resultado encontra-se na tabela 4.10. Os principais indicadores são o valor F e o p-valor. Como estes resultados encontram-se, respectivamente, distantes de 0 e abaixo da significância ($\alpha_A=0,05$), aceita-se a hipótese alternativa (H_a) de que existam diferenças significativas entre os resultados dos ensaios de dureza, não sendo estas diferenças devidas ao acaso, com uma certeza de 95%.

Tabela 4.10 - Quadro de Análise de Variância

	GL	SQ	MQ	F	p
Tratamento	3	123,99	41,32	9,649	1,53e-05
Resíduos	84	359,77	4,28	-	-

Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 4.13 – Resíduos padronizados versus valores ajustados para o modelo



Fonte: Arquivo Pessoal.

A Figura 4.13 serve como um indicativo da análise, pois observa-se que nos níveis estudados, a distribuição das raízes dos resíduos padronizados não segue uma tendência que indique heterocedasticidade entre os resultados, indicando que as variâncias são homogêneas, esta análise gráfica corrobora os resultados apresentados na Tabela 4.10.

4.3.2 Ensaios de Tração

Os ensaios de tração foram realizados para as ligas com teores de Mg nas posições de 7,5; 22,5; 37,5 e 52,5mm, em dois graus de deformação plástica: 60% e 68%. Para a liga com Ni, realizou-se os ensaios para a posição de 7,5mm e no grau de deformação de 68%. Para cada média apresentada, para cada teor em cada diferente posição e grau de deformação, foram realizados três ensaios. A Tabela 4.11 apresenta os resultados dos ensaios, os quais também pode ser observados nas Figuras 4.14a e 4.14b.

Tabela 4.11 – Ensaios de tração

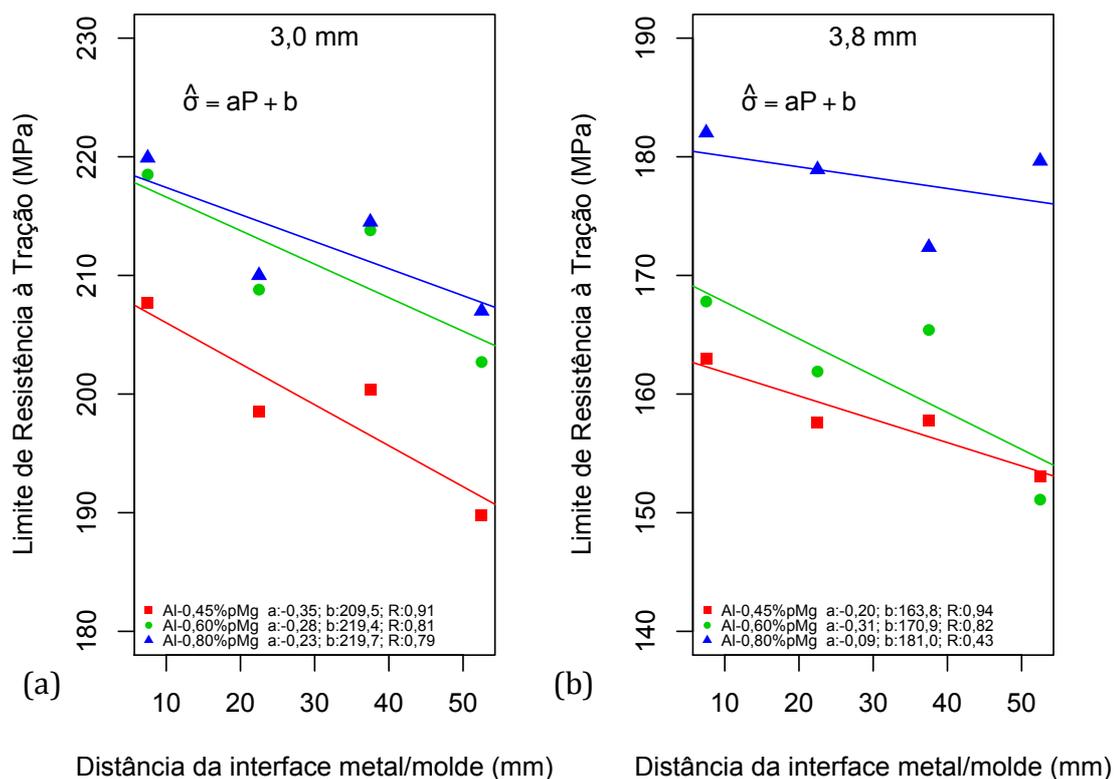
Limites de Resistência à Tração (σ) para as Ligas com Teores de Mg (MPa)						
Liga	Diâmetro do fio (mm)	Posição Relativa à Interface Metal/Molde (mm)				
		Média/Desvio-Padrão	7,5	22,5	37,5	52,5
Al-0,45%pMg	3,0	Média	207,5	198,5	200,4	189,8
		Desvio-Padrão	3,48	3,18	1,56	0,74
	3,8	Média	163,0	157,6	157,8	153,1
		Desvio-Padrão	2,5	3,7	1,7	3,6
Al-0,60%pMg	3,0	Média	218,5	202,7	213,8	208,8
		Desvio-Padrão	3,19	3,60	3,68	2,21
	3,8	Média	167,8	161,9	165,4	151,1
		Desvio-Padrão	0,83	2,40	3,23	3,03
Al-0,80%pMg	3,0	Média	219,9	207,0	214,5	210,0
		Desvio-Padrão	2,50	2,10	2,60	2,45
	3,8	Média	182,0	178,9	172,4	179,6
		Desvio-Padrão	0,37	2,74	3,24	1,3
Al-0,60%pMg-0,03%pNi	3,0	Média	205,9	-	-	-
		Desvio-Padrão	2,09	-	-	-
	3,8	Média	-	-	-	-
		Desvio-Padrão	-	-	-	-

Fonte: Arquivo Pessoal.

Sobre os resultados dos ensaios, primeiramente observa-se que existe uma tendência de queda de resistência mecânica ao longo do comprimento do lingote. Tal fator pode ser explicado pela unidirecionalidade da solidificação, a qual tende à formação de grãos menores em ambientes com maiores taxas de resfriamento e/ou velocidades de solidificação (Garcia, 2007). Também, observa-se que quanto maior o teor de Mg presente nas amostras, maior foi sua resistência mecânica, mostrando a tendência de endurecimento que estes teores de soluto conferem ao material (Russel; Lee, 2005). Por último, percebe-se que os materiais com maiores taxas de deformação, como é o caso das amostras de 3,0mm de diâmetro (68% de

deformação plástica) apresentaram maior resistência, quando comparadas com as amostras com menores taxas de deformação, independentemente do teor de soluto presente. Isto pode ser explicado pelo aumento da densidade de discordâncias (Askerland; Phulé, 2008).

Figura 4.14 – Limites de Resistência à Tração (σ) para (a) fios de 3,0mm de diâmetro e (b) fios de 3,8mm de diâmetro

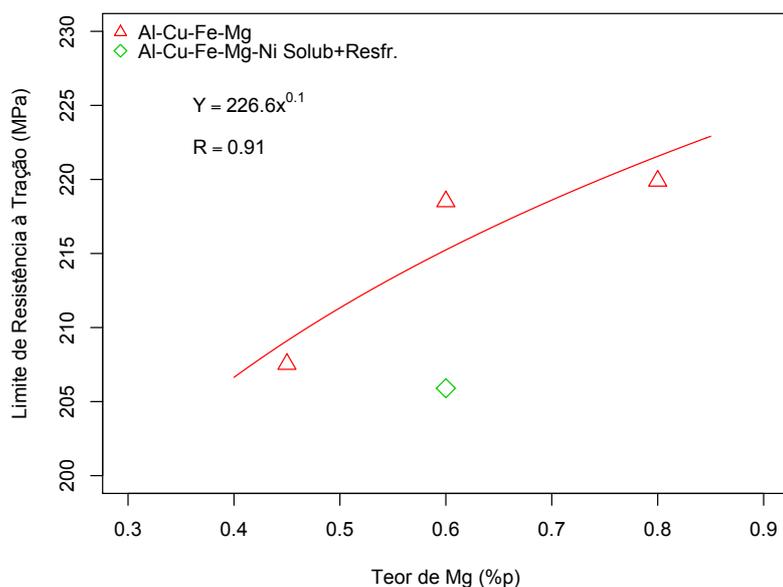


Fonte: Arquivo Pessoal.

Nota-se que para a quase totalidade dos ensaios, existe uma tendência de (à medida que se avança no comprimento do lingote) queda de resistência mecânica, com exceção na posição de 37,5mm, ponto este o qual apresenta um aumento de resistência em relação à posição anterior. Nos perfis de microdureza analisados, nesta posição (além da de 30,0mm) também ocorre, em geral, uma observação com resistência elevada. Tal efeito pode estar sendo causado pelo perfil de concentração de soluto na liga, mas somente ensaios de macrosegregação poderão confirmar tal hipótese.

A Figura 4.15 apresenta os resultados dos ensaios de tração com variação do teor de Mg. Fica evidente o efeito de endurecimento causado pela adição de soluto. Os ensaios para as amostras de 0,60%pMg contendo uma adição de 0,03%pNi, contudo, não apresentaram ganho de resistência ao material. Estas amostras apresentam-se na condição solubilizada e resfriada rapidamente.

Figura 4.15 – Ensaio de tração para os fios de 3,0mm com variação do teor de soluto



Fonte: Arquivo Pessoal.

