

ANÁLISE EXPERIMENTAL DAS VARIÁVEIS TÉRMICAS DURANTE A SOLIDIFICAÇÃO UNIDIRECIONAL E SEU EFEITO NO TAMANHO DE GRÃO DO ALUMÍNIO COMERCIALMENTE PURO.

Wysllan J. Lima Garção, wysllan.lima@ifrj.edu.br¹²
Alexandre Ferreira Furtado, alexandrefurtado@id.uff.br¹
Nilmara Almeida Guimaraes, nilmara.guimaraes@ifrj.edu.br²
Roberto Carlos Sales, rcsalesvr@gmail.com¹
Tiago Alves de Sousa, eng.metalthiago@hotmail.com¹
Janayna Passos, janajp_2005@hotmail.com¹
Thamara Silva, thamara.silva@csn.com.br¹
Wemberson Bitencourt Chrisóstimo, wembersonbc@uol.com.br¹

¹ Universidade Federal Fluminense, Av. dos Trabalhadores 420 - Vila Sta. Cecília 27255-125, Volta Redonda- RJ, Brasil.

²Instituto Federal do Rio de Janeiro, R. Antônio Barreiros, 212 - Nossa Sra. das Gracas CEP 27213-100, Volta Redonda-RJ, Brasil.

Resumo:

O processo de solidificação inicia-se quando o material em seu estado líquido atinge, durante o resfriamento, as condições termodinâmicas favoráveis à transformação da fase líquida para a fase sólida. Estudos demonstram que o controle das variáveis térmicas em condições transitórias ao fluxo de calor, como: a velocidade da interface sólido/líquido (VL), gradiente térmico sólido/líquido (GL), taxa de resfriamento ($\dot{T}$) são significativas para o controle da solidificação que impacta diretamente nas propriedades dos materiais, pois afeta a microestrutura dos mesmos. O objetivo do presente trabalho é analisar experimentalmente as variáveis térmicas na solidificação do alumínio comercialmente puro e estudar o efeito na formação microestrutural. As variáveis térmicas serão obtidas experimentalmente, por meio dos perfis de temperatura ao longo do lingote durante a solidificação. As amostras serão retiradas em diferentes posições do lingote para caracterização microestrutural. Por meio do microscópio óptico serão medidos os tamanhos de grão. Espera-se ao final estabelecer a relação entre as variáveis térmicas e o tamanho de grão do alumínio puro solidificado em condições transientes de extração de calor.

Palavras-chave: Al-puro, solidificação unidirecional, variáveis térmicas, tamanho de grão.

1. INTRODUÇÃO

O alumínio é um metal, encontrado em abundância na natureza, que possui um aspecto fosco na cor cinza (Peixoto, 2001). Por ser abundante e em função das suas propriedades, o alumínio torna-se um material de baixo custo que possui uma ampla aplicabilidade, podendo ser encontrado desde processos de estampagem incremental, devido à alta resistência a corrosão, até em indústrias automotivas, por ser um material resistente e de peso baixo (Daleffe, 2008 e ABAL, 2017).

O controle do processo de solidificação de metais e ligas metálicas é cada vez mais importante devido à demanda crescente de materiais com propriedades mais elevadas. Estudos demonstram que o controle das variáveis térmicas, como: a velocidade da solidificação (VL), gradiente térmico (GL) e taxa de resfriamento ($\dot{T}$) são significativas, tendo em vista que as propriedades dos materiais do produto final podem ser definidas por meio da avaliação microestrutural após o processo de solidificação (Garcia, 2007).

À medida que a velocidade da interface sólido/líquido e o gradiente térmico aumentam, durante o processo de solidificação os núcleos estáveis crescem formando cristais, que posteriormente se transformam em grãos limitados por seus contornos (Garcia, 2007), conforme a Fig. 1.

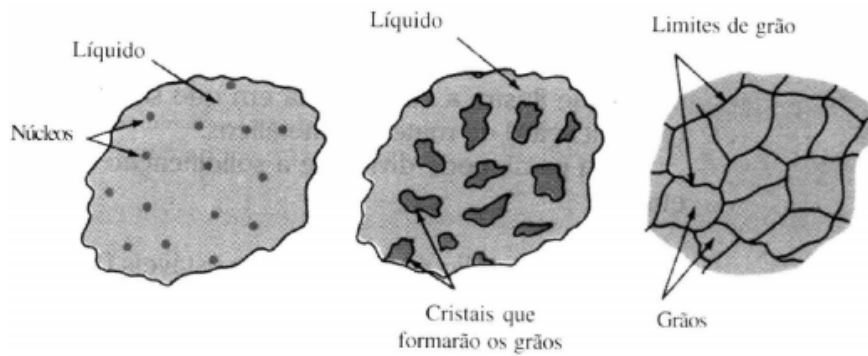


Figura 1 - Esquema mostrando as etapas da solidificação de metais (Mora, 2010)

O grão é um cristal individual que possui a mesma configuração atômica em todo material policristalino cujo seu tamanho médio é uma unidade de medida convencionada pela norma ASTM E112, que possui uma grande influência nas propriedades dos materiais, tais como: limite de resistência e escoamento, alongamento total, tensão limite real, dureza, entre outras (ASTM E 112-96, 2004)

Diferentes metodologias podem ser aplicadas para determinação do tamanho de grão médio, tais como: comparação por cartas, tamanho de grão por fratura, métodos planimétricos de Jeffris, método do intercepto de Snyder-Graff, método de distribuição do tamanho de grão e método do intercepto linear, também conhecido como método de Heyn.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para obtenção do lingote, foi necessário realizar o preparo, a fusão e solidificação unidirecional ascendente do alumínio comercialmente puro. Para fusão, o material foi inserido em um cadinho e colocado no forno elétrico, tipo mufla da marca Jung, a uma temperatura acima da temperatura de fusão, a fim de assegurar que o material permaneça no estado líquido durante a operação conforme a Fig. 2(a). O cadinho é retirado do forno após 40 minutos e com o auxílio de um bastão de vidro, feita a homogeneização do material, retornando com o mesmo para o forno por mais 10 minutos.

