

CAPÍTULO 19

INFLUÊNCIA DO ESPAÇAMENTO DENDRÍTICO SECUNDÁRIO NA DUREZA DA LIGA CU-14AL-5NI-5FE OBTIDA POR SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL

Data de aceite: 01/07/2020

Data de submissão: 08/05/2020

Rogério Teram

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo – IFSP
São Paulo – SP
<http://lattes.cnpq.br/4022090335939212>

Givanildo Alves dos Santos

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo – IFSP
São Paulo – SP
<http://lattes.cnpq.br/0046237693009702>

Maurício Silva Nascimento

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo – IFSP
São Paulo – SP
<http://lattes.cnpq.br/0654610769101785>

Antonio Augusto Couto

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN
Universidade Presbiteriana Mackenzie – UPM
São Paulo – SP
<http://lattes.cnpq.br/2893737202813850>

Vinícius Torres dos Santos

Termomecanica São Paulo S.A. – TM
Centro Educacional da Fundação Salvador Arena – CEFSA
São Bernardo do Campo – SP
<http://lattes.cnpq.br/5999855342195422>

Márcio Rodrigues da Silva

Termomecanica São Paulo S.A. – TM
Centro Educacional da Fundação Salvador Arena – CEFSA
São Bernardo do Campo – SP
<http://lattes.cnpq.br/8275374225297308>

RESUMO: O objetivo deste trabalho é analisar a influência dos espaçamentos dendríticos secundários na dureza da liga Cu-14Al-5Ni-5Fe após o processo de solidificação. A liga foi solidificada em um dispositivo de solidificação direcional ascendente sendo o calor extraído através de refrigeração à água em uma base de aço SAE 1020. As medições dos espaçamentos dendríticos secundários foram obtidas por meio de microscopia óptica com *software* acoplado. As variáveis térmicas de solidificação como velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) e taxa de resfriamento (T_R) foram avaliadas em função da distância da superfície de extração de calor. A dureza e os espaçamentos dendríticos secundários foram correlacionados com as posições dos termopares devidamente dispostos no lingote. Em função dos resultados obtidos, conclui-se que maiores taxas de resfriamento apresentam espaçamentos dendríticos secundários mais refinados que propiciam maiores valores de dureza.

PALAVRAS-CHAVE: Liga Cu-14Al-5Ni-5Fe. Solidificação. Dureza. Espaçamentos dendríticos secundários.

INFLUENCE OF THE SECONDARY DENDRITE ARM SPACING ON THE HARDNESS OF THE CU-14AL-5NI-5FE ALLOY OBTAINED BY UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION

ABSTRACT: The objective of this paper is to analyze the influence of the secondary dendrite arm spacings on the hardness of the Cu-14Al-5Ni-5Fe alloy after the solidification process. The alloy was solidified in an ascending directional solidification device with the heat being extracted through water cooling on a SAE

1020 steel base. Measurements of secondary dendrite arm spacings were obtained by optical microscopy with coupled software. The solidification thermal variables such as tip growth rate (V_L) and cooling rate (T_R) were evaluated as a function of the distance of the heat extraction surface. The hardness and secondary dendrite arm spacings were correlated with the positions of thermocouples duly arranged in the ingot. Due to the results obtained, it was concluded that higher cooling rates have more refined secondary dendrite arm spacings that provide higher hardness values.

KEYWORDS: Cu-14Al-5Ni-5Fe alloy. Solidification. Hardness. Secondary dendrite arm spacings.

1 | INTRODUÇÃO

Condições severas de aplicação de materiais de engenharia e a crescente necessidade de redução de custos e de massa nos produtos atuais exigem desenvolvimentos de novas ligas.

O cobre puro possui excelente condutividade (elétrica e térmica) e elevada resistência à corrosão, porém sua utilização acaba sendo limitada pela baixa resistência mecânica, que apresenta valores de resistência à tração próximos de 170 MPa. Torna-se relevante nesse caso, o estudo de ligas de cobre de modo a assegurar a sua excelente condutividade e resistência à corrosão, bem como obter propriedades mecânicas melhores ampliando assim seu campo de utilização.