4.4 CARACTERIZAÇÃO ELÉTRICA

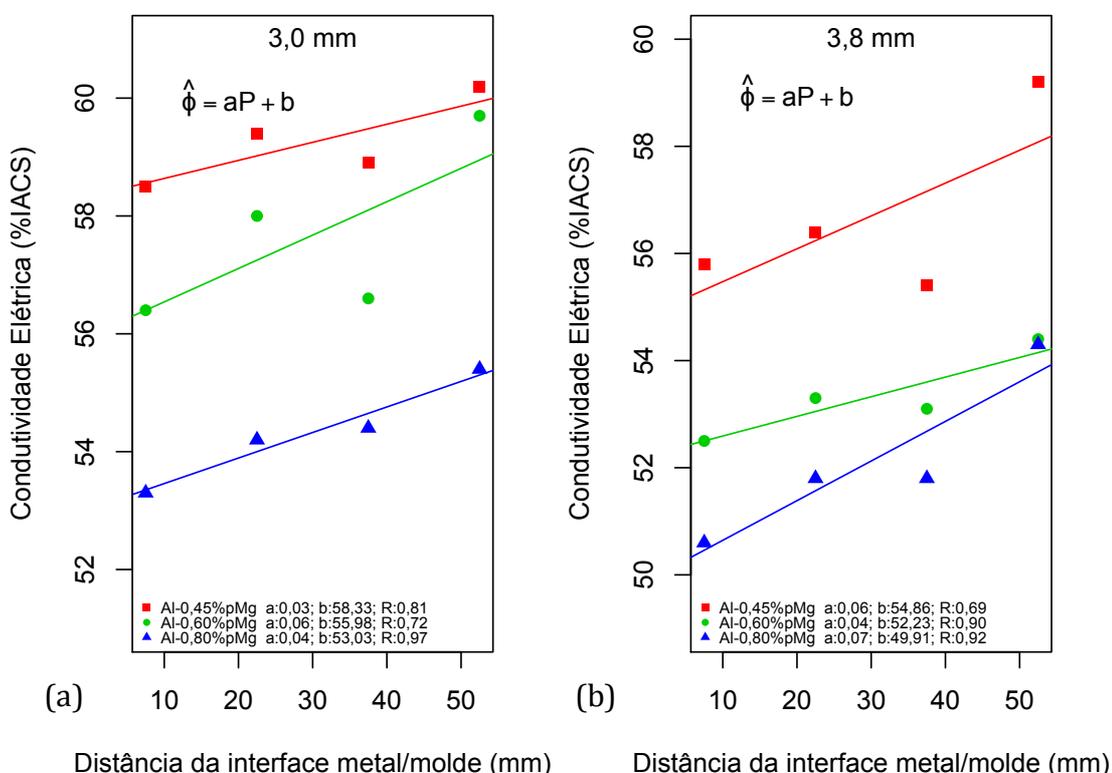
A Tabela 4.12 apresenta-nos os resultados dos ensaios de condutividade elétrica para os teores contendo Mg. Conforme demonstrado na Figura 4.16, o modelo que melhor descreve as séries de dados é linear e seus coeficientes de correlação, para a maioria dos resultados, apresenta bons indicadores.

Tabela 4.12 – Ensaio de condutividade elétrica

Ensaio Elétrico (φ) para as Ligas com Teores de Mg (%IACS)						
Liga	Diâmetro do fio (mm)	Posição Relativa à Interface Metal/Molde (mm)				
		Média/Desvio-Padrão	7,5	22,5	37,5	52,5
Al-0,45%pMg	3,0	Média	58,5	59,4	58,9	60,2
		Desvio-Padrão	1,44	1,39	0,27	1,42
	3,8	Média	55,8	56,4	55,4	59,2
		Desvio-Padrão	1,02	1,15	0,89	1,26
Al-0,60%pMg	3,0	Média	56,4	58,0	56,6	58,7
		Desvio-Padrão	1,49	1,70	1,72	0,27
	3,8	Média	52,5	53,3	53,1	54,4
		Desvio-Padrão	2,19	1,23	0,49	1,34
Al-0,80%pMg	3,0	Média	53,3	54,2	54,4	55,4
		Desvio-Padrão	1,74	1,56	0,32	1,53
	3,8	Média	50,6	51,8	51,8	54,3
		Desvio-Padrão	1,67	1,11	0,65	1,30
Al-0,60%pMg-0,03%pNi	3,0	Média	53,0	-	-	-
		Desvio-Padrão	1,31	-	-	-
	3,8	Média	-	-	-	-
		Desvio-Padrão	-	-	-	-

Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 4.16 – Condutividade elétrica para as amostras (a)68%DP e (b)60%DP

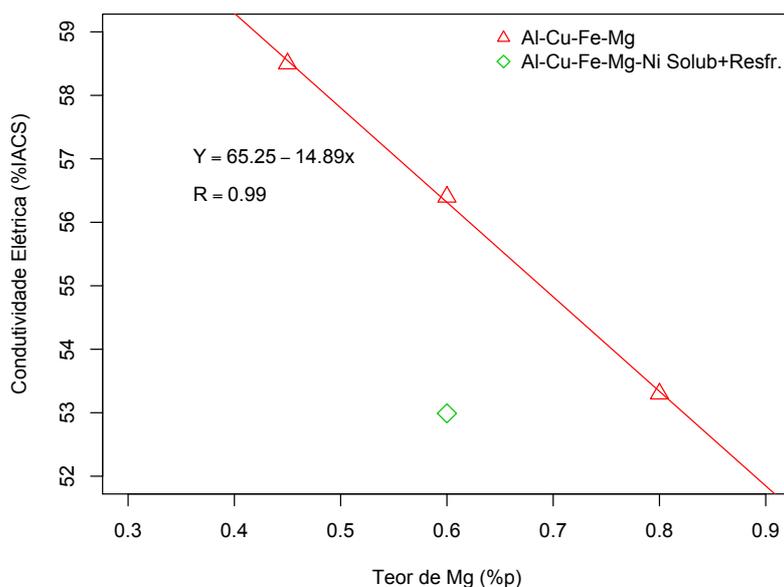


Fonte: Arquivo Pessoal

Diferentemente do observado nas propriedades mecânicas, a condutividade elétrica apresenta valores mais reduzidos para locais com taxas de resfriamento maiores, o que pode ser explicado pelo menor tamanho dos grãos nestes locais, segundo descrito pela literatura (Garcia, 2007), (Rodrigues, 2007), (Canté, 2009), (Goulart, 2010). Tais contornos são estruturas as quais concentram maiores teores de soluto, agindo, desta forma, como barreiras à movimentação de elétrons. Outro fenômeno observado é a redução da condutividade elétrica com o aumento dos teores de soluto, os quais atuam como impurezas as quais, quanto mais eleva-se sua concentração, dificultam a passagem de elétrons (Kakani SL; Kakani A, 2004). Nota-se, também, que com o aumento do grau de deformação plástica, a condutividade elétrica elevou-se. Isto não está de acordo com alguns trabalhos encontrados na literatura (Zhou et al, 2012), (Callister, 2001), os quais reportam o aumento do trabalho a frio como um fator que tende a reduzir a condutividade elétrica do material. Contudo, os resultados deste estudo estão de acordo com os trabalhos de Fernandez (2011) e de Santos (2010), além disso, observa-se no trabalho de Cetinarslan (2009), que realizou um estudo experimental medindo o efeito do trabalho à frio sobre a condutividade elétrica, que para vários graus de deformação

utilizados, observou-se que em alguns valores de deformação a condutividade elétrica cresceu, mas que observando os valores de condutividade para vários graus de deformação plástica, seu comportamento geral é de queda. Portanto, faz-se necessária a utilização de mais graus de deformação para avaliação deste efeito.

Figura 4.17 – Condutividade elétrica para as amostras de 3,0mm de diâmetro com variação do teor de soluto



Fonte: Arquivo Pessoal.

Na Figura 4.17, percebe-se a variação de condutividade elétrica com o aumento do teor de Mg. A liga com a adição de Ni apresentou um decréscimo bastante elevado apesar de conter uma adição de apenas 0,03%p. Este efeito é reportado pela literatura (Kakani SL; Kakani A, 2004), mas percebe-se claramente o efeito do Ni como um agente perturbador da rede cristalina, mesmo tratando-se de uma amostra não envelhecida.

4.5 MACROESTRUTURAS DE SOLIDIFICAÇÃO

As figuras 4.18, 4.19, 4.20, 4.21 e 4.22 apresentam as macroestruturas de solidificação das ligas estudadas. Para obtenção de tais estruturas, seccionou-se, com a utilização de uma máquina de serra do tipo fita (Figura 3.7a) os lingotes fabricados, longitudinalmente ao sentido de extração de calor. Em seguida, recorreu-se a lixamento abrasivo com lixas de gramaturas: 80, 100, 120, 180, 220, 320, 400 e 600. Ao término deste procedimento, as amostras foram polidas por um feltro com adição de alumina e sabão neutro.

Após o polimento, tais amostras passaram por ataque químico com reagente de Poulton com imersão em uma placa de Petri. Os tempos de imersão foram de, em média 10 segundos, seguidos por lavagem com água corrente.

As macrografias apresentadas nas figuras 4.18, 4.19, 4.20, 4.21 e 4.22 estão na mesma escala, a pesar de apresentarem variações de tamanho no eixo y (altura), mas no eixo x (comprimento) as amostras apresentam basicamente as mesmas dimensões. A fonte extratora de calor (bloco SAE 1010) localizava-se à direita das imagens.

Figura 4.18 – Macroestrutura de solidificação para o Al-EC



Fonte: Arquivo Pessoal.

Nota-se que na Figura 4.18, existe a ocorrência de grãos alongados, indicando colunaridade por praticamente toda a seção do lingote. Este perfil é um indicativo das altas velocidades de solidificação observadas nos instantes iniciais (Garcia, 2007), além de a estrutura predominantemente colunar ser característica em metais com teores de soluto mais diluídos (Ohno, 1988 *apud* Rodrigues, 2007).

