

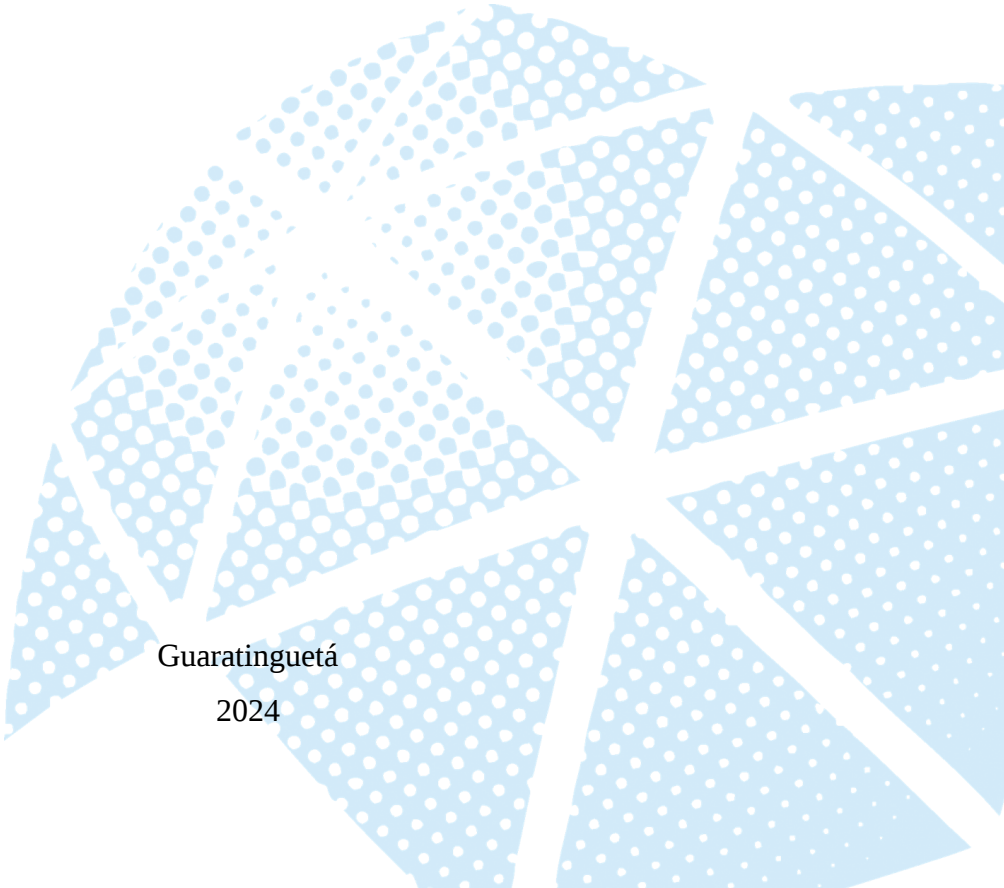
UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA (UNESP)
Faculdade de Engenharia e Ciências – Campus de Guaratinguetá

JOYCE RANAY DOS SANTOS

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO MAGNÉSIO E NÍQUEL NOS PARÂMETROS
MICROESTRUTURAIS E NA RESISTÊNCIA MECÂNICA E À CORROSÃO DA LIGA Al-5%Cu**

Guaratinguetá

2024



JOYCE RANAY DOS SANTOS

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO MAGNÉSIO E NÍQUEL NOS PARÂMETROS
MICROESTRUTURAIS E NA RESISTÊNCIA MECÂNICA E À CORROSÃO DA LIGA Al-5%Cu**

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Engenharia e Ciências, Guaratinguetá, para obtenção do título de Grau acadêmico Mestra em Engenharia.

Área de Concentração: Aeroespacial

Orientador

Prof. Dr. Crystopher Cardoso de Brito

Coorientador

Prof. Dr. Denilson Paulo Souza dos Santos

Guaratinguetá

2024

S237a	Santos, Joyce Ranay dos Avaliação da influência do magnésio e níquel nos parâmetros microestruturais e na resistência mecânica e à corrosão da Liga Al-5%Cu / Joyce Ranay dos Santos – Guaratinguetá, 2024. 126 f. : il. Bibliografia: f. 113-121 Dissertação – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2024. Orientador: Prof. Dr. Crystopher Cardoso de Brito Coorientador: Prof. Dr. Denilson P. Souza dos Santos 1. Ligas de alumínio. 2. Metais - Processo de solidificação. 3. Corrosão eletrolítica. I. Título. CDU 669.715(043)
-------	---

Luciana Máximo
Bibliotecária CRB-8/3595

IMPACTO POTENCIAL DESTA PESQUISA

As ligas complementares aos materiais tradicionais em aplicações automotivas e aeronáuticas emerge como um aspecto crucial do desenvolvimento tecnológico, particularmente as ligas de Al oferecem um potencial promissor devido à sua excelente relação resistência-peso, resistência à corrosão e reciclabilidade. Tal perspectiva ganha relevância à luz das crescentes demandas por veículos no século XXI, alinhadas ao progresso global delineados pela ONU, especialmente os relacionados aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) 9, 11 e 12, que enfatizam a importância das inovações científicas e ambientais para enfrentar os desafios contemporâneos.