O cadinho é colocado sob a zona de proteção na qual é inserido o termopar de curva, tipo K com 6 mm de diâmetro para monitorar e registrar a temperatura por meio de um sistema de aquisição de dados durante a solidificação em condições normais (equilíbrio) como apresentado na Fig. 2 (b)., a fim de obter a curva de resfriamento lento e extrair a temperatura de fusão experimental do material.

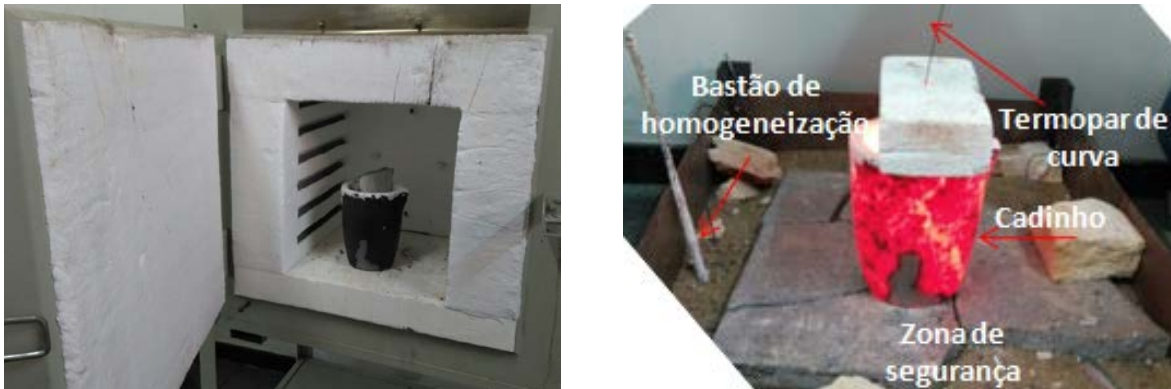


Figura 2 - Preparação da curva: (a) Inserção do material no forno; (b) Determinação da curva de resfriamento lento

Para a determinação das variáveis térmicas envolvidas no processo de solidificação o termopar de curva é retirado e o material é refundido. Enquanto isto, um conjunto de oito termopares tipo K com 1,6 mm de diâmetro são inseridos no molde nas posições (5; 10; 15; 20; 35; 45; 60 e 85) mm e conectados no sistema de aquisição de dados, a fim de monitorar e registrar as temperaturas durante a solidificação no regime transiente a extração de calor. Após a refusão do material o mesmo é vazado em uma lingoteira bipartida para confecção do lingote a ser analisado, a solidificação em regime transiente inicia-se aproximadamente 15 % acima da temperatura de fusão, neste momento, a bomba hidráulica é ligada direcionando água na parte inferior da lingoteira e o forno de solidificação é desligado, simultaneamente, conforme apresentado na Fig. 3(b).

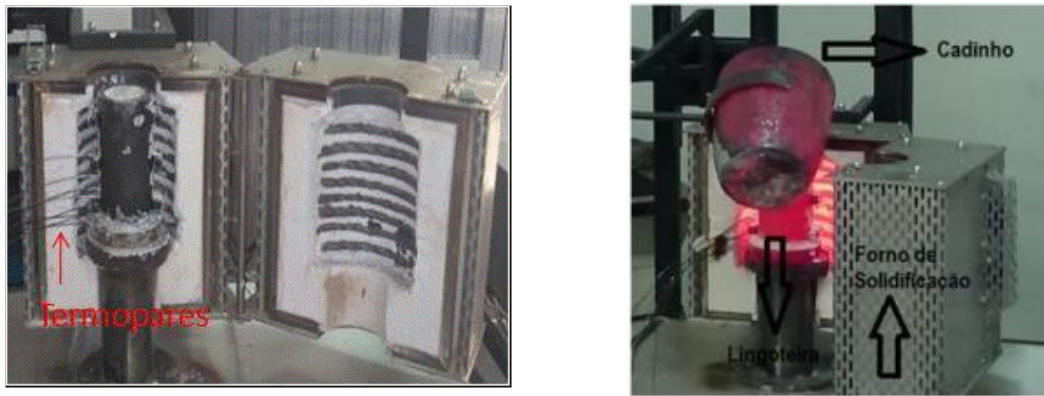


Figura 3 - Metal líquido sendo vazado (a) termopares nas posições (b) forno de solidificação aquecido.

Após a solidificação a parte central é retirada, tipo tarugo. O lingote produzido é cortado no sentido longitudinal para retirada das amostras, com auxílio de uma serra de fita da marca Franho ou serra de precisão (Buheler), conforme ilustrado na Fig. 4.