Figura 4.19 – Macroestrutura de solidificação para a liga Al-0,45%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu



Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 4.20 – Macroestrutura de solidificação para a liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu



Fonte: Arquivo Pessoal

Figura 4.21 – Macroestrutura de solidificação para a liga Al-0,80%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu

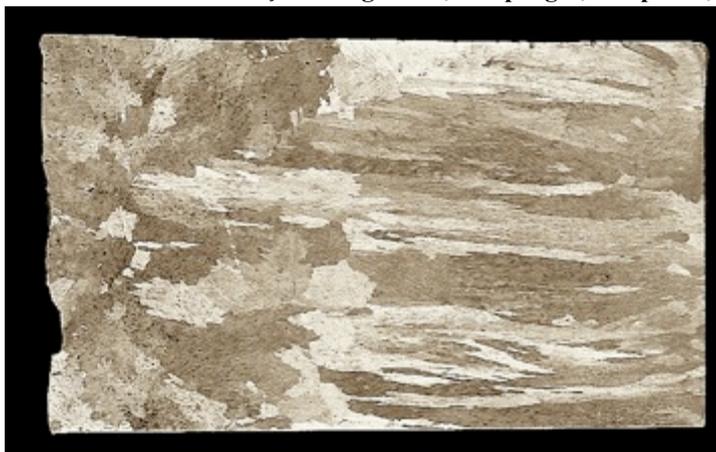


Fonte: Arquivo Pessoal.

Nas figuras 4.19, 4.20 e 4.21, observa-se que, à medida que o Mg é adicionado à liga, sua macroestrutura segue modificando-se. Observa-se a ocorrência de grãos com gradativa redução de colunaridade. A equiaxidade dos grãos localizados no fim do processo de solidificação (extrema esquerda das imagens) não variou de maneira significativa. Apesar de a liga com adição de 0,45%pMg ter os perfis de velocidade menores (entre as três ligas com Mg), o início do seu processo de solidificação é intenso, apresentando, inclusive a maior inclinação de sua curva de velocidade entre as ligas com os três teores de Mg (Figura 4.5a), isto pode explicar a ocorrência de maior colunaridade em sua macroestrutura. De acordo com Garcia (2001), a projeção da zona equiaxial é influenciada pela presença de núcleos no metal líquido e por condições que promovam o crescimento destes núcleos. Tal promoção pode ser causada pela presença de agentes nucleantes, como maior concentração de soluto (Rodrigues, 2007), o que parece estar evidente na Figura 4.21.

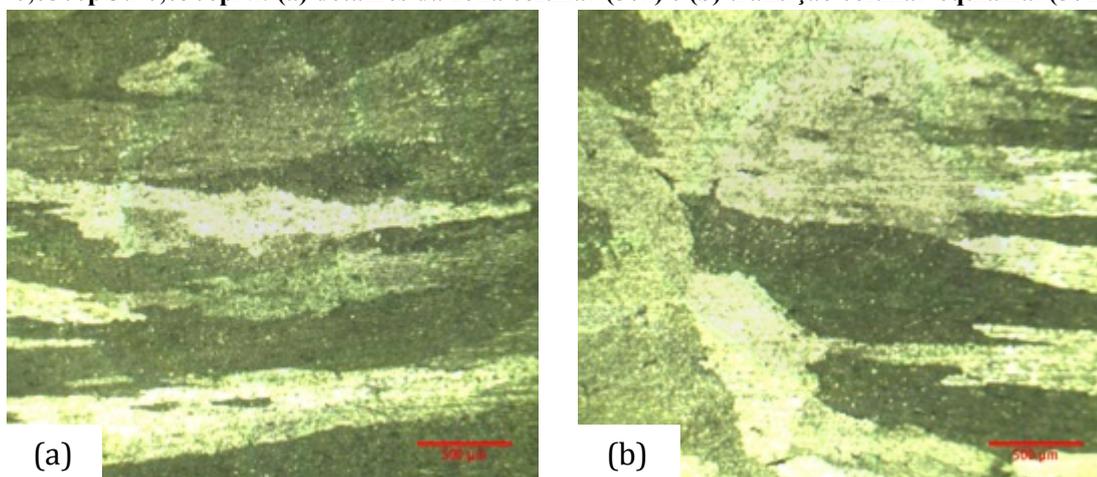
Na liga de Al com adição de Ni (Figura 4.22), percebe-se uma macroestrutura com elevada colunaridade até a metade do lingote, seguida de uma zona majoritariamente equiaxial. Observa-se que a adição de apenas 0,03%p Ni promove uma brusca alteração na macroestrutura do material, quando comparado com a liga Al-0,60%Mg. A Figura 4.23a apresenta um aumento da região colunar e a Figura 4.23b, a transição colunar-equiaxial.

Figura 4.22 - Macroestrutura de solidificação da liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi.



Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 4.23 – Micrografias da macroestrutura de solidificação da liga Al-0,60%pMg-0,26%Fe-0,05%pCu-0,03%pNi: (a) detalhes da zona colunar (50x) e (b) transição colunar-equiaxial (50x).



Fonte: Arquivo Pessoal.

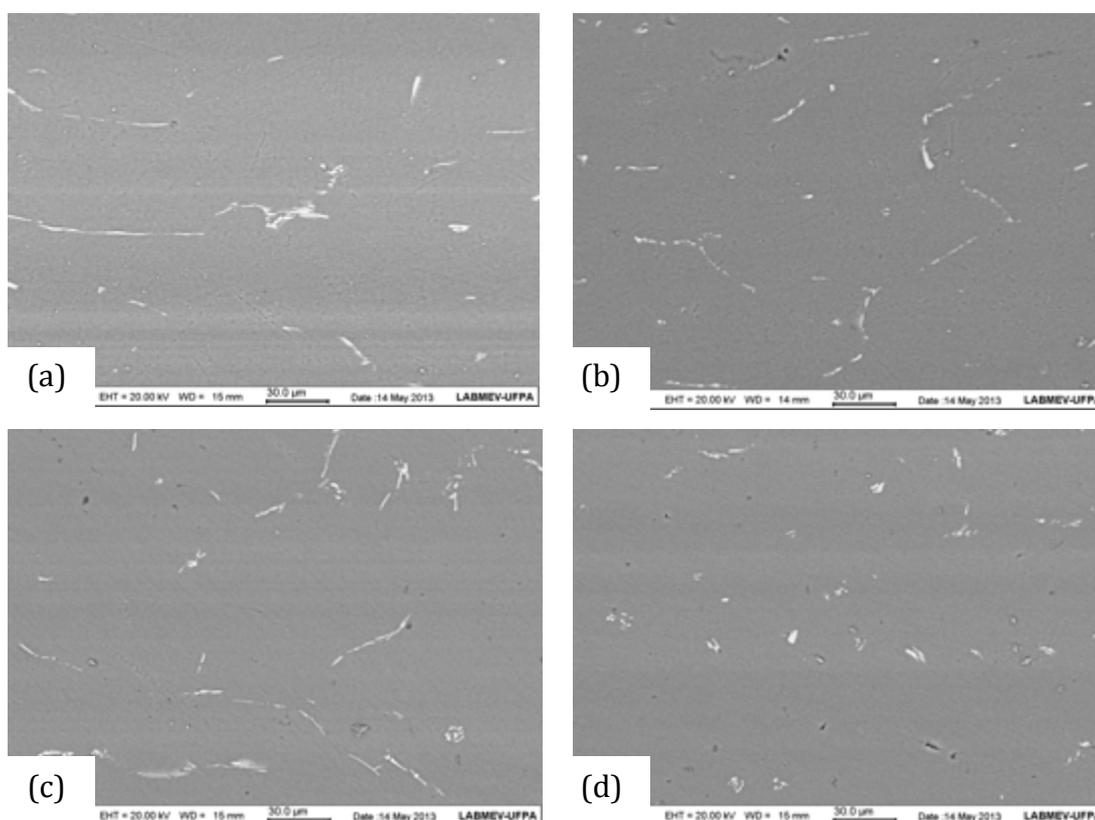
4.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA

Empregou-se a técnica de microscopia eletrônica nas amostras obtidas longitudinalmente da liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,025%pNi, na posição relativa à interface metal/molde de 7,5mm (sem deformação) e nas condições: sem tratamento térmico (solubilização e resfriamento rápido), envelhecimento a 230°C, 280°C e a 390°C por 1h, além das condições envelhecida a 390°C por períodos 4 e 8h. O objetivo de aplicar esta técnica foi o de avaliar possíveis alterações na distribuição de partículas de segunda fase com o sinal de Elétrons Retro-Espalhados (ERE) e variações de concentração de soluto na microestrutura com o sinal de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).

4.6.1 Elétrons Retro-Espalhados

A análise com o sinal de Elétrons Retro-Espalhados (ERE) foi realizada nas amostras da liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,025%pNi. Buscou-se nas amostras observar características microestruturais que pudessem revelar alterações geradas pelas diferentes condições de tratamento térmico. A Figura 4.24 (com magnificação de 500x) revela tais microestruturas.

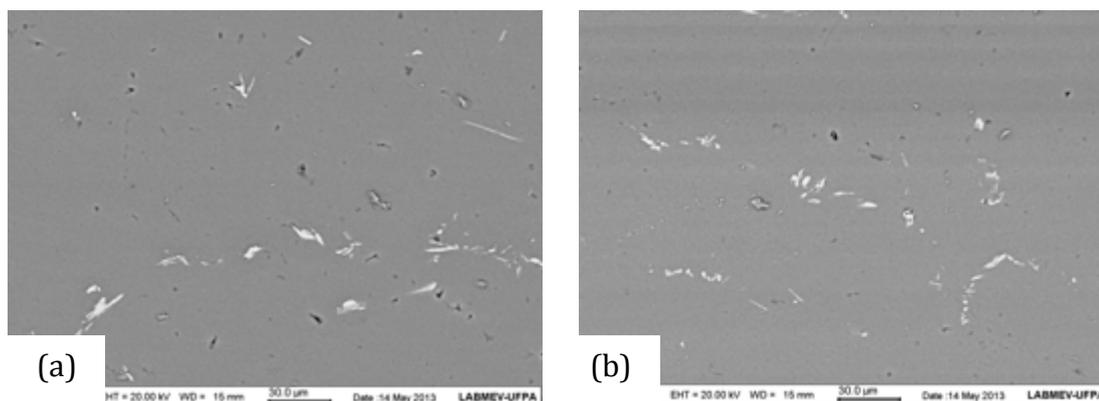
Figura 4.24 – Micrografias MEV (a) sem tratamento térmico, (b) tratada termicamente a 230°C por uma hora, (c) a 280°C por uma hora e (d) a 390°C por uma hora



Fonte: Arquivo Pessoal.