POTENTIAL IMPACT OF THIS RESEARCH

Alloys complementary to traditional materials in automotive and aeronautical applications are emerging as a crucial aspect of technological development, with Al alloys in particular offering promising potential due to their excellent strength-to-weight ratio, corrosion resistance and recyclability. Such a perspective gains relevance in the light of the growing demands for vehicles in the 21st century, in line with the global progress outlined by the ONU, especially those related to Sustainable Development Goals (SDGs) 9, 11 and 12, which emphasize the importance of scientific and environmental innovations to face contemporary challenges.

JOYCE RANAY DOS SANTOS

**ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“MESTRA EM ENGENHARIA”**

**PROGRAMA: ENGENHARIA
CURSO: MESTRADO**

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO



Documento assinado digitalmente

MARCELA APARECIDA GUERREIRO MACHADO DI

Data: 03/07/2024 11:29:21-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.^a. Dr.^a. Marcela Aparecida Guerreiro Machado de Freitas
Vice-Coordenadora

BANCA EXAMINADORA:



Documento assinado digitalmente

CRYSTOPHER CARDOSO DE BRITO

Data: 28/06/2024 18:09:56-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. CRYSTOPHER CARDOSO DE BRITO
Orientador – UNESP



Documento assinado digitalmente

JULIAN ARNALDO AVILA DIAZ

Data: 28/06/2024 13:50:00-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. JULIAN ARNALDO AVILA DIAZ
UNESP



Documento assinado digitalmente

MANUEL VENCESLAU CANTE

Data: 28/06/2024 17:33:00-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. MANUEL VENCESLAU CANTE
FATEC

JUNHO de 2024

IDENTIFICAÇÃO	
JOYCE RANAY DOS SANTOS 28/07/1996	
Nacionalidade	Brasileira
Nome em citações bibliográficas:	Santos, Joyce Ranay dos SANTOS, J. R.
Currículo Lattes	http://lattes.cnpq.br/6978199900303305
ORCID	https://orcid.org/0000-0002-5524-6644
Outro Identificador	https://www.researchgate.net/profile/Joyce-R-S
FORMAÇÃO ACADÊMICA	
07/2020	Tecnologia em Materiais (Metálicos) – Título: Tecnóloga Faculdade de Tecnologia de São Paulo (FATEC-SP)
06/2016	Técnico em Metalurgia – Título: Técnica Escola SENAI “Nadir Dias de Figueiredo”
PARTICIPAÇÃO EM BANCAS E ORIENTAÇÕES	
Bancas de Trabalhos de Conclusão (TCC) BRITO, C. C.; SANTOS, D. P. S.; SANTOS, J. R. Participação em banca de Joyce Gomes dos Passos Cavalcante: Estudos das Resistências Mecânica e à Corrosão, e Caracterização Microestrutural da Liga 316L Fabricada por Manufatura Aditiva. 2023. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Aeronáutica) Faculdade de Engenharia (UNESP/FESJ), São João da Boa Vista, 2023.	

PARTICIPAÇÃO EM EVENTOS CIENTÍFICOS

24º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECiMat), 09, 2022, (Águas de Lindóia). Effect of Nickel Addition in Al-Cu-Mg Alloys: Microstructural Evaluation and Mechanical Strength. 2022. (Poster)

FEMS EUROMAT 2023, 03 - 07, 2023, (Frankfurt). Tailoring Microstructure and Corrosion behavior of an Al-Cu-Mg-Ni Alloy varying Solidification Cooling Rate. 2023.

Quando se tratava de ouvir minha mãe me ensinou o silêncio: *se você atropela a voz dos outros com a sua não vai conseguir ouvi-los*

Quando se tratava de falar ela dizia: *aja com seriedade, cada palavra que você diz é de sua responsabilidade*

Quando se tratava de existir ela dizia: *seja ao mesmo tempo dura e doce, você deve ser vulnerável para viver plenamente e forte o bastante para ser uma sobrevivente*

Quando se tratava de escolher ela pediu que fosse grata por cada escolha que eu fiz e que ela nunca teve o privilégio de fazer.

- *lições da mamãe* • (Rupi Kaur, 2017, p. 122)

Dedico este trabalho à minha mãe.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por todas as oportunidades, meu amparo nas dificuldades e pela vida. Por ter sido minha Luz em meio a escuridão e melhor amigo em momentos de tamanha solidão. Estar sempre atento às necessidades, me ouvir, compreender e amar.

A minha mãe pelo seu amor incondicional, ainda que solo me tenha preenchido de bons ensinamentos, sua preocupação pontual e apoio, embora até os dias de hoje não entenda bem o que eu faço, todavia me encoraja dizendo: “se te faz feliz, então eu também fico feliz”.

Ao Prof. Dr. Crystopher Cardoso de Brito por me orientar com vocação, conhecimento e perseverança; por disponibilizar todos os recursos necessários para o desenvolvimento desses estudos, na confiança depositada em meus esforços e, por fim pelas duras palavras que me fizeram refletir racionalmente, no qual ofertou-me grandes ensinamentos.

A pesquisadora Dra. Talita Vida de Brito pela contribuição com os estudos de corrosão e, seu tempo disponibilizado em relatar as questões que tive no processo do trabalho.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (PPGE/FEG/UNESP) pelo Título obtido.

Ao Departamento de Engenharia Aeronáutica da Faculdade de Engenharia de São João da Boa Vista (DEA/FESJ/UNESP), pela permissão do uso dos laboratórios de pesquisa.

Aos técnicos do Laboratório de Aeronáutica (DEA/FESJ/UNESP) pelo auxílio prestado com toda a disposição e vontade de acompanhar o amadurecimento dos resultados dos estudos.