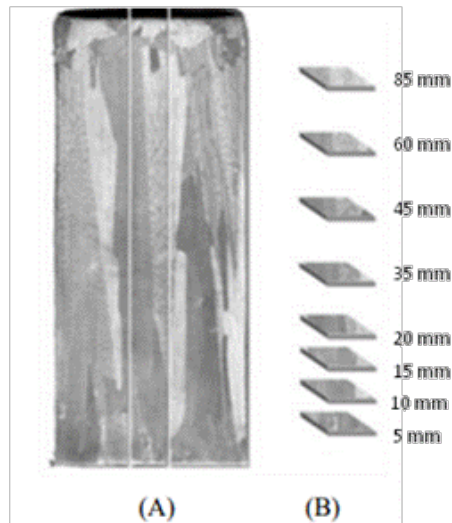


Figura 4 - Representação esquemática da obtenção das amostras para análise (A) corte para a macroestrutura; (B) Corte para microestrutura.

Procedimento metalográfico utilizado para revelar tanto a macroestrutura quanto a microestrutura, consistiu no lixamento sucessivo das amostras utilizando lixas de (120; 220; 400; 600; 800; 1000 e 1500) mesh, polimento com pasta de diamante de $1/2 \mu\text{m}$ e ataque químico durante 10 s com uma solução composta por 30 ml HF, 30 ml HNO_3 , 30 ml HCl e 100ml H_2O para revelar a macroestrutura e para microestrutura o tempo de ataque foi de 3 s.

Para a determinação do tamanho de grão médio, segundo norma ASTM E112, foi realizada com um projetor de perfil instalado no Laboratório de Metrologia do Instituto Federal do Rio de Janeiro (IFRJ) campus Volta Redonda, modelo PJ-A3000, fabricada pela Mitutoyo, com uma ampliação de 50 vezes, conforme a Fig. 5.



Figura 5 –Projeto de Perfil

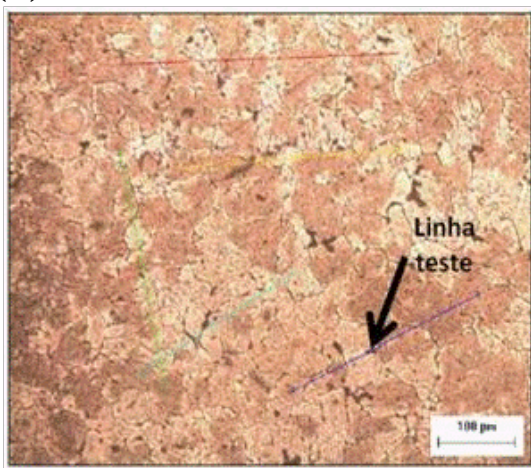
Na análise das imagens, foi aplicada a técnica dos interceptos lineares ou de Heyn que consiste em estimar o tamanho de grão médio contando o número de grãos interceptados por uma ou mais linhas retas, suficientemente longas para contar pelo menos 50 interseções, conforme apresentado na Fig. 6.

A Equação (1) relaciona o tamanho de grão médio (G) com a contagem de interseções (ASTM E112-96, 2004)

$$G = (6,643856 \log_{10} PL) - 3,288 \quad (1)$$

Onde PL representa o número da contagem de interseções por unidade de comprimento da linha de teste utilizada.

(A)



(B)

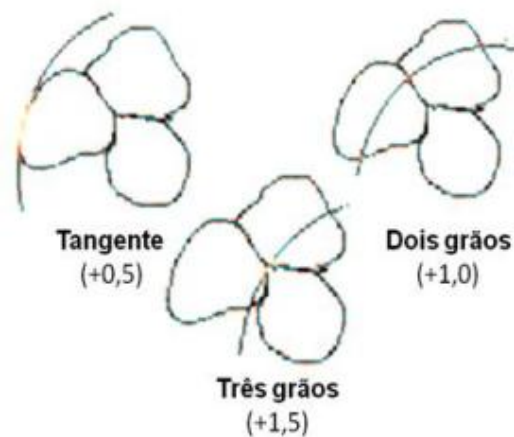


Figura 6 - (A) Representação da linha teste (DE MACEDO, 2015);(B) Tipos de interceptos e contagem Adaptado de (SANTANA, 2002).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os parâmetros térmicos do processo de solidificação foram determinados experimentalmente após a obtenção dos perfis de temperaturas ao longo do lingote. A curva de resfriamento, que tem como objetivo extrair a temperaturas de fusão (TF). A extração de tal temperatura pode ser realizada experimentalmente por meio da fundição do material e monitoramento da temperatura durante o seu resfriamento, ou através do diagrama de fase. A Figura 6(a) apresenta a TF obtida por meio do diagrama de fase (660 °C para o alumínio puro), enquanto na Fig. 6(b) apresenta a TF obtida experimentalmente (659 °C).