A Figura 4.25 (com magnificação de 500x) apresenta micrografias obtidas para as amostras tratadas termicamente a 390°C por quatro (Figura 4.25a) e oito horas (Figura 4.25b). Da mesma forma que na Figura 4.24, não foi possível observar, neste nível de investigação, diferenças entre as microestruturas dos materiais, o que observa-se nas micrografias é a presença de partículas de segunda fase (estruturas em branco) envoltas por uma matriz de Al. Na próxima seção, portanto, será feita a identificação dos elementos que estariam constituídos nestas partículas.

Figura 4.25 – Micrografias MEV (a) tratada termicamente a 390°C por quatro horas e (b) tratada termicamente a 390°C por oito horas

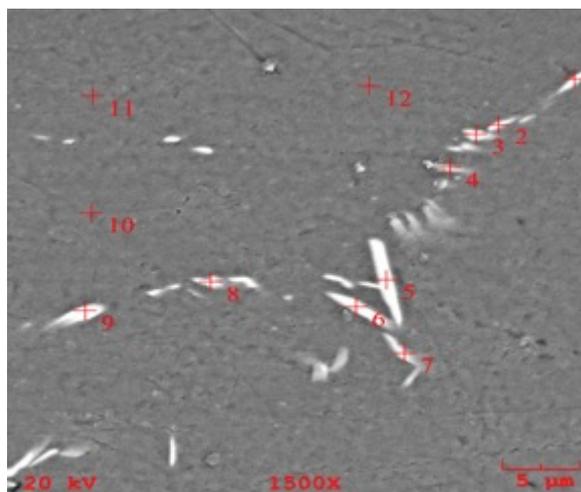


Fonte: Arquivo Pessoal.

4.6.2 Espectroscopia de Energia Dispersiva

Os resultados para esta seção buscam identificar as concentrações dos elementos na liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi, na posição de 7,5mm da interface metal/molde, nas condições sem tratamento térmico de envelhecimento (apenas solubilizada e temperada) e com tratamento térmico. Inicialmente, buscou-se direcionar o detector para a matriz de Al e para as partículas de segunda fase encontradas.

Figura 4.26 – (a) Micrografia com marcações de EDS

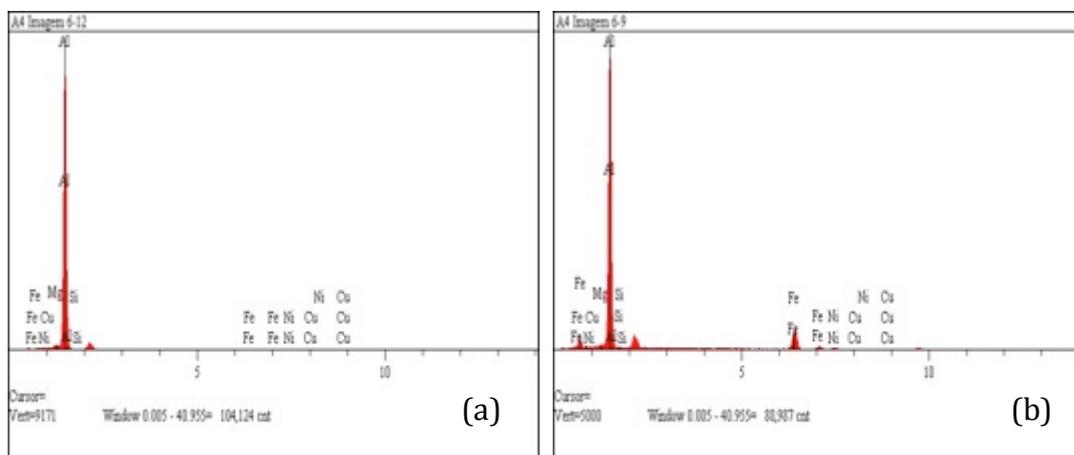


Fonte: Arquivo Pessoal.

A Figura 4.26 apresenta uma micrografia com marcações de EDS (com magnificação de 1500x) em diversos pontos da imagem. O espectro para o ponto 12 (Figura 4.27a), de onde pode ser observado que pontos na matriz de Al apresentam majoritariamente solvente (em

torno de 98,5%p Al) o outro pico na figura trata da detecção da metalização por Au, utilizada para evitar distorções em análises embutidas com materiais não metálicos.

Figura 4.27 – Espectro de concentrações para (a) ponto 12 e (b) ponto 9 da Figura 4.24



Fonte: Arquivo Pessoal.

Na Figura 4.27b, apresenta-se o espectro de uma partícula de segunda fase, evidenciando a presença significativa dos outros elementos ligantes utilizados. Por esta razão, de terem sido observadas diferenças de concentração dos elementos nas partículas de segunda fase, esta parte do estudo foca na evolução da concentração dos elementos nestas estruturas.

A Tabela 4.13 apresenta as médias e desvios-padrões para as medições de EDS realizadas, o comportamento destes dados é apresentado, e comentado, nas figuras subsequentes: figuras 4.28, 4.29, 4.30 e 4.31.

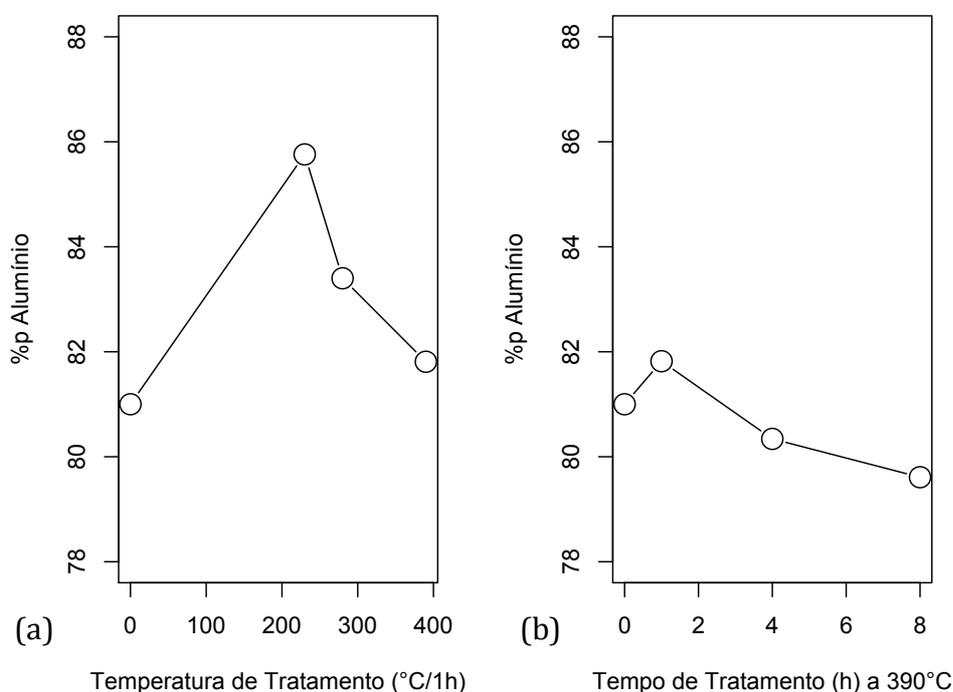
Tabela 4.13 – Medições de EDS para as amostras

Ele. Média / Desvio-Padrão		Variação dos Teores dos Elementos (% em peso)					
		CONDIÇÃO					
		Sem TT	230°C 1h	280°C 1h	390°C 1h	390°C 4h	390°C 8h
Al	Média	81,00	85,76	83,40	81,82	80,34	79,61
	Desvio-Padrão	4,97	7,92	5,27	6,12	5,13	4,63
Mg	Média	0,59	0,65	0,71	0,64	0,64	0,65
	Desvio-Padrão	0,08	0,14	0,17	0,13	0,13	0,14
Fe	Média	16,53	12,04	13,49	15,71	17,00	17,61
	Desvio-Padrão	4,65	7,36	5,50	5,74	4,75	4,34
Cu	Média	0,25	0,21	0,22	0,24	0,23	0,23
	Desvio-Padrão	0,09	0,10	0,08	0,10	0,08	0,07
Ni	Média	1,51	1,28	1,43	1,48	1,72	1,71
	Desvio-Padrão	0,53	0,72	0,65	0,62	0,47	0,34

Fonte: Arquivo Pessoal.

Na Figura 4.28, fica evidente que, à medida que eleva-se a temperatura de tratamento térmico, e também o tempo de exposição, a concentração de Al na amostra começa a diminuir, indicando a ocorrência de alguma modificação microestrutural. A Figura 4.29, por sua vez, demonstra que os teores de Mg e Cu pouco modificam-se durante os tratamentos, com exceção do pico de concentração de Mg encontrado no tratamento por 280°C, podendo ser esta uma variação causada pela amostragem, uma vez que o Mg não combina-se para promoção de partículas de segunda fase com os outros elementos ligantes.

Figura 4.28 – Medições de EDS para o elemento Al em função da temperatura de tratamento (a); e em função do tempo de tratamento (b)



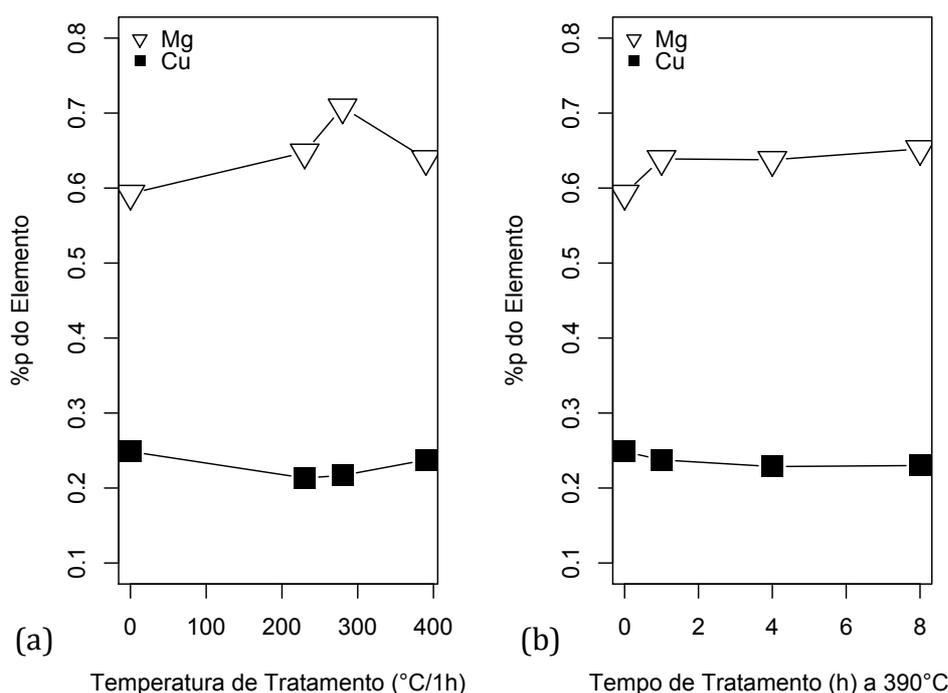
Fonte: Arquivo Pessoal.