O aumento do teor de alumínio em ligas comerciais do grupo bronze-alumínio-níquel (NAB, do inglês *nickel aluminum bronze*) pode ser uma alternativa para aumentar a dureza da liga com redução da massa específica e do custo, uma vez que na liga proposta (Cu-14Al-5Ni-5Fe) são adicionados 4% em massa de alumínio e removidos 4% em massa de cobre em comparação com a liga comercial (Cu-10Al-5Ni-5Fe).

Estudos sobre as transformações de fases que ocorrem durante a solidificação de uma liga são indispensáveis, tendo em vista que variáveis térmicas de solidificação como velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) e a taxa de resfriamento (T_R) influenciam na formação das fases e dos intermetálicos.

A solidificação direcional ascendente consiste em resfriar um metal de baixo para cima. Isso é alcançado através do resfriamento da superfície inferior do molde evitando-se ao mesmo tempo a extração de calor pelas paredes laterais do molde (GARCIA, 2007) permitindo minimizar os efeitos de convecção no metal líquido.

Nas ligas de Cu-Al-Ni-Fe o componente alumínio é o principal elemento de liga com teor variando entre 8% e 13%. Maiores quantidades de alumínio são usadas para obter alta dureza e reduzir a ductilidade da liga. No entanto, altos níveis de alumínio (acima de 11%) permitem o surgimento da fase Υ_2 que eleva a propriedade mecânica, no entanto deixa a liga sensível e à corrosão.

O níquel é adicionado em quantidades que variam de 1% a 7% e sua adição melhora a resistência à corrosão, aumenta a resistência mecânica e contribui para o aumento da resistência à erosão em ambientes com alta velocidade de fluxo de água. O ferro por sua vez é adicionado à liga para refinar a estrutura e aumentar a resistência. A baixa solubilidade do ferro a baixas temperaturas nessas ligas é a principal razão para o aparecimento de precipitados ricos em ferro, que podem ser

combinados para produzir as propriedades mecânicas necessárias (RICHARDSON, 2016 apud NASCIMENTO *et al.*, 2019).

As fases presentes na microestrutura das ligas de cobre-alumínio-níquel-ferro são consideradas complexas, pois uma quantidade elevada de intermetálicos se formam durante o resfriamento (CULPAN e ROSE, 1978; WESTON, 1981; JAHANAFROOZ *et al.*, 1983; MEIGH, 2000 apud SANTOS, 2017). As fases da liga estudada podem ser vistas no diagrama de fases do sistema cobre-alumínio com adição de 5% de níquel e 5% de ferro, conforme ilustrado na Figura 1. Considerando 14% (em massa) de alumínio, nota-se a presença de fases sólidas como alfa (α), beta (β), kappa (κ) e gama 2 (γ_2), as quais apresentam morfologias e composições químicas distintas, interferindo, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas da liga (FAIRES, 2003; PIERCE, 2004; RICHARDSON, 2016 apud SANTOS, 2017).