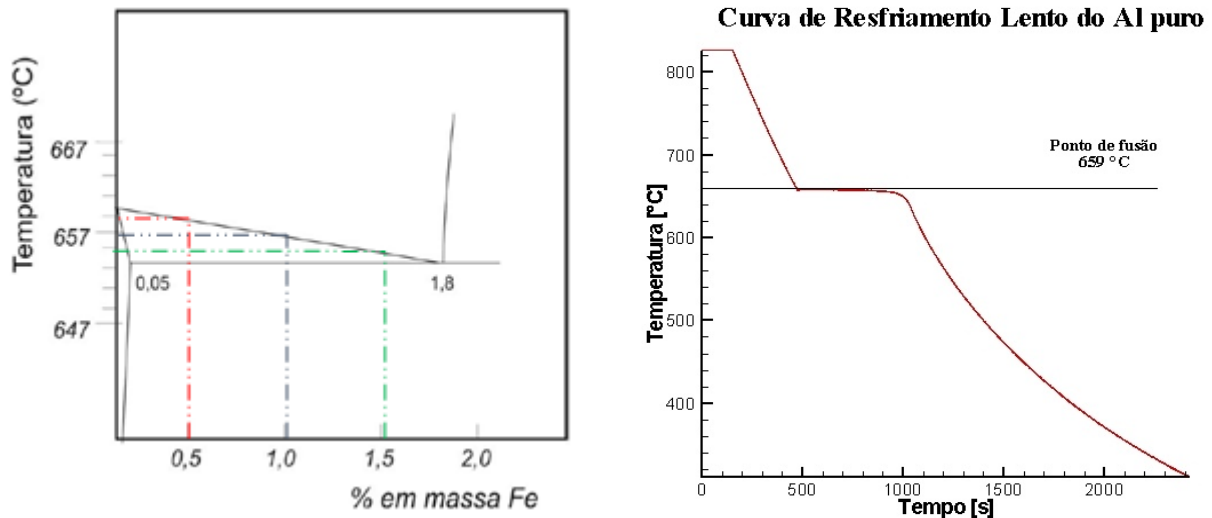


Figura 6 – (a) T_F obtida pelo diagrama parcial Al-Fe; (b) T_F obtida experimentalmente

O perfil térmico do alumínio comercialmente puro durante foi obtido por meio de monitoramento e registro das temperaturas nas diferentes posições (P) distribuídas no lingote ao longo do tempo (t) conforme apresentado na Fig. 7. Nota-se que na temperatura de aproximadamente 750 °C há uma queda abrupta da temperatura, em virtude do acionamento da bomba d'água utilizada no sistema de solidificação unidirecional ascendente.

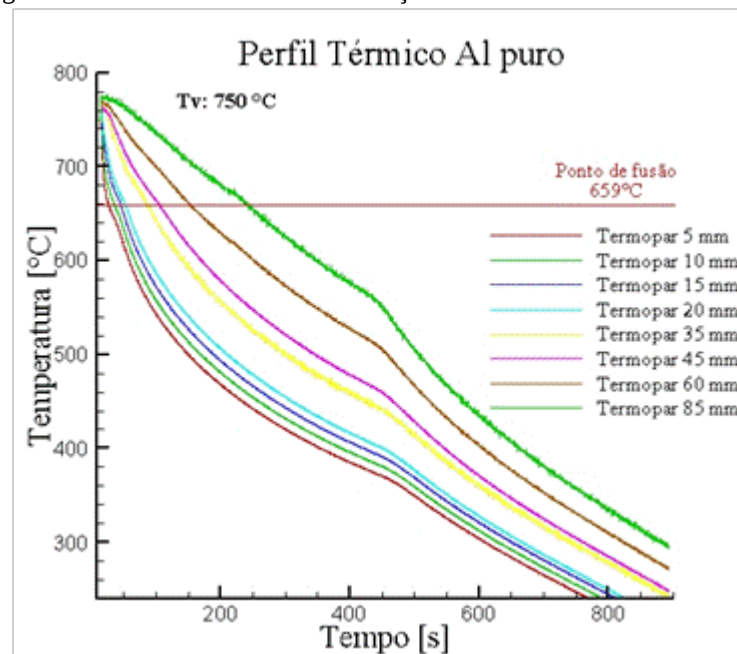


Figura 7- Curvas de resfriamento

A função $P = f(t)$ é experimentalmente obtida pela interseção da reta equivalente à temperatura fusão (T_F), correspondente ao tempo em que cada termopar atingiu a T_F desde o início da solidificação, conforme apresentado na Fig. 8. Nota-se que à medida que o tempo avança no processo de solidificação a inclinação da reta se altera, no entanto, a mesma se mantém crescente e os dados experimentais apresentam uma tendência coincidente com os resultados numéricos.