Na Figura 4.30, a evolução das concentrações de Fe mostra que nas partículas de segunda-fase observadas, este elemento é o principal teor presente. Durante o aumento tanto do tempo de exposição ao tratamento quanto a temperatura, os teores de Fe aumentam consideravelmente. Este elemento reconhecidamente atua como um catalizador da cinética de nucleação de outros elementos de transição (Furushiri; Hori, 1985a), (Furushiro; Hori, 1985b). De acordo com Knipling (2006), é comum a formação do intermetálico Al_3Fe ao final da solidificação, podendo este composto estar sendo observado também neste trabalho.

A Figura 4.31, que apresenta as medições de EDS para o elemento Ni, mostra que também existe um aumento considerável da presença deste elemento com o aumento da

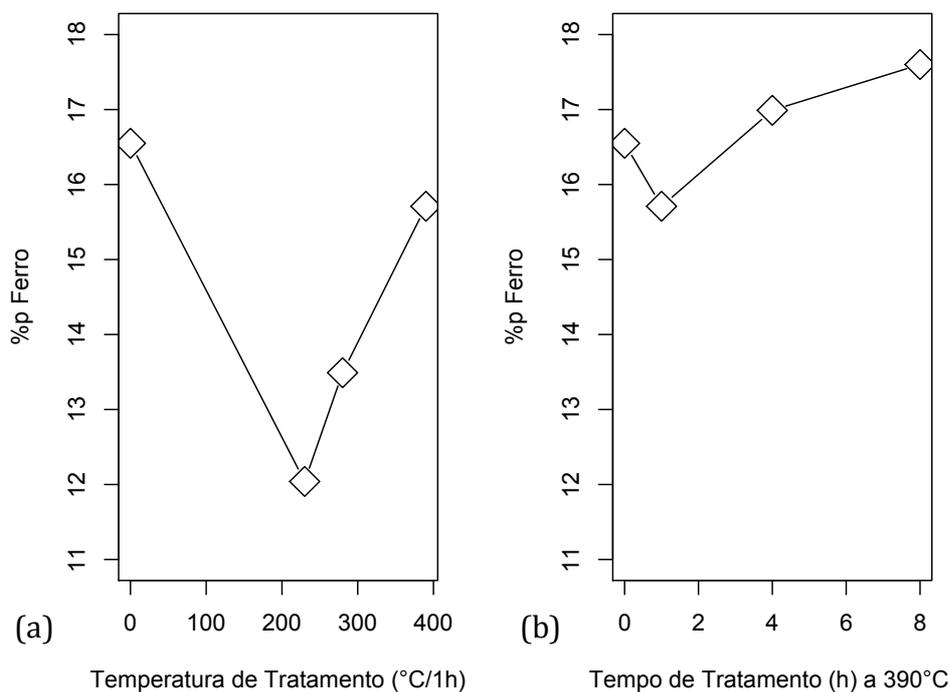
temperatura de tratamento e também isto ocorre com a exposição do material a tempos mais elevados de tratamento, a pesar de, na oitava hora de tratamento, observar-se uma suave queda na concentração de Ni. O comportamento das concentrações de Ni na liga, sob diferentes tempos de tratamento térmico, é similar ao comportamento de dureza da liga sob as mesmas condições (ver Figura 4.11b), indicando uma elevação de patamar na quarta hora de tratamento. Isto pode apontar para o fato de que apesar de o Ni ter uma presença muito menor nas partículas de segunda fase (em comparação ao Fe) e a pesar de este elemento ligante ser o menor teor adicionado à liga, em relação aos elementos adicionados, sua presença parece estar mais associada ao aumento de resistência do material do que os outros elementos ligantes, isto pode ser um indicativo da precipitação do trialumineto Al_3Ni , pois segundo Stadler et al. (2011), mesmo a baixas concentrações, este intermetálico poderá formar-se.

Figura 4.29 – Medições de EDS para os elementos Mg e Cu em função da temperatura de tratamento (a); e em função do tempo de tratamento (b)



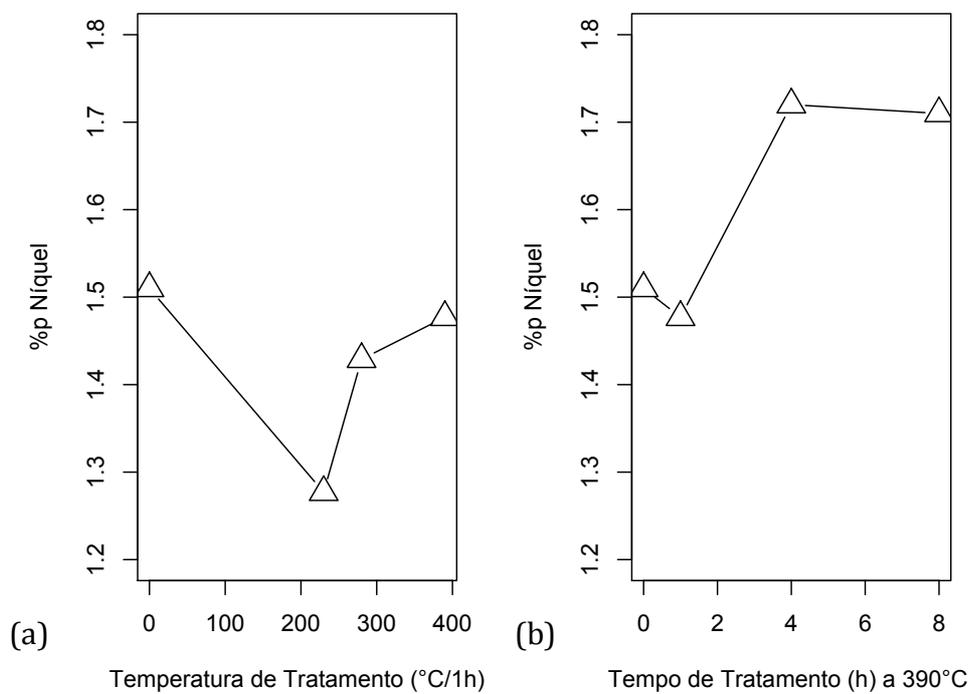
Fonte: Arquivo Pessoal.

Figura 4.30 – Medições de EDS para o elemento Fe em função da temperatura de tratamento (a); e em função do tempo de tratamento (b)



Fonte: Arquivo Pessoal

Figura 4.31 – Medições de EDS para o elemento Ni em função da temperatura de tratamento (a); e em função do tempo de tratamento (b)



Fonte: Arquivo Pessoal.

Para verificar a significância destes resultados, recorreu-se à técnica ANOVA, especificamente focando nos resultados das concentrações de Ni com variação dos tempos de tratamento térmico (Figura 4.31b).

A Figura 4.32a apresenta um histograma de densidade de probabilidade e a Figura 4.32b, um diagrama QQ normal, ambos para verificar graficamente a normalidade dos dados. Contudo, conforme já demonstrado na seção 4.3.1.1, também é necessária a realização de testes de normalidade (Tabela 4.14).

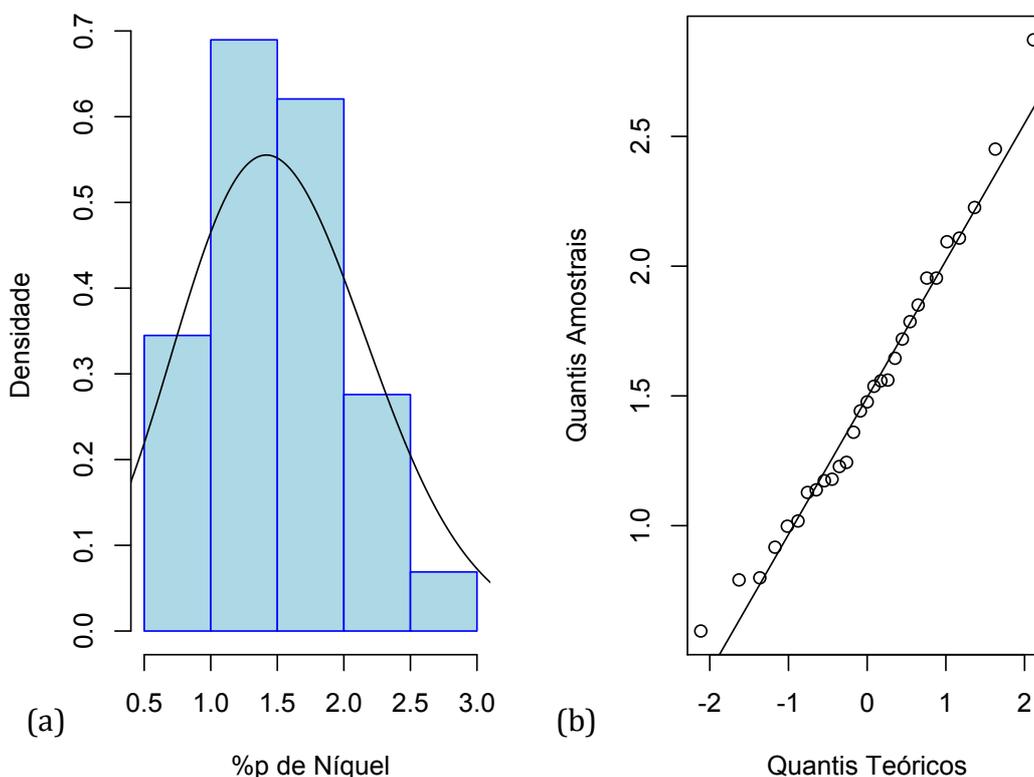
Tabela 4.14 - Teste de normalidade para as concentrações de Ni com o sinal EDS

Indicadores	Teste de Shapiro-Wilk			
	Tratamento			
	Sem T.T.	1h (390°C)	4h (390°C)	8h (390°C)
W	0,976	0,987	0,988	0,969
p	0,723	0,982	0,990	0,696

Fonte: Arquivo Pessoal.