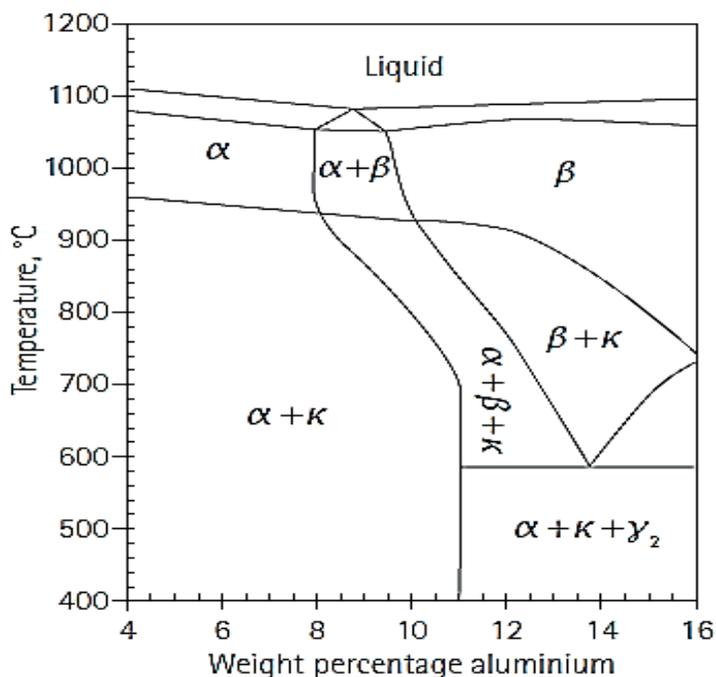


Figura 1 – Diagrama pseudo binário parcial da liga Cu-Al com adição de 5% de níquel e 5% de ferro.

Fonte: MEIGH, 2000 apud RICHARDSON, 2016.

Em ligas de NAB é importante ressaltar a diferença entre o ponto eutetoide ($\beta \rightarrow \alpha + \gamma_2$) com a transformação eutetoide ($\beta \rightarrow \alpha + \kappa_{III}$) que ocorre durante a cristalização como ilustrado na Figura 2.

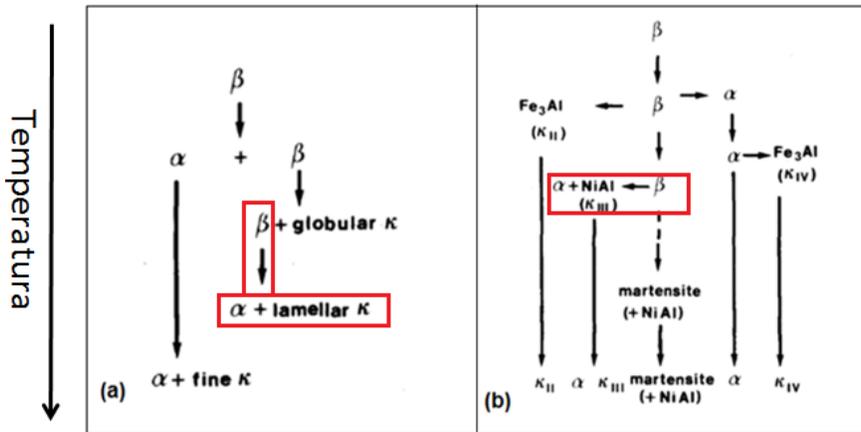


Figura 2 – Desenvolvimento da cristalização, formação das fases e dos intermetálicos em função do resfriamento lento para a liga Cu-10Al-5Ni-5Fe, (a) modelo proposto por CULPAN e ROSE (1978), (b) modelo proposto por JAHANAFROOZ *et al.* (1983).

Estudos relacionados a processos de solidificação mostram a influência da microestrutura resultante nas propriedades mecânicas de ligas metálicas (NASCIMENTO *et al.*, 2017; NASCIMENTO *et al.*, 2018; NASCIMENTO *et al.*, 2019; SANTOS *et al.*, 2017; TERAM *et al.* 2019). O objetivo deste trabalho foi estudar a solidificação direcional ascendente da liga Cu-14Al-5Ni-5Fe por meio do monitoramento da temperatura em função do tempo em pontos específicos do molde de modo que se possa obter correlações entre V_L e T_R em função da distância da superfície de troca de calor (P); obter correlações entre dureza (HB) e as variáveis térmicas; e a correlação entre dureza (HB) e os espaçamento dendrítico secundário.