Ao Grupo de Pesquisa em Estrutura, Manufatura e Materiais (GPEM²/DEA/FESJ/UNESP), pela concessão do espaço físico para a realização das análises.

Ao Grupo de Pesquisa em Solidificação (GPS/UNICAMP), em especial aos professores Dr. Amauri Garcia e ao Dr. Noé Cheung, pelo apoio na realização dos experimentos de solidificação e ensaios de corrosão.

Ao Centro de Pesquisa e Inovação em Materiais e Estruturas (CEPIMATE), especificamente ao Prof. Dr. Roberto Nunes Duarte que concedeu o laboratório para a realização dos ensaios de microdureza Vickers.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Cod. 001 pela bolsa de Mestrado. Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão do processo 407871/2018-7.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo apoio financeiro concedido por meio do processo 2020/09079-2.

À UNESP/PROPe pela concessão de recursos vinculados ao Edital/PROPe 05/2023.

“Enquanto meu corpo tiver forças vou trabalhar para realizar a minha intenção e, por menor que seja o meu progresso mantereí os esforços para atingir a minha meta.”

(Nagasawa Rosetsu, 1754 - 1799).

RESUMO

As propriedades mecânicas que estão associadas a resistência dos materiais são fatores cruciais a serem considerados no desenvolvimento de engenharia das ligas de séries aeronáuticas. A fim de potencializar desempenho e promover características ideais aos materiais, é necessário considerar os meios e condições em que será submetido. Tais aspectos são intrínsecos da estrutura bruta de solidificação, à depender essencialmente dos parâmetros térmicos envolvidos no processamento, assim a partir da velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V_L) e taxa de resfriamento ($\dot{T}$) que cooperam com a evolução do arranjo microestrutural. O presente trabalho objetiva desenvolver uma análise teórico/experimental sobre a influência da adição de 1%Ni sobre as propriedades mecânicas e resistência à corrosão das ligas do sistema Al-5%Cu-1,5%Mg, com vistas a avaliar a definição da microestrutura e estabelecer correlações com a resistência mecânica e à corrosão, promovendo subsídios para um planejamento adequado operacional vinculado às características finais de aplicação: assim como, o enorme potencial para uso em diversos setores da indústria e agregadas aos materiais avançados, ou seja, como em compósitos de matrizes metálicas para estruturas aeronáuticas e aeroespaciais. Para tanto, foram realizados experimentos envolvendo a solidificação unidirecional vertical ascendente em regime transitório de fluxo de calor, definindo parâmetros térmicos correlacionados aos parâmetros microestruturais e suas características. Os resultados de caracterização incluem, integralmente, pela matriz rica em Al com morfologia dendrítica em toda a faixa de resfriamento, sendo que para a liga com Ni observou-se um refinamento microestrutural. Nesse ínterim, de acordo com os padrões analisados foram verificados a presença das fases θ -Al₂Cu e S-Al₂CuMg na liga Al-5%Cu-1,5%Mg e as mesmas fases e mais γ -Al₇Cu₄Ni na liga Al-5%Cu-1,5%Mg-1%Ni. A partir do estabelecimento das leis experimentais de crescimento foram correlacionados os espaçamentos dendríticos primário e secundário (λ_1 e λ_2) com os parâmetros térmicos de solidificação, V_L e $\dot{T}$. A microdureza Vickers (HV) e limite de resistência à tração (σ_U) da liga quaternária foi superior em decorrência das fases intermetálicas complexas contidas na microestrutura. Entretanto, os ensaios de corrosão em uma solução de 0,06M de NaCl indicaram uma maior deterioração na liga com Ni devido à formação de pares galvânicos entre a matriz α -Al e os intermetálicos presentes, enquanto comparado com a liga ternária que os diâmetros dos pites foram menores.

Palavras-chave: solidificação; ligas Al-Cu-Mg e Al-Cu-Mg-Ni; parâmetros térmicos; microestruturas; propriedades mecânicas; corrosão eletroquímica.

ABSTRACT

The mechanical properties associated with the strength of materials are crucial factors to be considered in the engineering development of aeronautical series alloys. In order to maximize performance and promote the ideal characteristics of materials, it is necessary to consider the media and conditions in which they will be subjected. These aspects are intrinsic to the raw solidification structure, depending essentially on the thermal parameters involved in the processing, starting with the solidification speed (V_L) and cooling rate ($\dot{T}$), which cooperate with the evolution of the microstructural arrangement. This work aims to develop a theoretical/experimental analysis of the influence of the addition of 1wt.%Ni on the mechanical properties and corrosion resistance of Al-5wt.%Cu-1.5wt.%Mg alloys, with a view to evaluating the definition of the microstructure and establishing correlations with mechanical and corrosion resistance, promoting subsidies for appropriate operational planning linked to the final application characteristics: as well as the enormous potential for use in various sectors of industry and in advanced materials, such as metal matrix composites for aeronautical and aerospace structures. To this end, experiments were carried out involving unidirectional vertical upward solidification in a transient heat flow regime, defining thermal parameters correlated to microstructural parameters and their characteristics. The characterization results include the Al-rich matrix with a dendritic morphology over the entire cooling range, with microstructural refinement observed for the Ni alloy. In the meantime, according to the patterns analyzed, the presence of the θ -Al₂Cu and S-Al₂CuMg phases in the Al-5wt.%Cu-1.5wt.%Mg alloy and the same phases plus γ -Al₇Cu₄Ni in the Al-5%Cu-1.5%Mg-1%Ni alloy was verified. From the establishment of the experimental growth laws, dendritic spacings (λ_1 and λ_2) were related to the solidification thermal parameters (V_L and $\dot{T}$). The Vickers microhardness and tensile strength limit of the quaternary alloy were higher due to the complex intermetallic phases contained in the microstructure. However, the corrosion tests in a 0.06M NaCl solution indicated greater deterioration in the Ni alloy due to the formation of galvanic pairs between the α -Al matrix and the intermetallics present, while compared to the ternary alloy the pitting diameters were smaller.