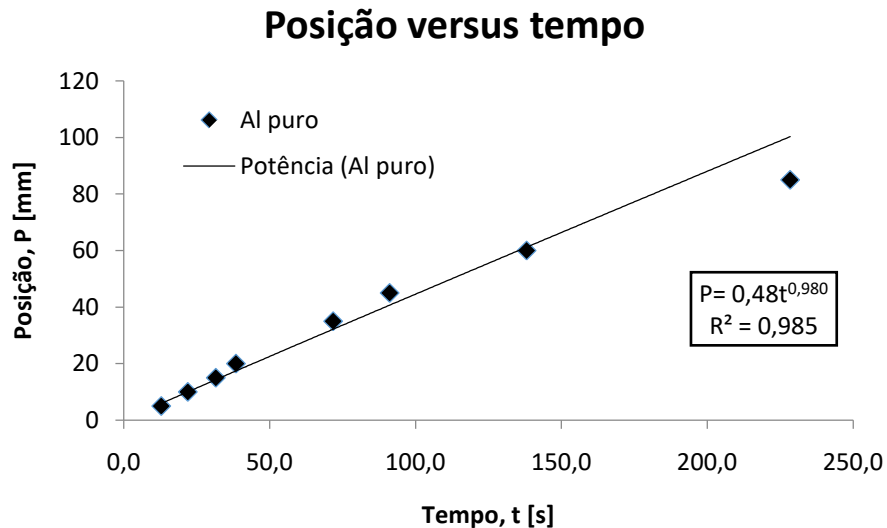


Figura 8 - Posição x Tempo

A velocidade de deslocamento da interface liquidus/solidus (V_L) é a derivada da função $P = f(t)$ que estabelece a relação entre a posição e o tempo. Desta forma, a dP/dt , possibilita a obtenção dos respectivos valores experimentais para as velocidades de deslocamento da interface liquidus/solidus em função do tempo ou posição. Para obtenção do gráfico da Fig. 9(b), pós ter obtido o resultado da derivada foi aplicado diretamente os tempos correspondente a solidificação total do lingote, entretanto, a construção do gráfico velocidade versus posição apresentado na Fig. 9(a) foi uma feita uma operação matemática isolando o tempo (t) da função $P = f(t)$ e o substituindo na função de velocidade. Sendo assim, é possível observar que a velocidade decresce à medida que interface liquidus/solidus avança ao longo das posições e tempo.

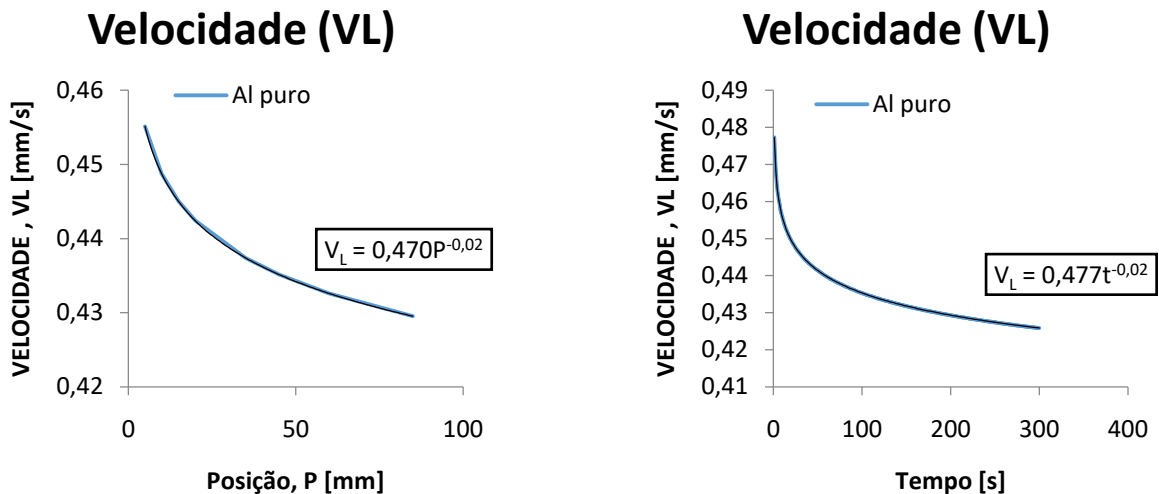


Figura 9 - (a) Velocidade versus posição, (b) Velocidade versus tempo.

A taxa de resfriamento é calculada para cada posição dos termopares de acordo com a Eq. (2), onde basicamente o cálculo consiste no quociente das temperaturas, imediatamente antes e depois da TF e dos tempos correspondentes (Okamoto, 1975) conforme ilustra a Fig. 10. Nota-se que na base refrigerada a taxa de resfriamento é maior, enquanto nas demais desce gradativamente.

$$\dot{T} = \frac{\Delta T}{\Delta t} \quad (2)$$

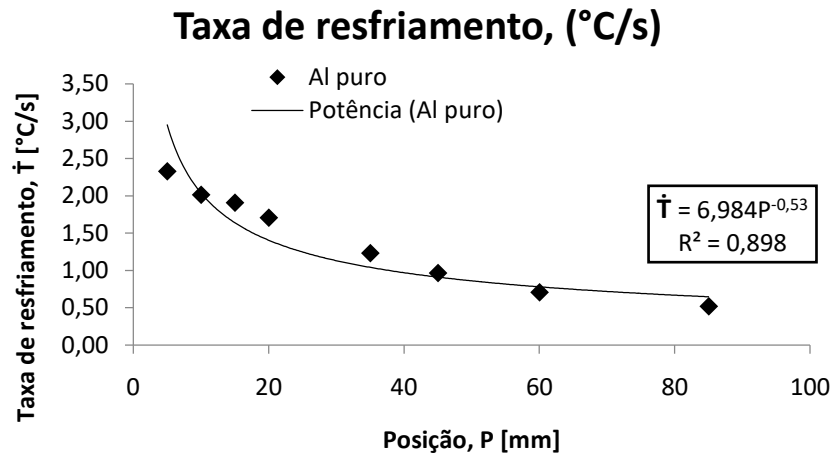


Figura 10 -Taxa de resfriamento, ($^{\circ}\text{C} / \text{s}$)

Os gradientes térmicos frente à isoterma liquidus (GL) são determinados através da relação analítica entre as respectivas taxas de resfriamento e as velocidades de deslocamento da isoterma liquidus, apresentado na Eq. (3) (Garcia, 2007). Nota-se que na base tanto o gradiente como a taxa de resfriamento são maiores, e à medida que a interface liquidus / solidus avança há um decréscimo gradativo desses dois parâmetros tendendo a estabilização, os resultados se comparados com o modelo numérico apresentam tendências coincidentes.

$$\dot{T} = GL * VL \quad (3)$$

A Figura 11 apresenta uma curva experimental de gradiente térmico em relação à posição do termopar.