2 I MATERIAIS E MÉTODOS

O dispositivo de solidificação direcional ascendente tem formato cilíndrico (Figura 3), revestido internamente com material refratário e externamente com chapa de aço. O calor para manter o metal líquido aquecido antes do processo de resfriamento é gerado por resistências elétricas controladas por um painel externo. Dois tubos servem de suporte para a placa de troca de calor e a lingoteira, sendo o externo de aço SAE 1020 e o interno de aço inoxidável AISI 304. Entre estes dois tubos foi colocado cimento refratário para aumentar o isolamento no espaço interno do forno. Um tubo dentro dos dois tubos de suporte direciona o jato de água para uma placa responsável pela remoção do calor do metal fundido. Esta placa de aço SAE 1020 tem 5 mm de espessura. A superfície superior da placa, que estará em contato com o metal líquido, foi lixada com lixas de até 600 *mesh*. A lingoteira, construída de aço inoxidável AISI 304, tem altura de 160 mm, diâmetro interno de 60 mm e externo de 76 mm. Para a aquisição dos dados de temperatura foram utilizados termopares tipo K posicionados a 4, 8, 12, 16, 35 e 53 mm em relação à posição da superfície superior da placa de troca de calor. Estes termopares foram

conectados aos dispositivos de aquisição de dados NI 9212 e NI cDAQ 9171, ambos da marca *National Instruments*, responsáveis por enviar, via cabo USB, os dados coletados para um computador. Os dados de temperatura obtidos pelos termopares foram registrados na frequência de um dado por segundo.

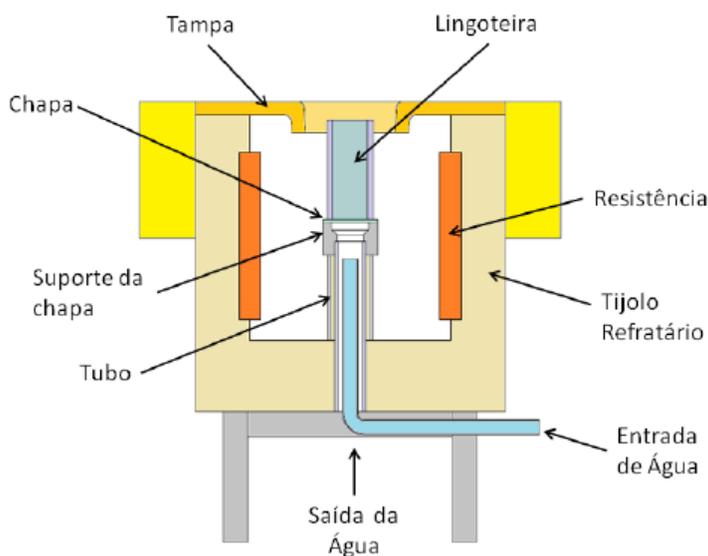


Figura 3 – Ilustração esquemática do forno de solidificação unidirecional ascendente.

Fonte: NASCIMENTO *et al.*, 2017.

A liga foi aquecida à temperatura acima da temperatura *liquidus* em um forno elétrico tipo mufla, da marca Fortelab, utilizando um cadinho de carbeto de silício, da marca Corona, revestido internamente com cimento refratário tipo QF-180, da marca Unifrax. Após a fusão, o cadinho foi removido do forno e o metal líquido foi vazado na lingoteira revestida internamente com cimento refratário posicionada no dispositivo de solidificação direcional ascendente. O resfriamento do metal líquido dentro da lingoteira deu-se através de jato d'água na placa de troca de calor a uma vazão de 18 L/min. A composição química da liga foi analisada utilizando espectrometria por fluorescência de raios X (XRS) usando um espectrômetro rápido da marca Panalytical Magix.

A velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) foi calculada pela derivação da função $P = f(t)$. Essa função é a relação entre a posição do termopar (P) e o intervalo de tempo entre o início do resfriamento da liga e o tempo em que a temperatura *liquidus* (T_L) é observada em cada termopar. Com isso, a V_L corresponde à velocidade da passagem frontal de solidificação em cada termopar. Os valores da taxa de resfriamento (T_R) para cada posição no termopar foram