Uma vez verificada a normalidade dos dados, recorreu-se à ANOVA, cujos resultados são apresentados na Tabela 4.15. Como os valores de F e de p apresentam-se, respectivamente, próximos de zero e acima da significância de 0,05, não é possível eliminar a hipótese de que tais diferenças sejam ao acaso, não sendo estas diferenças, portanto, significativas em todos os níveis de tratamento.

Figura 4.32 – (a) Histograma de densidade e (b) gráfico QQ normal



Fonte: Arquivo Pessoal.

Tabela 4.15 - Quadro de Análise de Variância para as concentrações de Ni

ANOVA					
	GL	SQ	MQ	F	p
Tratamento	3	0,488	0,163	0,429	0,733
Resíduos	88	33,36	0,379	-	-

Fonte: Arquivo Pessoal.

Estes resultados, contudo, não invalidam a análise desta seção, nem a relação de similaridade encontrada entre os perfis de Microdureza Vickers para a liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi e seus perfis de EDS para os tratamentos estudados.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 CONCLUSÕES

Em relação às variáveis térmicas, observa-se que as adições de Mg modificaram o perfil de solidificação da liga, elevando sua fluidez. Com isto, a solidificação ocorreu com baixa variação de velocidade, diferentemente do observado no alumínio eletro-condutor.

Ao ser adicionado um teor de 0,03%pNi na liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu, seu perfil térmico mudou drasticamente, elevando, com isto as velocidades de solidificação e taxas de resfriamento nos instantes iniciais e nas posições mais próximas à interface metal/molde, durante a solidificação.

Observa-se nos resultados de condutividade elétrica, que em posições com maiores taxas de resfriamento e velocidades de solidificação, que a condutividade elétrica foi menor, provavelmente devido à maior ocorrência de contornos de grão, os quais atuam como obstáculos na transmissão de elétrons. Sobre o teor de soluto, o acréscimo de Mg aumentou a resistência elétrica das amostras, demonstrando que os átomos de soluto agem como impurezas na rede cristalina, servindo, também, como barreiras na movimentação de elétrons. O aumento do grau de deformação plástica evidenciou um aumento na condutividade elétrica do material para todas as condições estudadas (diferentes teores de Mg e posições relativas à interface metal/molde).

Nos ensaios de tração realizados para as ligas contendo teores de Mg, fica evidente que o aumento do grau de deformação plástica contribui para elevação da resistência mecânica das ligas. Outro fator observado, similarmente aos resultados de microdureza, foi a tendência de endurecimento dos materiais com a elevação dos teores de Mg. Um terceiro fator

que pode ser citado é a tendência de perda de resistência em relação ao aumento da distância da interface metal/molde. Isto ocorre devido ao aumento do tamanho dos grãos nas posições mais afastadas da fonte extratora de calor.

Sobre os ensaios de microdureza das ligas estudadas: Al-EC, Al-0,45%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu, Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu, Al-0,80%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu e Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi, observa-se que, em relação ao distanciamento da interface metal/molde, em geral, ocorre um comportamento de queda de resistência à medida que se aproxima das posições finais da seção longitudinal do lingote. Contudo, as ligas apresentaram uma tendência de maior endurecimento nas posições intermediárias do lingote, especialmente nas posições de 30,0mm e 37,5mm. É possível que este fenômeno esteja sendo causado por concentração de soluto, o qual pode estar sendo transportado por correntes de convecção durante o vazamento, mas para comprovar tal afirmação é importante a realização de ensaios de macrosegregação. Outro aspecto observado é a tendência de endurecimento causada pelo acréscimo de soluto aos materiais. Destes, os mais diluídos apresentaram claramente um menor perfil de microdureza.

Os ensaios de tração para as amostras contendo Ni apresentaram uma perda de resistência mecânica, provavelmente causada pela condição de solubilização e resfriamento rápido.

Para os resultados de microdureza para a liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi, tratada termicamente, ensaiada na posição de 7,5mm relativa à interface metal/molde, encontrou-se que após solubilização e resfriamento rápido, ao envelhecer as amostras por uma hora, o material sofreu uma leve perda de resistência em todas as temperaturas estudadas. Ao analisar os resultados de dureza para as amostras tratadas termicamente a 390°C por quatro e oito horas, observa-se um ganho de resistência na quarta hora, indicando possivelmente que este endurecimento seja devido à precipitação de algum composto intermetálico, como o Al₃Ni. Na oitava hora de tratamento, a dureza sofreu uma queda significativa. Isto pode ser um indicativo do início de superenvelhecimento de alguma fase na liga.

As amostras da liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi, solubilizadas e resfriadas rapidamente, com 68% de deformação plástica, apresentaram aparente perda de condutividade elétrica em relação à liga com Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu. Fica evidente que o aumento do teor de soluto está causando perturbações à microestrutura.

Os resultados de EDS para as amostras da liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi, tratada sob diferentes condições de tratamento térmico na posição de 7,5mm da interface metal/molde mostram que os perfis de concentração de Ni para os tratamentos térmicos por uma hora, apresentam uma tendência de aumento. Esta tendência se mantém até a quarta hora de tratamento a 390°C, onde observou-se um pico de dureza e de concentração de Ni nas partículas de segunda fase. Esta concentração foi de 1,72%pNi, um valor 57,33% maior do que a concentração nominal do elemento na liga, a qual é de 0,03%pNi. Além disto, a concentração de Ni na quarta hora de tratamento, foi 34% maior do que a concentração de Ni quando tratado termicamente a 230°C por uma hora. Contudo, na oitava hora de envelhecimento, observa-se a estabilização da concentração do elemento. As concentrações de Fe apresentam comportamento similar ao das concentrações de Ni, com exceção da oitava hora de tratamento, onde as concentrações de Fe continuam subindo. Os outros dois elementos de liga, Mg e Cu não apresentaram variações significativas nas suas concentrações para as diferentes condições de tratamento térmico. As concentrações de ambos elementos apresentaram-se estáveis.

Sobre a correlação das características dos materiais estudados, vale destacar o efeito combinado das concentrações de Fe e Ni sobre a microdureza Vickers da liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu-0,03%pNi. Observou-se que as concentrações de soluto indicadas pelo sinal EDS são similares aos perfis de microdureza, especialmente para os elementos Fe e Ni. Tal similaridade é observada até a oitava hora de tratamento, onde ocorreu uma acentuada queda de dureza, enquanto que a concentração de soluto do Ni se manteve estável, e a de Fe continua em tendência de aumento, podendo ser este um indicativo de superenvelhecimento da fase de Al₃Fe.

Nas macroestruturas de solidificação, percebe-se, para o Al-EC, a presença de uma pequena região coquilhada, com grãos colunares bastante alongados. No final do lingote percebe-se uma pequena região equiaxial. Ao adicionar-se Mg, quanto maior o teor deste elemento soluto, percebe-se uma diminuição do alongamento dos grãos colunares. Contudo, as regiões coquilhada e equiaxial permanecem inalteradas. Ao ser adicionado um teor de 0,03%pNi na liga Al-0,60%pMg-0,26%pFe-0,05%pCu, observa-se uma modificação em sua macroestrutura. Ocorre o alongamento dos grãos colunares e aumento significativo da região equiaxial.

As ligas contendo somente teores de Mg apresentaram bom desempenho elétrico, com resultados não muito distantes de 61% IACS, média de condutividade esta para o Al-EC. O desempenho mecânico deste material, apresentou um comportamento intermediário, quando

comparado à resistência de ligas da série 6XXX. Contudo, com a adição de Ni, e a utilização de tratamento térmico de envelhecimento fizeram com que a liga atingisse boa dureza na quarta hora de tratamento, o que sugere que este material pode ter potencial uso na indústria.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar ensaios de microdureza para as diferentes posições relativas à interface metal/molde para as amostras com teores de Ni, em diferentes condições de tratamento térmico.
- Realizar ensaios de microdureza para as amostras com teores de Ni a temperaturas de 230°C por 4 e 8 horas, e a 280°C por 4 e 8 horas e comparar estes resultados com os resultados de microdureza para as amostras tratadas termicamente neste trabalho.
- Realizar ensaios de tração para amostras com teores de Ni para as condições de tratamento térmico de 230°C por 1, 4 e 8 horas, a 280°C por 1, 4 e 8 horas e a 390°C por 1, 4 e 8 horas.
- Realizar ensaios de condutividade elétrica para as amostras com teores de Ni para as condições de tratamento térmico de 230°C por 1, 4 e 8 horas, a 280°C por 1, 4 e 8 horas e a 390°C por 1, 4 e 8 horas.
- Estudar as concentrações dos elementos no MEV com o sinal EDS em diferentes posições relativas à interface metal/molde para as amostras com teores de Mg e Ni, em diferentes condições de tratamento térmico para o caso das amostras com teores de Ni.
- Realizar medições das microcavidades de fratura no MEV com o sinal ERE das amostras ensaiadas nos testes de tração, para os diferentes teores de Mg e Ni em diferentes condições de tratamento térmico para as amostras com Ni.