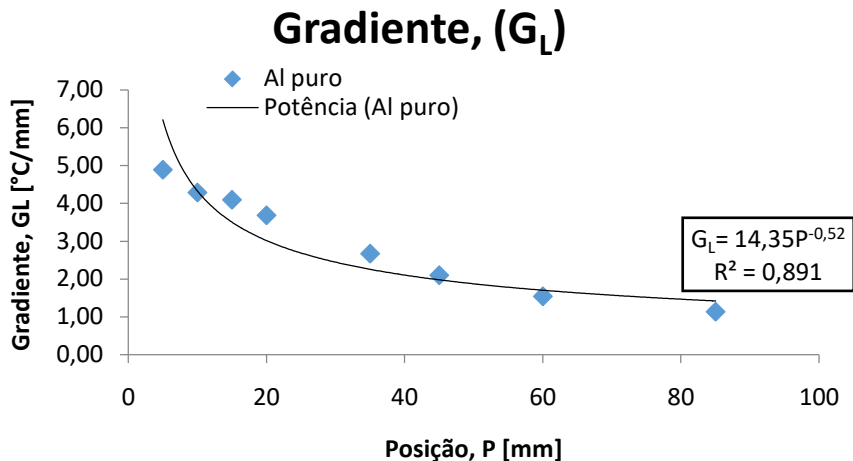


Figura 11 - Gradiente térmico, G_L ($^{\circ}\text{C}$).

Tanto a macroestrutura quanto a microestrutura do alumínio comercialmente puro foram obtidas por meio do procedimento metalográfico objetivando a visualização de uma morfologia predominante no lingote e nas amostras Fig. 4(b). De acordo com a Fig. 12 (a), nota-se que há uma predominância de grão colunares ao longo de lingote e que os grãos se tornam mais grosseiros à medida que aumenta o comprimento do lingote.

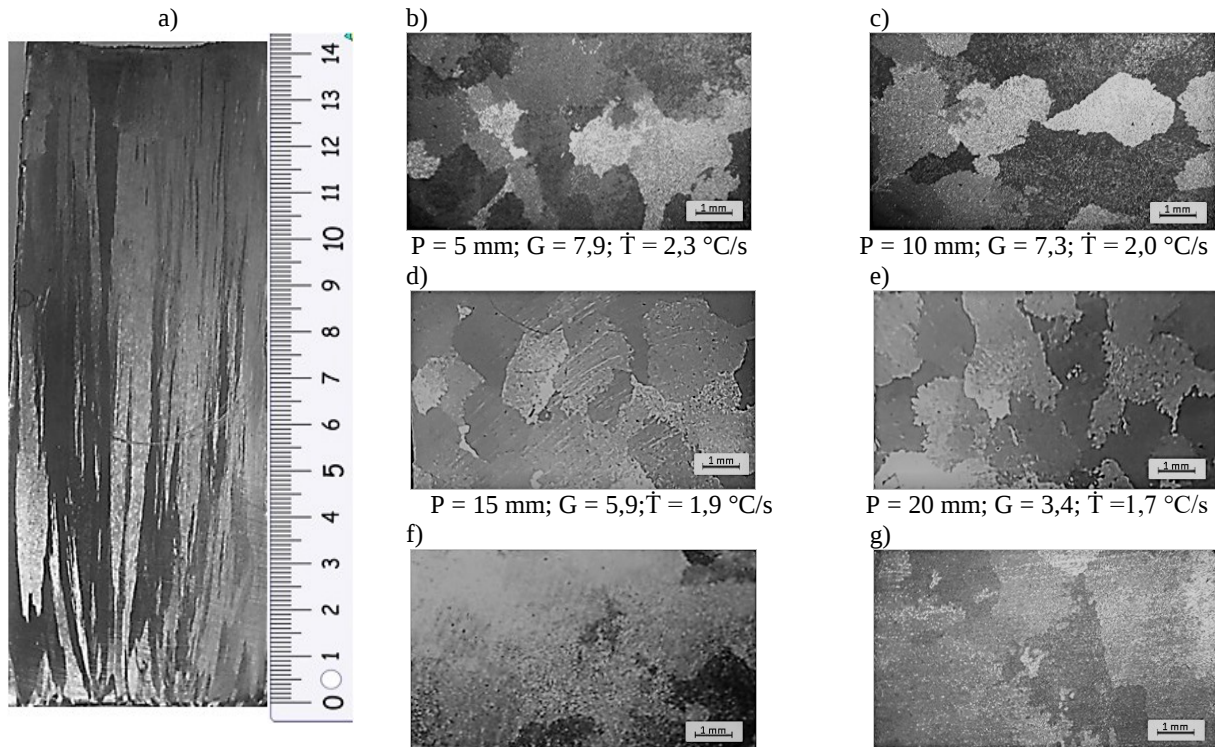


Figura 12 – (a) Macroestrutura do alumínio comercialmente puro obtida neste estudo. Estruturas longitudinais obtidas em seis diferentes distâncias da interface metal/molde: (b) 5 mm; (c) 10 mm; (d) 15 mm; (e) 20 mm; (f) 60 mm e (g) 85 mm.