obtidos experimentalmente a partir dos valores de variação de temperatura em função do tempo, a uma temperatura antes e após a temperatura *liquidus* ($\Delta T/\Delta t$). Para análise metalográfica, amostras de seções transversais do lingote fundido foram selecionadas. As superfícies analisadas das amostras foram selecionadas de diferentes posições (P) em relação à superfície de troca de calor. Estas distâncias foram de 4, 8, 12, 16, 26, 35 e 53 mm. Cada amostra foi embutida em baquelite, lixada com lixas de diferentes granulações e polida com pasta diamantada de 6 μm . O reagente utilizado para revelar a microestrutura consistiu de uma solução de 10,7% de HCl, 3,4% de Fe_3Cl e 85,9% de água destilada. O tempo de reação foi de 25 segundos. Um microscópio óptico, modelo AxioVert.A1, da marca Zeiss, foi usado para medição dos espaçamentos dendríticos secundários. As características mecânicas foram avaliadas pelo teste de dureza, segundo norma ASTM E10-12, em um durômetro Wilson UH-930 utilizando carga de 62,5 kgf e esfera de 2,5 mm de diâmetro. O teste de dureza foi realizado em 5 pontos de cada posição no termopar.

3 | RESULTADOS

A Tabela 1 apresenta os resultados da composição química obtida no processo de solidificação da liga.

Elemento	Al	Ni	Fe	Outros	Cu
% massa	14,23	5,44	5,39	0,34	Restante

Tabela 1 – Composição química do lingote (% massa).

Na Tabela 2 são mostrados os valores médios de dureza, na escala Brinell, e os valores médios dos espaçamentos dendríticos secundários (EDS) para as posições de 4, 8, 12, 16, 26, 35 e 53 mm, porém não foi possível medir os espaçamentos dendríticos secundários para as posições 4, 8 e 12 mm.

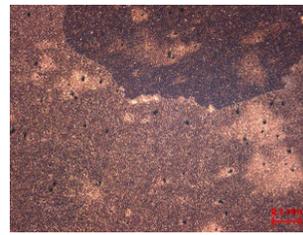
Posição (mm)	4	8	12	16	26	35	53
Dureza (HB)	289,8	283,0	281,8	280,0	279,6	278,0	273,2
EDS (μm)	-	-	-	88,3	102,3	114,6	131,7

Tabela 2 – Valores médios de dureza e EDS por posição.

A estrutura obtida no processo de solidificação direcional ascendente da liga Cu-14Al-5Ni-5Fe foi do tipo globular com crescimento dendrítico multidirecional e pode ser observada na Figura 4 com ampliação de 50x.



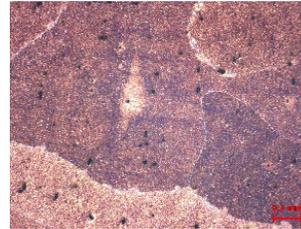
(a) 4 mm



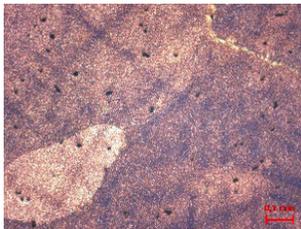
(b) 8 mm



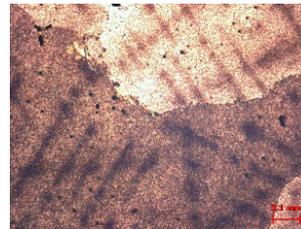
(c) 12 mm



(d) 16 mm



(e) 26 mm



(f) 35 mm



(g) 53 mm

Figura 4 – Microestrutura transversal em relação ao ponto de extração de calor.

Por meio dos dados obtidos durante a solidificação do lingote e tendo como referência a temperatura *liquidus* da liga, obteve-se o gráfico e a equação mostrada na Figura 5. Os valores apresentados nos gráficos a seguir foram obtidos pelo método dos mínimos quadrados utilizando o *software* Origin.