Keywords: solidification; Al-Cu-Mg and Al-Cu-Mg-Ni alloys; thermal parameters; microstructures; mechanical properties; electrochemical corrosion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Linha do tempo histórica que indica o período onde os principais critérios para seleção de materiais foram introduzidos no projeto de aeronaves. Mouritz (2012)	25
Figura 2.1 – Configuração de solidificação: (a) Elemento de referência representativo do sistema metal/molde; (b) Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde. Garcia (2007) ; Adaptado de Brito (2016)	31
Figura 2.2 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente. Adaptado de Garcia (2007)	32
Figura 2.3 – Representação esquemática da microestrutura de solidificação. Garcia (2007)	34
Figura 2.4 – Diagrama de fase única hipotético do modelo de Scheil-Gulliver (<i>solidus</i> e <i>liquidus</i> são apresentados como linhas retas): $k = C_S/C_L$ é constante e independente de T . Adaptado de Park (2017)	35
Figura 2.5 – Esquemática do SRC como consequência da rejeição/acúmulo de soluto e perfil real de temperatura no líquido à frente da interface S/L em relação ao Gradiente Térmico (G_T). Adaptado de Smallman; Ngan (2014)	36
Figura 2.6 – Efeito do super-resfriamento na morfologia de solidificação da interface a partir do crescimento: planar, celular e dendrítico (à medida que SRC induzido pela C_0 aumenta). Adaptado Campbell (2012)	37
Figura 2.7 – Representação esquemática do comportamento á solidificação: (a) relação entre a região de super-resfriamento do soluto e o gradiente térmico na frente da interface S/L e (b, c) as redistribuições do soluto em diferentes modos de solidificação: (a) Zona de super-resfriamento do soluto e gradiente térmico, (b) Em equilíbrio e (c) Scheil. Lu et al. (2023)	38

Figura 2.8 – Representação do crescimento morfológico em espaçamentos entre braços dendríticos primários (λ_1), secundários (λ_2) e terciários (λ_3). Adaptado de Kurz e Fisher (1998)	42
Figura 2.9 – Influência de solidificação: (a) Taxa de resfriamento sobre a microestrutura de solidificação; (b) Velocidade na formação morfológica durante a solidificação vertical. (a) Garcia (2007); (b) Rosa <i>et al.</i> (2008)	43
Figura 2.10 – Microestruturas com variações de taxas de resfriamento da liga Al-4,5%Cu em seções transversais das posições de base e topo do lingote: (a) P1 - 10 mm e (b) P3 - 70mm. Osório <i>et al.</i> (2008)	44
Figura 2.11 – Correlação dos parâmetros térmicos e microestruturais das ligas Al-5%Mg-3%Zn-1%Cu: EDS em função da $\dot{T}$: (a) 2,3 K/s; (b) 3,4 K/s; (c) 9,8 K/s; (d) 24,1 K/s e microestrutura em MEV que expressa a influência da $\dot{T}$ com a variação do tamanho de grãos. Adaptado de Tang <i>et al.</i> (2019)	45
Figura 2.12 – Simulação a partir do modelo MCA da formação de dendritas equiaxiais e campos de soluto de (a) Cu e (b) Mg para uma liga de Al-3,9%Cu-0,9%Mg solidificada com 15 °C/s (250 x 250 malhas c/ $\Delta x = 2 \mu\text{m}$). Zhu <i>et al.</i> (2007)	46
Figura 2.13 – Evolução da transição celular/dendrítica/celular em função da Velocidade de crescimento e da taxa de resfriamento ($\dot{T} = G_L \cdot V_L$); e microestruturas longitudinais típicas da Al-3%Mg-1%Si solidificadas direcionalmente em regimes permanente e transiente. Brito <i>et al.</i> (2019)	46
Figura 2.14 – Dureza das ligas de Al-Cu em diferentes taxas de resfriamento para cada molde e relacionando as microestruturas de solidificação: (a) Al-5%Cu; (b) Al-17%Cu; (c) Al-20%Cu. Adaptado de Wang <i>et al.</i> (2019)	47