Nas Figura 12(b) até a (g), apresenta-se a ilustração do tamanho de grão do alumínio comercialmente puro em 6 posições diferentes ao longo do lingote, mostrando que a microestrutura vai se tornando mais grosseira à medida que se afasta da base refrigerada ou fonte extratora de calor. Este comportamento da estrutura pode ser explicado devido à relação existente entre a taxa de resfriamento e tamanho de grão, devido ao fato que o seu tamanho tende a aumentar exponencialmente com a redução da taxa de resfriamento e os resultados se comparados com o modelo numérico apresentam tendências coincidentes conforme apresentado na Fig. 13.

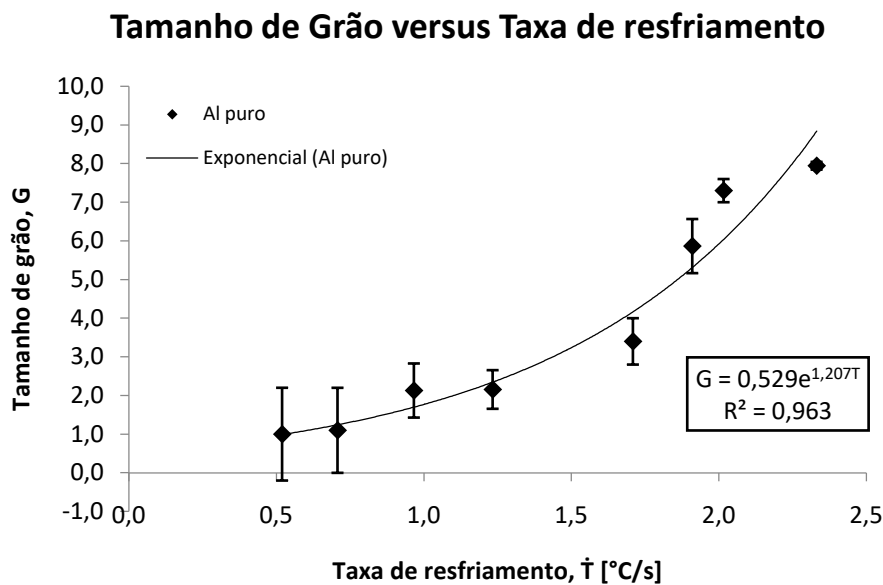


Figura 13 - Tamanho de Grão versus Taxa de resfriamento

A escala que mede o tamanho de grão segundo a ASTM é invertida, ou seja, quanto maior for o grão menor é o valor adimensional que o representa. Nota-se que na Fig. 14 há um aumento significativo no tamanho de grão nas posições acima de 20 mm com a diminuição da taxa de resfriamento, sendo assim o à medida que a interface

liquidus/solidus avança ao longo do lingote os grãos aumentam e esse aumento significativo pode ser observado nas Fig. 12(e) e (f).