REFERÊNCIAS

- ABAL – Associação Brasileira do Alumínio. **Aplicações:** Indústria Elétrica, Disponível em: <<http://www.abal.org.br/aplicacoes/indeletrica.asp>>. Acesso em: 26 jul. 2011.
- ADAMIEC, J. Ni₃Al alloy's properties related to high-temperature brittleness. **International Scientific Journal**, V.28, N^o6; pp.333-336, 2007.
- ALAWAR, A. A.; BOSZE, E. J.; NUTT, S. R. **High temperature strength and creep of an Al conductor with a hybrid composite core**. In: 16th International conference on composite materials, 2007, Kyoto, Japan, p.1-8.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: Standard test method for resistivity of electrical conductor materials. **ASTM B-193**, ASTM, West Conshohocken, 2001. 4 p.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. **ASTM B-384**. ASTM. West Conshohocken. 2011. 43p.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: Standard Specification for Heat Resistant Aluminum-Zirconium Alloy Wire for Electrical Purposes. **ASTM B-941**. ASTM. West Conshohocken, 2010. 4p.
- ARGON, A. S. Overview of Strengthening Mechanisms. In: ARGON, A. S. **Strengthening mechanisms in crystal plasticity**. Oxford, Oxford, 2008, pp. 70-77.
- ASM International, **ASM Handbook Volume 3: Alloy Phase Diagrams**, 1 ed., Materials Park, ASM International, 1992, 1741p.
- ASKERLAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e Engenharia dos Materiais**, 1 ed., São Paulo, Cengage Learning, 2008, 594p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5118**; Fios de alumínio 1350 nus, de seção circular, para fins elétricos. Rio de Janeiro, Jul. 2007. 7p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6810**; Fios e cabos elétricos – Tração à ruptura em componentes metálicos, Rio de Janeiro, Nov. 2010. 3p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6814**; Fios e cabos elétricos –Ensaio de resistência elétrica. Rio de Janeiro, Mar.1985. 3p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6892**; Materiais metálicos – Ensaio de tração à temperatura ambiente. Rio de Janeiro, Nov.2002. 34p.
- BATALU, D.; GEORGETA, C.; ANGEL, A. Critical Analysis of Al-Ni Phase Diagrams. **Metallurgia International**, v. 11, n. 8, p. 36-45, 2006.
- BHATIA, V. K. Descriptive Statistics and Exploratory Analysis. In: PARSAD, R.; GUPTA, V. K.; BHAR, L. M.; BHATIA, V. K. **Advances in Data Analytical Techniques**, 1 ed.,

Nova Délhi, ICAR, Disponível em: <<http://www.iasri.res.in/ebook/EBADAT/index.htm>>. Acesso em: 2 ago. 2012.

BOBRUK, E. V.; MURASHKIN, M. Y.; KAZYKHANOV, V. U.; VALIEV, R. Z. Aging behavior and properties of ultrafine-grained aluminum alloys of Al-Mg-Si system. **Reviews on Advanced Materials Science**, São Petersburgo, v. 31 n. 2. p.109-115, abr. 2012.

BOHM, G.; ZECH, G. Hypotesis Tests. In: BOHM, G.; ZECH, G. **Introduction to Statistics and Data Analysis for Physicists**. Zeuthen, Deutches Elektronen-Synchrotron, 2010, pp. 245-286.

BROOKS, C. H. Heat Treating of Nonferrous Alloys. In: **ASM Handbook Volume 4**, 1 ed., Materials Park, ASM International, 1992, pp. 1826-1960.

BUSSAB, W. O. **Análise de Variância e de Regressão**. 2 ed. Atual Editora. 1988. 147p.

CANTÉ, M. V. **Solidificação Transitória, Microestrutura e Propriedades de Ligas Al-Ni**, 2009, 204f. Tese de Doutorado – UNICAMP, Campinas, 2009.

CALLISTER JR, W. D. **Fundamental of Materials Science and Engineering**, 5 ed., Nova York, John Willey & Sons, 2001, 920p.

CETINARSLAN, C. S. Effect of cold plastic deformation on electrical conductivity of various metals, **Materials and Design**, Vol.30, No.3, (Mai 2009) 671-673.

COSTA, G. B. **Variáveis Térmicas de Solidificação, Espaçamentos Dendríticos Secundários e Resistência à Corrosão de Ligas Hipoeutéticas Al-Ni**, 2008, 128f. Dissertação de Mestrado – PPGEM/UFPA, Belém/PA. 2008.

DA LUZ, A. B.; DAMASCENO, E. C. **Caulim um Mineral Industrial Importante**. CETM/CNPq, Série Tecnologia Mineral no 65, Rio de Janeiro, RJ. 29p. 1993.

FEITOSA, J. P. **Caracterização da Liga 6101 Refinada com a Adição de Diferentes Teores de Cobre e Solidificadas em Molde Unidirecional Horizontal e em Molde “U”**, 2007, 71f. Dissertação de Mestrado – PPGEM/UFPA, Belém/PA. 2007.

FERNANDEZ, H. J. L. **Influência do Teor de Solutos na Molhabilidade e Características Estruturais, Correlacionadas com Propriedades Mecânicas e Elétricas de Fios e Cabos para Transmissão e Distribuição de Energia nas Ligas Al-EC-0,7%Si[0,05%;0,15%]Ti**, 2011, 114f. Dissertação de Mestrado - PPGEM/UFPA, Belém/PA. 2011.

FINE, M. E., Precipitation Hardening of Aluminum Alloys, **Metall Trans A**, 6 (4), pp. 625–630 (1975).

FLOWING DATA **Box and Whisker plots**. Disponível em: <<http://flowingdata.com/2008/02/15/how-to-read-and-use-a-box-and-whisker-plot/>> Acesso em: 20 jun. 2013.

FULLER, C. B.; SEIDMAN, D. N.; DUNAND, D. C.; Mechanical properties of Al(Sc,Zr) alloys at ambient and elevated temperatures. **Acta Mater** 2003; 51: 4803-4814.

FURUSHIRO, N.; HORI, S. **Phase Decomposition Process of a Rapidly Solidified Al-3wt.%Hf-0.3wt.%Si Alloy During Aging, in Rapidly Quenched Metals**, In: Anais da 5^a Conferência Internacional em Metais Temperados, pp. 907–910, Elsevier Science Publishers, Wurzburg, 1985a.

FURUSHIRO, N.; HORI, S. A Possible Mechanism of Phase Transformation of Al₃Hf from L12 to D022 During Ageing in Rapidly Solidified Al-3Hf-0.3Si Alloy, *Acta Metall*, 33(5), pp.867-872, 1985b.

GARCIA, A. **Solidificação, Fundamentos e Aplicações**, 2 ed., Campinas, Unicamp, 2007, 399p.

GARCIA, A., QUARESMA, J. M. V.; CHEUNG, N. The effect of solidification thermal variables on surface quality of Al–Cu ingots. **Journal of Alloys and Compounds**. p.130–138, 2006.

GOMES, M. R.; BRESCIANI, E. F., **Propriedade e usos de metais não ferrosos**, 2 ed., São Paulo, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1976.

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

HULL, D; BACON, D. J. Strength of Crystalline Solids. In: HULL, D; BACON, D. J. **Introduction to Dislocations**. 4 ed., Oxford, Butterworth-Heinemann, 2001, pp. 193-236.

Inter Academy Council. **Um futuro com energia sustentável: iluminando o caminho**, 1 ed., São Paulo, FAPESP, 2007, 301p.

JI, S.; WATSON, D.; FAN, Z.; WHITE, M. Development of a super ductile diecast Al-Mg-Si alloy. **Materials Science and Engineering**: 556, 2012. 824-833.

KAKANI, S. L.; KAKANI, A. Electrical and Magnetic Properties of Materials. In: KAKANI, S. L.; KAKANI, A. **Material Science**. Nova Délhi, New Age International, 2004, pp. 431-487.

KARABAY, S. Modification of AA-6201 alloy for manufacturing of high conductivity and extra high conductivity wire with property of high tensile stress after artificial aging heat treatment for all-aluminum alloy conductors. **Materials and Design**, v. 27, n.10. p.821-832, ago.2006.

KAUFFMAN, J. G.; ROOY, E. L. The Influence and Control of Porosity and Inclusions in Aluminum Castings. In: KAUFFMAN, J. G.; ROOY, E. L. **Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications**, Materials Park, ASM International, 2004. pp.: 47-54.

KNIPLING, K. E., **Development of a Nanoscale Precipitation-Strengthened Creep-Resistant Aluminum Alloy Containing Trialuminide Precipitates**. Tese de Doutorado, Northwestern University, 241p, 2006.

KNIPLING, K.E.; DUNAND, D.C.; SEIDMAN, D.N., Z., Criteria for developing castable, creep-resistant aluminum-based alloys – A review. **Metallkd.** 2006, vol. 97, pp. 246–65.

KNIPLING, K. E.; DUNAND, D. C.; SEIDMAN, D. N. Nucleation and precipitation strengthening in dilute Al-Ti and Al-Zr alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 38A, n. 10, p. 2552-2563, set. 2007.

LESOUT, G. Principles of Solidification – Basic Concepts in Crystal Growth and Solidification. In: ASM International. **ASM Handbook Volume 15: Casting**, Materials Park, ASM International, 1992. pp.: 231-244.

LOBO, J. B. A. **Correlação entre as propriedades mecânicas e elétricas da liga Al-0,4%Si-0,6%Mg não refinada, modificada com teores de cobre**. 2007. 67 f. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Mecânica) – PPGEM/UFPA, Belém, 2007.

MARQUES, P. R. R. **Caracterização Térmica, Mecânica e Elétrica da Liga Al-0,6%Mg-0,8%Si Refinada e Modificada com Diferentes Teores de Cobre**, 2008. 106f. Dissertação de Mestrado – PPGEM/UFPA, Belém/PA, 2008.

MARTINOVA, Z.; DAMGALIEV, D.; HIRSH, M. The effect of room temperature pre-aging on tensile strength and electrical properties of thermomechanically treated Al-Mg-Si alloy. **Journal of Mining and Metallurgy**, v. 38, n. (1-2)B. p.61-73, fev. 2002.