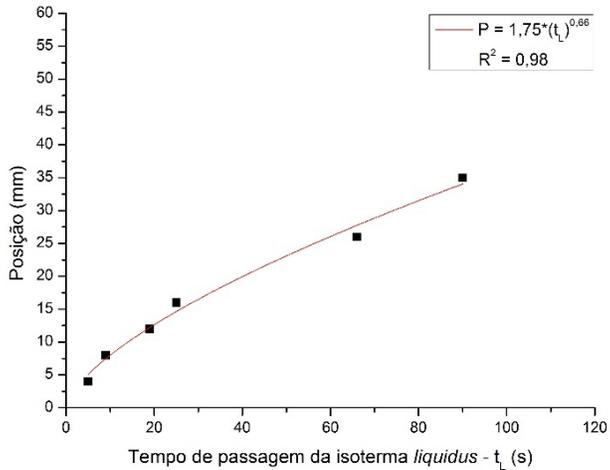


Figura 5 – Posição (P) em função do tempo de passagem da isoterma *liquidus* (t_L).

A Figura 6 apresenta o parâmetro térmico V_L obtido experimentalmente em função da distância até a superfície de troca de calor (P). Os valores da V_L diminuíram com maiores valores de P.

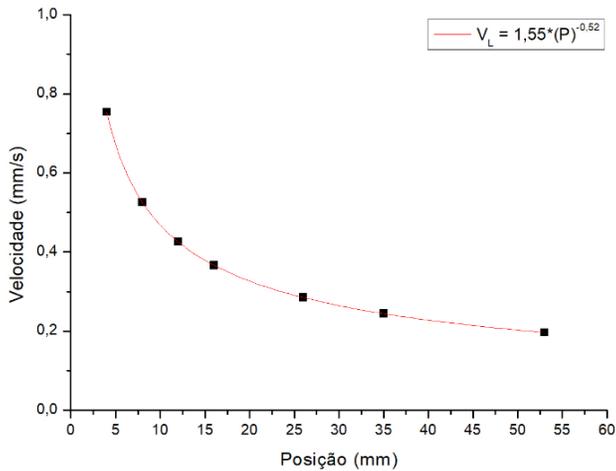


Figura 6 – Velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) em função da posição (P).

A Figura 7 mostra o parâmetro térmico T_R , obtido experimentalmente, também em função da distância até a superfície de troca de calor (P). Os valores da T_R , semelhante a V_L , diminuíram com o aumento da distância da superfície de troca de calor (P).

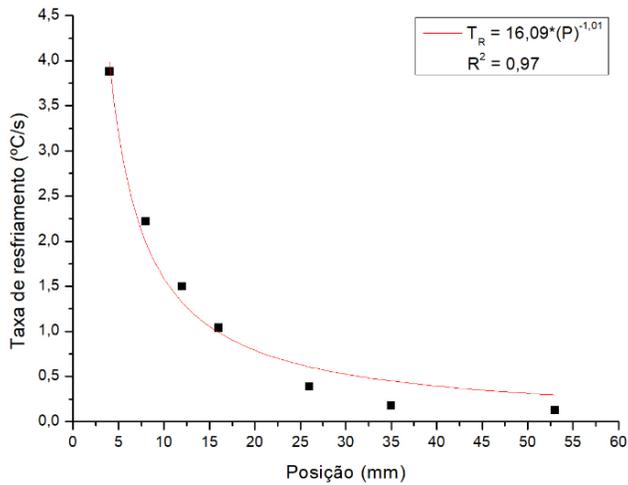


Figura 7 – Taxa de resfriamento (T_R) em função da posição (P).

A Figura 8 permite ver a correlação dos valores de dureza com as posições analisadas definindo uma equação experimental. O gráfico mostra que posições mais próximas da base da lingoteira apresentam durezas superiores em relação as posições mais afastadas da base.

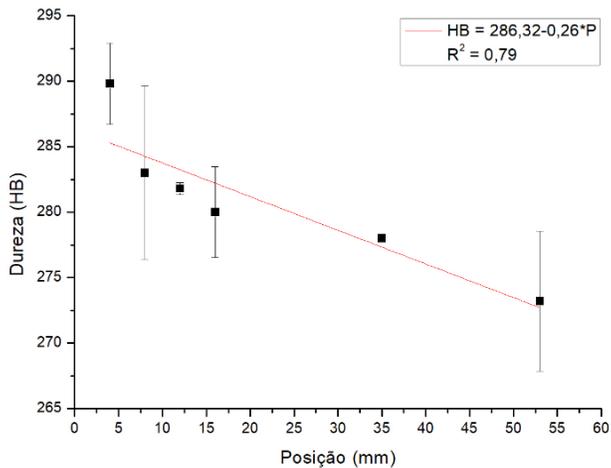


Figura 8 – Dureza em função da posição (P).