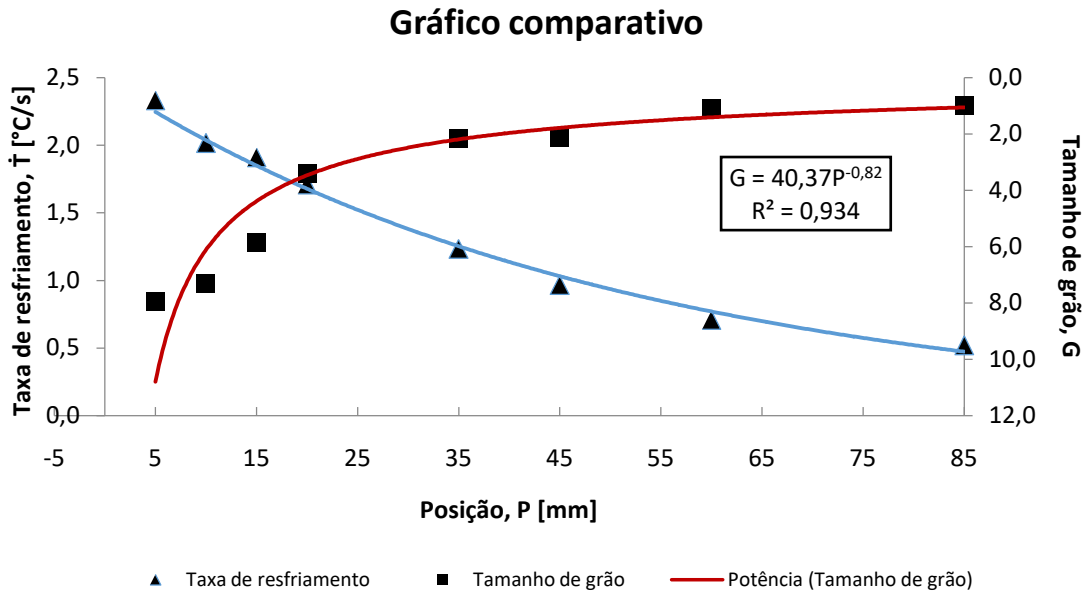


Figura 14 – Gráfico comparativo do tamanho de grão em função da posição

4. CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos nesse trabalho, pode-se concluir que:

- A temperatura de fusão do alumínio comercialmente puro experimental é aproximadamente 659 °C, quanto à teórica é igual a 660 °C, podendo ser consideradas estatisticamente iguais;
- O tamanho de grão, à medida que se afasta da fonte extratora de calor, vai aumentando à medida que ocorre uma diminuição das variáveis térmicas estudadas, tais como: velocidade da solidificação (VL), gradiente térmico (GL), taxa de resfriamento ($\dot{T}$); tornando os grãos mais grosseiros.
- A correlação entre tamanho de grão e a taxa de resfriamento ($\dot{T}$) foi obtida experimentalmente e é descrita pela equação $G = 0,529e^{1,207T}$; já na correlação entre tamanho de grão e posição, a relação funcional é dada pela equação $G = 40,37P^{0,82}$.
- Estas relações podem ser vistas como leis de crescimento de grão em geral para o alumínio comercialmente puro, mas é uma contribuição para a caracterização do tamanho de grão, no qual o levantamento das variáveis térmicas de tal material contribuirá para trabalhos futuros de análise do efeito de adição de diferentes materiais (ligas de Al), tendo em vista que podem ser comparadas as variáveis térmicas do elemento puro e suas diferentes ligas, com o intuito de definir propriedades mais elevadas.

5. REFERÊNCIAS

- ABAL – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. Disponível em: <<http://abal.org.br/estatisticas/nacionais/perfil-da-industria/>> Acesso em: 11/10/2017.
- ASTM E112-96(2004), Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2004
- DALEFFE, Anderson. Estudo do processo de estampagem incremental em chapa de alumínio puro. 2008.
- DE MACEDO, Miguel Cabral; GOMES, Iverson Rodrigo Barbosa; DE SOUZA, Luiz Guilherme Meira. CARACTERIZAÇÃO DE AMOSTRAS POR MICROSCOPIA ÓPTICA E POR MICRODUREZA DE MATERIAIS METÁLICOS FERROSO E NÃO FERROSO. ScientiaTec, v. 2, n. 3, p. 48-61, 2015.
- GARCIA, A. Solidificação – Fundamentos e aplicações. Editora: UNICAMP, 1ª Edição, 2007.
- GOULART, P. R. Caracterização da microestrutura de solidificação de ligas Al-Fe e correlação com as propriedades mecânicas, Tese de doutorado – UNICAMP, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2010.
- MORA, N.D. APOSTILA DE MATERIAIS ELÉTRICOS. Laboratório de materiais de Foz do Iguaçu. Data completa 2010.
- OKAMOTO, T.; KISHITAKE, K. Dendritic structure in unidirectionally solidified aluminum, tin, and zinc base binary alloys. Journal of Crystal Growth, v. 29, n. 2, p. 137-146, 1975.
- PEIXOTO, EMA. Elemento: Alumínio. Química Nova na Escola, n. 13, p. 51, 2001.

SANTANA, Anderson Jonne; AMORIM, Dirceni DE Souza Costa; CÔRTEZ, Paulo Ernesto Freiheit. Automação da Medida de Tamanho de Grão Médio Utilizando Metodologia Estatística para Identificação de Formas. Belo Horizonte, 2002.

6. RESPONSABILIDADE AUTORAL

Os autores Wysllan Jefferson Lima Garção, Alexandre Furtado Ferreira, Nilmara Almeida Guimaraes, Roberto Carlos Sales, Thiago Alves de Souza, Janayna Jasmin Passos, Thamara Cristina Santos de Oliveira da Silva e Wemberson Bitencourt Chrisóstimo são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho.

EXPERIMENTAL ANALYSIS OF THERMAL VARIABLES DURING UNIDIRECTIONAL SOLIDIFICATION AND ITS EFFECT ON COMMERCIALY PURE ALUMINUM GRAIN SIZE.

Wysllan J. Lima Garção, wysllan.lima@ifrrj.edu.br¹²
Alexandre Ferreira Furtado, alexandrefurtado@id.uff.br¹
Nilmara Almeida Guimaraes, nilmara.guimaraes@ifrrj.edu.br²
Roberto Carlos Sales, rcsalesvr@gmail.com¹
Tiago Alves de Sousa, eng.metalthiago@hotmail.com¹
Janayna Passos, janajp_2005@hotmail.com¹
Thamara Silva, thamara.silva@csn.com.br¹
Wemberson Bitencourt Chrisóstimo, wembersonbc@uol.com.br¹

¹ Universidade Federal Fluminense, Av. dos Trabalhadores 420 - Vila Sta. Cecília 27255-125, Volta Redonda- RJ, Brasil.

² Instituto Federal do Rio de Janeiro, R. Antônio Barreiros, 212 - Nossa Sra. das Graças CEP 27213-100, Volta Redonda-RJ, Brasil.

Abstract. *The solidification process begins when the material in your liquid state reaches during the cooling, the thermodynamic conditions favourable to the transformation of the liquid phase to the solid phase. Studies show that the control of thermal variables in transitional conditions the heat flow, such as: the speed of solid /liquid interface (VL), solid/liquid thermal gradient (GL), cooling rate (T') are significant for the control of solidification that directly impacts on the properties of materials, because it affects the microstructure. The purpose of this study is to analyse experimentally the thermal variables on solidification of commercially pure aluminum and study the effect of microstructural formation. Thermal variables are obtained experimentally, by means of the temperature profiles along the ingot during solidification. The samples shall be taken in different positions of the ingot for microstructural characterization. By means of optical microscope will be measured grain sizes. It is expected the end to establish the relationship between the thermal variables and the grain size of pure aluminum solidified in transient conditions of heat extraction.*

Keywords: *Al-pure, unidirectional solidification, thermal variables, grain size.*