Figura 2.15 – Diagrama de fases Al-Cu-Mg: (a) projeção da <i>liquidus</i> e (b) distribuição de fases no estado sólido. Belov et al. (2005); Zolotarevsky et al. (2007)	49
Figura 2.16 – Microestrutura em MEV da liga Al-4,29%Cu-1,09%Mg solidificada em molde isolado e principais fases evidenciadas de α -Al, θ -Al ₂ Cu e S-Al ₂ CuMg. Zhao et al. (2019)	50
Figura 2.17 – Diagrama de fases do sistema Al-Cu-Mg-Ni-Si: (a) Distribuição de fases no estado sólido; (b) Projeção politérmica de superfícies de solidificação (campos incluem fases Al e Si). Belov et al. (2005)	51
Figura 2.18 – Relações entre ligas de aplicação à base Al-Cu (série 2xxx). Adaptado de Davis (2001)	53
Figura 2.19 – Distribuição dos materiais estruturais e sua porcentagem em massa (%) utilizados nas fuselagens de aeronaves civis e militares: (a) Boeing 737; (b) Airbus 340-330; (c) Airbus A380; (d) F-18 Hornet (C/D). Adaptado de Mouritz (2012)	54
Figura 2.20 – Micrografias ópticas das ligas: (a) Al-3%Cu; (b) Al-3%Cu-0,5%Mg após ensaio de corrosão em amostras tratadas termicamente por envelhecimento. Barros et al. (2019)	58
Figura 3.1 – Fluxograma dos procedimentos experimentais para desenvolvimento das ligas dos sistemas Al-Cu-Mg e Al-Cu-Mg-Ni	60
Figura 3.2 – Componentes que agregam o dispositivo: Lingoteira bipartida em aço inoxidável AISI 310; chapa molde em aço AISI 1020 e parafusos de fixação (Adaptação)	63
Figura 3.3 – Representação do dispositivo de solidificação direcional vertical ascendente.	63
Figura 3.4 – Diagramas de Fases dos Sistemas desenvolvidos: (a) Ternário Al-Cu-Mg (fixado em 4,5%Cu em massa) e (b) Quaternário Al-Cu-Mg-Ni (fixado em 4,5%Cu e 1,5%Mg em massa)	65
Figura 3.5 – Perfil de temperatura indicando o tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> Brito (2016)	67

Figura 3.6 – Deslocamento da posição da isoterma <i>liquidus</i> em função do tempo Brito (2016)	67
Figura 3.7 – Esquematização da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição. Brito (2016)	68
Figura 3.8 – Esquema para o cálculo das taxas de resfriamento ($\dot{T}$) em função do tempo e da posição. Brito (2016)	69
Figura 3.9 – Esquematização do seccionamento de amostras para análise microestrutural das ligas Al-Cu-Mg e Al-Cu-Mg-Ni	70
Figura 3.10 – Esquema representativo das técnicas usadas para quantificar os espaçamentos microestruturais: espaçamentos dendríticos: (a) Primário - λ_1 , na secção transversal e (b) Secundário - λ_2 , na secção longitudinal. Adaptado de Silva (2017)	71
Figura 3.11 – Representação esquemática do ensaio de corrosão eletroquímica	75
Figura 3.12 – Esquema ilustrativo dos CPs conforme indicado na norma ASTM E 8M	76
Figura 4.1 – Curvas de resfriamento experimentais em posições dos termopares ao longo do comprimento dos lingotes solidificados direcionalmente: (a) Al-5Cu-1,5Mg e (b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni	78
Figura 4.2 – Tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i> (t_L) em função da posição a partir da interface metal/molde (mm): Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni	80
Figura 4.3 – Velocidade de avanço da isoterma <i>liquidus</i> (V_L) em função da posição a partir da interface metal/molde (mm): Al-5Cu-1,5Mg; Al-5Cu-1,5Mg-1Ni; Al-5Cu; Al-5Cu-Ni.	80
Figura 4.4 – Taxa de resfriamento ($\dot{T}$) em função da posição a partir da interface metal/molde (mm): Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni / Al-5Cu e Al-5Cu-1Ni	82

Figura 4.5 – Microestruturas da evolução dendrítica em que são expressas as ramificações primárias, λ_1 (esquerda/transversal) e secundárias, λ_2 (direita/longitudinal), correspondem a liga Al-5Cu-1,5Mg solidificada no sentido vertical ascendente de extração de calor (200x)83

Figura 4.6 – Microestruturas da evolução dendrítica em que são expressas as ramificações primárias, λ_1 (esquerda/transversal) e secundárias, λ_2 (direita/longitudinal), correspondem a liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni solidificada no sentido vertical ascendente de extração de calor (200x)84

Figura 4.7 – Evolução microestrutural: (a) λ_1 em função da Taxa de Resfriamento e (b) λ_1 função da Velocidade de Avanço da Isoterma *Liquidus* das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni 86

Figura 4.8 – Evolução microestrutural: (a) λ_2 em função da Taxa de Resfriamento e (b) λ_2 função da Velocidade de Avanço da Isoterma *Liquidus* para as ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni 87

Figura 4.9 – Diagrama Scheil-Gulliver para as ligas: a) Al-5Cu-1,5Mg e b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni 92

Figura 4.10 – Imagens de MEV – CS BSD (elétrons retroespalhados), evidenciando a morfologia dos compostos intermetálicos (IMCs) ao longo do lingote solidificado das ligas à base de Al: (a) Al-5Cu-1,5Mg em que expressa a fase escura (matriz de α -Al), cinza (fase S-Al₂CuMg) e branca (fase θ -Al₂Cu) e b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni sendo a fase escura (matriz de α -Al), cinza (fase S-Al₂CuMg e θ -Al₂Cu) e branca (rica em Ni) 95

Figura 4.11 – Espectros de difração de raios-X das ligas em regiões intermediárias dos lingotes e associadas as respectivas taxas de resfriamento: (a) Al-5Cu-1,5Mg e (b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni. 97

Figura 4.12 – Análise composicional e mapas elementares obtidos via MEV/EDS da liga Al-5Cu-1,5Mg amostra P-05 mm, evidenciando a composição e distribuição dos elementos em cada fase (magnificação aplicada em: 4000 a 16000x) 98