MERCÊS, M. P. **Influência dos parâmetros térmicos nas propriedades eletromecânicas e estruturais de ligas de alumínio modificadas com Fe**. 2008. 56 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica) – UFPA, Belém, 2008.

MEYER, M.; CHAWLA, K. Geometry of Deformation and Work-Hardening. In: MEYER, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**. Nova York, Cambridge, 2009, pp. 369-399.

MORGAN MMS. *Cadinhos de Carbetto de Silício*. São Bernardo do Campo, 4p. a.

MORGAN MMS. *Cuidados, uso e Informações de Segurança de Cadinhos*. São Bernardo do Campo, 2p. b.

NASCIMENTO, C. A. M.; GIUDICE, E. B.; MOURÃO, M. A.; BRITO, J. M. C.; ASSUNÇÃO, J. M.; FONSECA, B. Q. A.; FERREIRA, V. O. A. H. L.; BRACARENSE, A. Q.; UEDA, S. **Aumento da capacidade de transmissão de linhas aéreas, utilizando cabo CAA de liga de alumínio termorresistente (TAL)**. In: Seminário Nacional de Produção e Transmissão de Energia Elétrica, 15., 1999, Foz do Iguaçu, *Anais...Foz do Iguaçu*, 1999.

NIS/SEMATEC **e-Handbook of Statistical Methods**. Disponível em: <<http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/>>, 2012. Acesso em: 20 jan. 2013.

OKAMOTO, T.; KISHITAKE, K. Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys. **Journal of Crystal Growth**, v. 29, p. 137-146, jun. 1975.

OSÓRIO, W. R.; GARCIA, A. Modeling dendritic structure and mechanical properties of Zn-Al alloy as a function of solidification conditions. **Materials Science and Engineering A**, n.325, p.103-111. 2002.

PADILHA, A. F. Propriedades Elétricas. In: PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura, Propriedades**. Curitiba, Hemus, 2000, pp. 271-288.

PEREPEKZO, J. H. Principles of Solidification – Nucleation Kinetics. In: ASM International. **ASM Handbook Volume 15: Casting**, Materials Park, ASM International, 1992. pp.: 212-230.

PETERNELLI, L. A.; MELLO, M. P. **Conhecendo o R, uma Visão Estatística**, 1 ed., Viçosa, UFV, 2011, 185p.

PRAZERES, U. R. **Avaliação do Efeito do Ferro na Formação da Macroestrutura, Propriedades Mecânicas e Elétricas do Alumínio Eletrocondutor**, 2006. 56 f. Trabalho de conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica) – UFPA, Belém, 2006.

QUARESMA, J. M. V. **Correlações entre Condições de Solidificação, Microestrutura e Resistência Mecânica**, 1999. 323f. Tese de Doutorado – FEM/UNICAMP, CAMPINAS, 1999.

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

RAGHAVAN, V. Al-Mg-Ni (Aluminum Magnesium Nickel). **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, V.30. n.3. pp.274-275, jun. 2009.

RÉGIS JR, O.; BEZERRA, J. M. B.; DOMINGUES, L. A. M. C.; UEDA, S. M. **A utilização de condutores de liga de al termo-resistente na repotencialização de LT de transmissão e sub-transmissão**. In: Seminário Nacional de Produção e Transmissão de Energia Elétrica, 15., 1999, Foz do Iguaçu, *Anais*..Foz do Iguaçu, 1999.

RODRIGUES, J. R. P. **Efeito da Composição nos Parâmetros Térmicos e Estruturais de Ligas Al-Mg Solidificadas Unidirecionalmente**, 2007. 184f. Tese de Doutorado – FEM/UNICAMP, CAMPINAS, 2007.

ROOY, E. L. Aluminum and Aluminum Alloys. In: *ASM International, ASM Handbook Volume 15: Casting*, Materials Park, ASM International, 1992. pp.: 1622-1697.

ROSA, D. M. **Estruturas Celulares, Transição Celular/Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória**, 2007. 199f. Tese de Doutorado – FEM/UNICAMP, CAMPINAS, 2007.

ROYSET, J.; RYUM, N., Scandium in Aluminium Alloys, **Int Mater Rev**, 50 (1), pp. 19–44 2005.

RUSSEL, A. M.; LEE, K. L. **Structure-Property Relations in Nonferrous Metals**, New Jersey, John Willey & Sons, 2005, 519p.

SANTOS, W. L. R. **Efeito de Teores de Zr sobre as propriedades Mecânicas e Elétricas de Ligas Al-EC-Si Aplicadas na Elaboração de Ligas para Tx e Dx de Energia Elétrica**, 2010. 101f. Dissertação de Mestrado - PPGEM/UFPA, Belém, 2010.

SANTOS, E. D. C.; CAVALCANTE, F. A. J.; FEITOSA, J. P.; PRAZERES, U. R.; QUARESMA, J. M. V. **Investigações preliminares sobre uma nova liga para fins de transmissão e distribuição de energia elétrica**. in: 60º Congresso da ABM, 2005, Belo Horizonte. Anais do 60º Congresso da ABM, São Paulo: ABM, 2005.

SHACKELFORD, J. F. Materials for Engineering. In: SHACKELFORD, J. F. **Introduction to Materials Science for Engineers**. Londres, Prentice Hall, 2000a, pp. 1-19

SHACKELFORD, J. F. Mechanical Behavior. In: SHACKELFORD, J. F. **Introduction to Materials Science for Engineers**. Londres, Prentice Hall, 2000b, pp. 185-249

SHACKELFORD, J. F. Electrical Behavior. In: SHACKELFORD, J. F. **Introduction to Materials Science for Engineers**. Londres, Prentice Hall, 2000c, pp. 546-589.

SHEPPARD, T., **Extrusion of Aluminum Alloys**, 1 ed., Dordrecht, Kluwer Academic Publishers, 1999.

SILVA, J. N. S. **Projeto, Construção e Aferição de um Dispositivo de Solidificação Unidirecional Horizontal Refrigerado à Água**, 2007. Dissertação de Mestrado - PPGEM/UFPA, Belém, 2007.

SILVA, M. A. P. S. **Solidificação Transitória de Ligas dos Sistemas Monotéticos Al-Bi, Al-Pb e Al-In**, 2011. 168f. Tese de Doutorado – FEM/UNICAMP, CAMPINAS, 2011.

SILVA, S. P. CAULIM. In: Departamento Nacional de Produção Mineral. **Balanco Mineral Brasileiro**. 2001, pp. 1-13.

SMALLMAN, R. E.; NGAN, A. H. W. **Physical Metallurgy and Advanced Materials**, 7 ed., London, Elsevier, 2007, 673p.

SMYEAKE, B. **Influence of temperature and time of ageing on 6201 grade AlMgSi wire and rod**. In: Metal, 5., 2011, Brno, Rep.Checa, Brno: VSB, 2011.

SPINELLI, J. E.; CANTÉ, M. V.; CHEUNG, N.; NOËL, N. M.; GARCIA, A. SEM Characterization of Al₃Ni Intermetallics and its Influence on Mechanical Properties of Directionally Solidified Hypoeutectic Al-Ni Alloys. **Materials Science Forum**, V.636-637. p.465-470, jan.2010.

SPIEGEL, M. R. **Estatística**. São Paulo: Makron, 1994.

STADLER, F.; ANTREKOWITSCH, H.; FRAGNER, W.; KAUFMAN, H.; UGGOWITZER, P. J. The effect of Ni on the high-temperature strength of Al-Si cast alloys, **Materials Science Forum**, V.690, pp.274-277, 2011.

STATISTICS CANADÁ, **Constructing Box and Whisker Plots**. Disponível em: <http://www.statcan.gc.ca/edu/power-pouvoir/ch12/5214889-eng.htm>, Acesso em: 9 jun. 2013.

TABACHNIK, B. G.; FIDELL, L. S. **Using Multivariate Statistics**, 4 ed., Nova York, Allyn and Bacon, 2001, 966p.

The Aluminum Association a. **Electrical Industry**, Disponível em: <<http://www.aluminum.org/Content/NavigationMenu/TheIndustry/Electrical/default.htm>> . Acesso em: 26 jul. 2012.

The Aluminum Association b. **Auto & Truck**, Disponível em: <http://www.aluminum.org/Content/NavigationMenu/TheIndustry/TransportationMarket/AutoTruck/default.htm> >. Acesso em: 25 jul. 2012.

The Aluminum Association. **Primary Production**, Disponível em: <<http://www.aluminum.org/Content/NavigationMenu/NewsStatistics/StatisticsReports/PrimaryProduction/default.htm>>. Acesso em 10 jan. 2013.

VENTURA, O. S. P. **Avaliação das Propriedades Mecânicas e Elétricas da Liga 6201 não Refinada, Modificada com os Teores de Cobre (0,05 e 0,3)% para Transporte de Energia Elétrica**, 2009. 76f. Dissertação de Mestrado – PPGEM/UFPA, Belém/PA. 2009.

VERRAN, G. O., PALOSHI JR. J.; NETO, A. E. Método Alternativo para Medição do índice de Fluidez de Ligas de Al em Coquilhas. **Fundição e Serviços**, n° 134, pp.70-79, fevereiro, 2004.

WALCK, C. **Hand-book on Statistical Distributions for experimentalists**, 3 ed., Estocolmo, Fysikun, 2007, 202p.

YANG, D.; LI, X.; HE, D.; NIE, Z.; HUANG, H., Microstructural and mechanical property characterization of Er modified Al-Mg-Mn alloy Tungsten Inert Gas welds. **Materials and Design**: 34, (2012). 655-659.

YUAN, W.; LIANG, Z. Effect of Zr addition on properties of Al-Mg-Si aluminum alloy used for all aluminum alloy conductors. **Materials and Design**, v. 32, n. 8-9,p. 4195-4200, abr. 2011.

ZHOU, W. W.; CAI, B.; LI, W. J.; LIU, Z. X.; YANG, S. Heat- resistant Al-0.2Sc-0.04Zr electrical conductor. **Materials Science and Engineering A**, v. 552, n. 353-358, mai.2012.