A Figura 9 relaciona os valores de espaçamentos dendríticos secundários com as posições analisadas mostrando que posições mais próximas da base da lingoteira apresentam espaçamentos dendríticos secundários menores em relação as posições mais afastadas do ponto de extração de calor.

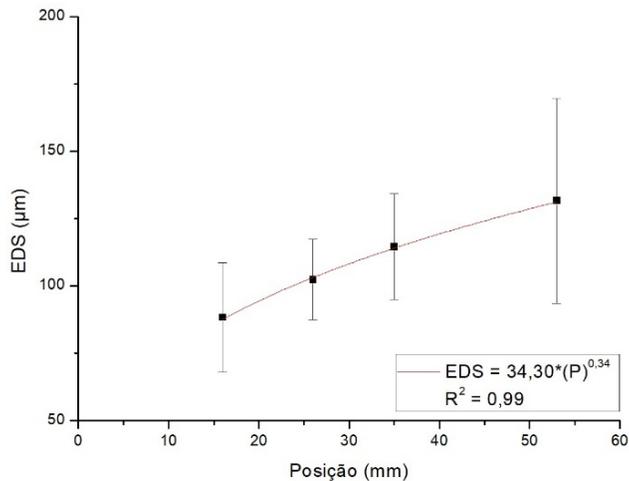


Figura 9 – Espaçamento dendrítico secundário (EDS) em função da posição (P).

Na Figura 10 são relacionados os valores médios de dureza com os espaçamentos dendríticos secundários, notando-se que espaçamentos dendríticos secundários maiores resultam em valores de durezas menores.

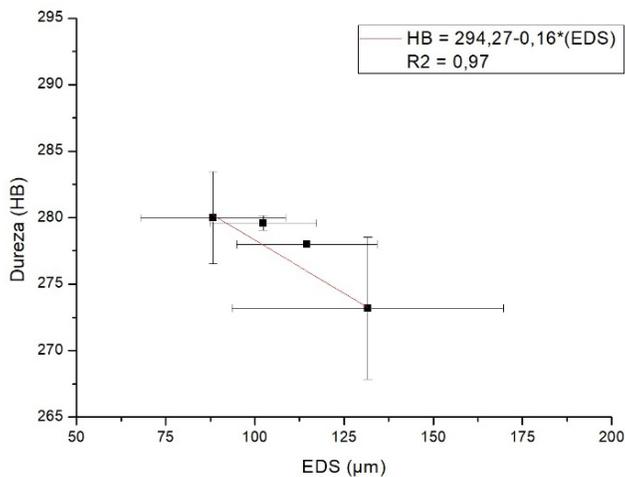


Figura 10 – Espaçamento dendrítico secundário (EDS) em função da dureza.

4 | CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, nota-se que os valores da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), da taxa de resfriamento (T_R) e os valores médios de dureza são maiores para as posições mais próximas da superfície de troca de calor enquanto que os valores médios de espaçamentos dendríticos

secundários são maiores quanto maior for a distância do ponto de extração de calor.

Analisando as micrografias ópticas transversais para a liga, a mesma apresenta uma morfologia difusa com pequenas microestruturas no interior do grão. Na posição $P = 4$ mm, observa-se que os grãos são menores que os da posição $P = 53$ mm. Na posição $P = 53$ mm, observou-se que os braços dendríticos tinham uma cor escura. A capacidade de observar os braços dendríticos em posições de maior valor de P e não em valores menores mostra que o tamanho do grão aumenta à medida que o valor de P aumenta.

Comparando os valores do EDS com a dureza observou-se que para espaçamentos dendríticos secundários maiores os valores de dureza diminuíram.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Termomecânica São Paulo S. A. e ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP) pela parceria no desenvolvimento de pesquisas em solidificações de materiais, e ao apoio fornecido pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

REFERÊNCIAS

ASTM E10. **Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials**; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2012.