Figura 4.13 – Análise composicional e mapas elementares obtidos via MEV/EDS da liga Al-5Cu-1,5Mg amostra P-30 mm, evidenciando a composição e distribuição dos elementos em cada fase (magnificação aplicada em: 4000 a 16000x)	99
Figura 4.14 – Proporção das fases intermetálicas (IMC) em massa (%) das ligas em função da taxa de resfriamento para as ligas (a) Al-5Cu-1,5Mg e (b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni	101
Figura 4.15 – Perfil da Microdureza Vickers para as ligas Al-5Cu-1,5Mg-(1Ni) em função de λ_1	103
Figura 4.16 – Limite de resistência à tração para as ligas Al-5Cu-1,5Mg-(1Ni) em função de λ_1	104
Figura 4.17 – Alongamento específico para as ligas Al-5Cu-1,5Mg(1Ni) em função de λ_1	104
Figura 4.18 – Diagramas de impedância para as ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni em solução 0,06M NaCl em diferentes amostras: (a) Resultados experimentais e (b) Bode e Bode fase	107
Figura 4.19 – Curvas de polarização potenciodinâmica exibindo densidades de corrente e potenciais de corrosão em uma solução 0,06M NaCl a T_{amb} (25°C)	108
Figura 4.20 – Micrografias em MEV de amostras após ensaio de corrosão das ligas: a) Al-5Cu-1,5Mg e b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni	109

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Leis experimentais para descrever a evolução dos espaçamentos dendríticos (λ_1 , λ_2 , λ_3) em função dos parâmetros térmicos de solidificação (V_L e $\dot{T}$) em sistemas metálicos. Silva (2016)	39
Tabela 2.2 – Modelos teóricos de crescimento celular (λ_C) e dendríticos (λ_1 , λ_2). Rosa (2007) apud Paixão (2023)	40
Tabela 2.3 – Reações invariantes com participação de Al e Si: Liga Al-Cu-Mg-Ni-Si. Belov et al. (2005)	51
Tabela 2.4 – Aplicações reais e propostas das ligas de alumínio aeroespaciais convencionais da classe de série 2xxx para estruturas de fuselagem. Prasad e Wanhill (2017)	55
Tabela 3.1 – Composição química (% em massa) dos metais utilizados na elaboração das ligas	62
Tabela 4.1 – Relações das equações das Leis de Crescimento de λ_1 em função de $\dot{T}$ e V_L .	88
Tabela 4.2 – Relações das equações das Leis de Crescimento de λ_2 em função de $\dot{T}$ e V_L .	88

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BSE	Sensor de Elétrons Retroespalhados	
CFC	Cúbica de Face Centrada	
CR	Resistência à Corrosão	
C_0	Concentração nominal da liga	[% em peso]
C_s	Concentração do sólido	[% em peso]
C_L	Concentração do líquido	[% em peso]
D_s	Difusão de soluto	
DRX	Difratometria / Difração de Raios-X	
E_{corr}	Potencial de corrosão	[MVSCE]
EDS	Raios-X por Dispersão de Energia	
EIE	Espectroscopia de Impedância Eletroquímica	
<i>et al.</i>	Coautores / Colaboradores	
f_s	Fração sólida	
FRX	Fluorescência de Raios-X	
G ou G_T	Gradiente térmico	[K/m]
G_{CRT}	Gradiente térmico crítico	[K/m]
G_L	Gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido	[K/m]
G_{SL}	Gradiente de temperatura da zona pastosa	[K/m]
HB	Dureza Brinell	
HV	Dureza Vickers	

i_{corr}	Taxa de corrosão	$[\mu\text{A}/\text{cm}^2]$
IMC	Compostos / Complexos Intermetálicos	
k	Coeficiente de distribuição ou partição de soluto	[Adimensional]
L	Calor latente	$[\text{°C}]$
L_n	Distância / Comprimento dos espaçamentos	
LMC	Laminados Compósitos Metálicos	
m_L	Inclinação da linha <i>liquidus</i>	
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura	
MMC	Compósitos de Matriz Metálica	
MO	Microscópio Ótico	
n	Número de ramificações secundárias	
OCP	Potencial de Circuito Aberto	
ODS	Objetivos de Desenvolvimento Sustentável	
R^2	Coeficiente de correlação	[Adimensional]
RT	Resistência à Tração	
s	Segundos	
SCC	<i>Stress Corrosion Cracking</i>	
SG	Scheil-Gulliver	
S_L	Distância da interface S/L a partir da superfície de extração de calor	[mm]
S/L	Interface Sólido/Líquido	
SRC	Super-resfriamento constitucional	

SUVA	Solidificação unidirecional vertical ascendente	
TCE	Transição colunar equiaxial	
t	Tempo	[s]
t _L	Tempo de passagem da isoterma <i>liquidus</i>	[s]
t _S	Tempo de passagem da isoterma <i>solidus</i>	[s]
t _{SL}	Tempo local de solidificação	[s]
T	Temperatura	[°C]
T _L	Temperatura da isoterma <i>liquidus</i>	[°C]
T _S	Temperatura da isoterma <i>solidus</i>	[°C]
T _V	Temperatura de vazamento	[°C]
T _{SL}	Temperatura da zona pastosa	[°C]
$\dot{T}$	Taxa de resfriamento	[K/s]
v	Velocidade de solidificação	[mm/s]
V	Velocidade de solidificação	[mm/s]
V _L	Velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i>	[mm/s]
Z	Módulo de Impedância	[Ωcm ²]

Siglas

AA	Aluminum Association
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
DEMa-UFSCar	Departamento de Engenharia de Materiais/ Universidade Federal de São Carlos
FEG	Faculdade de Engenharia Guaratinguetá
FEM	Faculdade de Engenharia Mecânica
FESJ	Faculdade de Engenharia de São João da Boa Vista
GLARE	Glass Laminate Aluminum Reinforced Epoxy
GPS	Grupo de Pesquisa em Solidificação
IFSP	Instituto Federal de São Paulo
LCE	Laboratório de Caracterização Estrutural
LNNANO	Laboratório Nacional de Nanotecnologia
ONU	Organização das Nações Unidas
SJBV	São João da Boa Vista
UNESP	Universidade Estadual de São Paulo
UNICAMP	Universidade Estadual de Campinas

Subscritos

A	Área
D	Difusividade
F	Frequência
L	Líquido
S	Sólido
S/L	Sólido/Líquido
P	Posição

LISTA DE SÍMBOLOS

Γ	Coeficiente de Gibbs-Thomson
μm	Micrômetro
Hz	Hertz
kgf	Quilograma-força
K/s	Kelvin por segundos
mm	Milímetros
$\Delta T'$	Intervalo de solidificação
α	Fase Primária
β	Fase Secundária
ε	Fase Secundária
S	Fase Secundária

γ	Fase Secundária	
δ'	Fase Secundária	
θ'	Fase Secundária	
σ_U	Limite de Resistência à Tração	
%	Porcentagem	
δ - %	Alongamento Específico	
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius	
Ωcm^2	Espectroscopia de Impedância Eletroquímica Local Ôhmica Ohm centímetros quadrado	
θ	Ângulo de fase	[$^{\circ}$]
λ	Espaçamento Lamelar	[μm]
λ_c	Espaçamento Celular	[μm]
λ_1	Espaçamento Dendrítico Primário	[μm]
λ_2	Espaçamento Dendrítico Secundário	[μm]
λ_3	Espaçamento Dendrítico Terciário	[μm]
δ	Alongamento específico	[%]
$\partial T/\partial t$	Taxa de resfriamento	[K/s]
$\partial T/\partial x$	Gradiente térmico	[K/m]

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	25
1.2. OBJETIVOS	29
1.2.1. Objetivo Geral	29
1.2.2. Objetivos Específicos	29
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	30
2.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS SOBRE SOLIDIFICAÇÃO	30
2.1.1. Solidificação dos Metais.....	31
2.1.2. Solidificação Direcional Transiente	32
2.2. RELAÇÕES PARÂMETROS TÉRMICOS E FORMAÇÃO DA MICROESTRUTURA	33
2.3. LEIS DE CRESCIMENTO: REGIME ESTACIONÁRIO E TRANSITÓRIO DE FLUXO DE CALOR	39
2.4. INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS TÉRMICOS SOBRE A MICROESTRUTURA	42
2.5. LIGAS Al-Cu-Mg-x: CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES.....	48
2.6. APLICAÇÕES DAS LIGAS MULTICOMPONENTES DE Al-Cu.....	52
2.7. CORROSÃO DAS LIGAS DE Al-Cu	56
3. MATERIAIS E MÉTODOS	60
3.1. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	60
3.2. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS	62
3.3. PROCESSAMENTO: PREPARAÇÃO DAS LIGAS	64
3.4. DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO	66
3.5. CARACTERIZAÇÃO DAS ESTRUTURAS DE SOLIDIFICAÇÃO	70
3.6. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV-BSE) E ESPECTROSCOPIA DE RAIOS – X POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)	72
3.7. DIFRAÇÃO DE RAIOS – X (DRX)	73

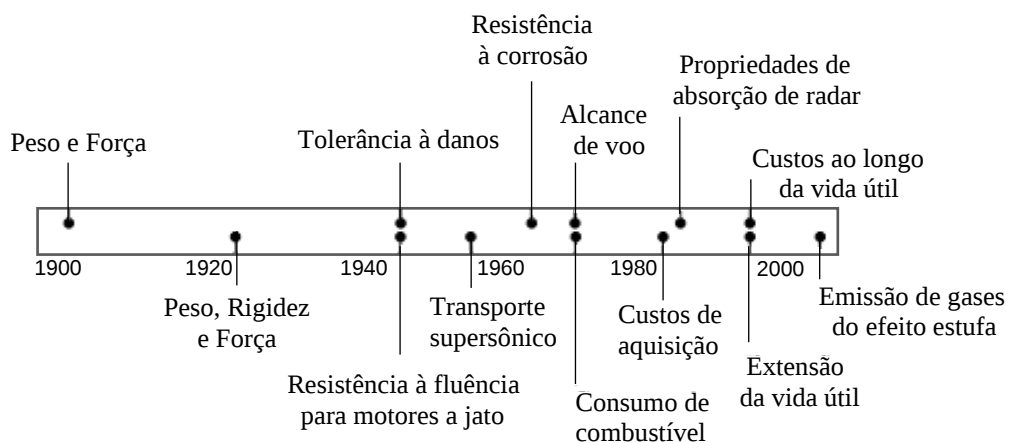
3.8. ENSAIOS DE CORROSÃO ELETROQUÍMICA	73
3.9. ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS.....	75
3.10. ENSAIOS DE TRAÇÃO	76
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	77
4.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS	77
4.2. PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO	77
4.2.1. Curvas de Resfriamento	77
4.2.2. Tempo de Passagem da Isoterma <i>Liquidus</i> (t_L)	79
4.2.3. Velocidade de Avanço da Isoterma <i>Liquidus</i> (V_L)	79
4.2.4. Taxa de Resfriamento ($\dot{T}$).....	81
4.3. CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE SOLIDIFICAÇÃO E MORFOLOGIA DAS FASES	82
4.4. CORRELAÇÃO ENTRE ESPAÇAMENTOS MICROESTRUTURAIS E PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO: LEIS DE CRESCIMENTO DENDRÍTICO PRIMÁRIO E SECUNDÁRIO	85
4.5. CAMINHOS DE SOLIDIFICAÇÃO (SIMULAÇÃO DE SCHEIL-GULLIVER).....	91
4.6. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR ANÁLISES DE DRX, MEV e EDS	94
4.7. PROPRIEDADES MECÂNICAS: MICRODUREZA E TRAÇÃO.....	102
4.8. COMPORTAMENTO À CORROSÃO.....	106
5. CONCLUSÃO	110
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	112
REFERÊNCIAS	113
ANEXO A - “Estudo Bibliométrico das Ligas Al-Cu-Mg-Cu-(Ni)”	123-1