CRUZ, R. A. **Estudo sobre a influência das variáveis térmicas de solidificação na microestrutura e nas propriedades mecânicas da liga Cu-8,5%Sn**. 2018. Dissertação (Mestrado Acadêmico em Engenharia Mecânica) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo, São Paulo, 2018.

CULPAN, E. A.; ROSE, G. Microstructural characterization of cast nickel aluminum bronze". **Journal of Materials Science**, vol. 13, p. 1647-1657, 1978.

FAIRES, K. B. **Characterization of microstructure and microtexture in longitudinal sections from friction stir processed nickel aluminum bronze**. 2003. Thesis (Master of Science in Mechanical Engineering) – Naval Postgraduate School. Monterey, California, 2003.

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. 2. ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2007.

JAHANAFROOZ, A. *et al.* Microstructural development in complex nickel aluminum bronzes. **Metallurgical Transaction A**, v. 14A, p. 1951-1956, 1983.

MEIGH, H. J. **Cast and wrought aluminum bronzes properties, processes and structure**. London: IOM Communications, 2000.

NASCIMENTO, M. S. *et al.* Correlação entre variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e resistência mecânica da liga Al-10%Si-2%Cu. **Matéria (Rio de Janeiro)**, Rio de Janeiro, v. 22, n. 1, e11774, 2017. Disponível em <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1517-70762017000100403&lng=pt&nrm=iso>. Acesso em 07 maio 2020. Epub 06-Abr-2017. <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620170001.0106>.

NASCIMENTO, M. S. *et al.* An Experimental Study of the Solidification Thermal Parameters Influence upon Microstructure and Mechanical Properties of Al-Si-Cu Alloys. **Materials**

Research, São Carlos, v. 21, n. 5, e20170864, 2018. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2017-0864>.

NASCIMENTO, M. S.; SANTOS, G. A.; TERAM, R.; SANTOS, V. T.; SILVA, M. R.; COUTO, A. A. Effects of Thermal Variables of Solidification on the Microstructure, Hardness, and Microhardness of Cu-Al-Ni-Fe Alloys. **Materials**, 2019, 12 (8), 1267. <https://doi.org/10.3390/ma12081267>.

PIERCE, F. A. **The isothermal deformation of nickel aluminum bronze in relation to friction stir processing**. 2004. Thesis (Master of Science in Mechanical Engineering) – Naval Postgraduate School, Monterey – California, 2004.

RICHARDSON, I. Guide to nickel aluminum bronze for engineers. **Copper Development Association**, n. 222, 2016.

TERAM, R. *et al.* Influência das variáveis térmicas de solidificação na microestrutura e dureza da liga Cu-14Al-5Ni-5Fe. In: 10º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, 2019, São Carlos. **Anais eletrônicos**... Disponível em <<https://doi.org/10.26678/ABCM.COBEP2019.COF2019-0542>>. Acesso em 07 maio 2020.

SANTOS, G. A.; GOULART, P. R.; COUTO, A. A.; GARCIA, A. Primary Dendrite Arm Spacing Effects upon Mechanical Properties of an Al 3wt%Cu 1wt%Li Alloy. In: Andreas Ochsner; Holm Altenbach. (Org.). **Advanced Structured Materials**. 1 ed. Singapore: Springer Singapore, v. 33, p. 215-229, 2017. https://doi.org/10.1007/978-981-10-1602-8_19

SANTOS, V. T. **Correlação entre as variáveis térmicas de solidificação, microestrutura, microdureza e dureza da liga bronze alumínio níquel – CuAl10Ni5Fe5**. 2017. Dissertação (Mestrado Acadêmico em Engenharia Mecânica) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo, São Paulo, 2017.

WESTON, G. M. Survey of nickel aluminum bronze casting alloys for marine applications. **Commonwealth of Australia**, Department of Defense, Report MRL-R-807, Melbourne, 1981.