1. INTRODUÇÃO

Ao desenvolver os primeiros dirigíveis, Alberto Santos Dumont, focou em utilizar as forças aerodinâmicas para resolver os desafios das aeronaves, incluindo a questão do peso estrutural. Desde o início, ele destacou a importância de minimizar o peso dos materiais na construção das aeronaves. Devido as várias adaptações, ele alcançou o primeiro voo de um avião, confirmando sua visão de que as aeronaves evoluiriam ao longo do tempo, semelhante à metamorfose da crisálida em borboleta (**Visoni e Canalle, 2009**). Assim, desde o primeiro avião, a necessidade de melhorar o desempenho dos transportes aéreos tem sido reconhecida. A seleção de materiais para aeronaves depende de fatores como o projeto, as cargas e as condições ambientais, buscando garantir a resistência estrutural e aerodinâmica, além de serem fáceis de fabricar e oferecer um bom custo-benefício (**Mouritz, 2012**).

Com o avanço no desenvolvimento de materiais, incluindo suas avaliações física, química, mecânica e superficial, os materiais multicomponentes de alta resistência, especialmente os metálicos, substituíram rapidamente os anteriormente usados na construção de aeronaves, como a madeira. Os critérios para escolha dos materiais se tornaram mais precisos, visando melhorar projetos, propriedades e aplicabilidade nos transportes aéreos, garantindo alto desempenho e a capacidade das aeronaves. Assim, requisitos que antes não eram considerados importantes passaram a ser críticos nesta seleção. A Figura 1.1 descreve a evolução dos critérios na definição de materiais para as primeiras aeronaves.

Figura 1.1 – Linha do tempo histórica que indica o período onde os principais critérios para seleção de materiais foram introduzidos no projeto de aeronaves.



Fonte: Mouritz (2012).

A obtenção da microestrutura final resulta do processamento e da transformação de fases. Em condições transitórias de fluxo de calor, como na solidificação unidirecional, o controle dos parâmetros térmicos é essencial para estimar as características definitivas. São críticos os parâmetros como velocidade de solidificação (v), gradiente térmico (G) e taxa de resfriamento ($\dot{T}$) (**Garcia, 2007**). Um bom controle desses parâmetros permite obter uma microestrutura de solidificação adequada para cada aplicação específica.

Nos anos 1960, o avanço da metalurgia de transformação levou a estudos intensivos sobre a solidificação de materiais. Esse esforço visava atender à crescente demanda por componentes aeroespaciais com microestruturas controladas e alta pureza. As ligas de alumínio se destacaram nesse contexto devido à sua combinação de características como resistência específica, resistência à corrosão e à fadiga, tornando-se escolhas frequentes na fabricação de aeronaves (**Campbell, 2006; Stojanovic et al., 2018**). Assim, o progresso tecnológico tem sido impulsionado pela necessidade de aeronaves mais rápidas, leves e com maior autonomia de voo, alinhada aos esforços globais para reduzir as emissões de gases poluentes (**Maurice e Lee, 2009; Marino e Sabatini, 2014; Zhu et al., 2018**). Apesar dos avanços, a indústria ainda enfrenta o desafio de encontrar materiais que atendam aos rigorosos critérios das aplicações aeronáuticas. Apenas uma pequena fração dos materiais disponíveis atualmente é adequada para componentes críticos, como fuselagem, motores e asas. Esses materiais precisam combinar alta resistência, leveza, resistência à corrosão e estabilidade térmica, características essenciais para garantir desempenho e segurança em ambientes extremos (**Mouritz, 2012**).

O alumínio, quando aliado a outros elementos de liga, pode apresentar propriedades aprimoradas, o que é crucial para atender às demandas rigorosas de diversos setores, incluindo a indústria de transportes. As ligas à base de Al-Cu oferecem uma combinação atrativa de resistência específica, ou seja, uma maior leveza, resistência mecânica e à fadiga, tolerância à danos, capacidade de ajustar as propriedades através de tratamentos térmicos, além disso a relação custo-benefício. Dessa maneira, todas essas características reforçam sua posição como uma opção de materiais versáteis e eficazes e, assim quando adicionado um teor mínimo de Mg contribui significativamente para a resistência ao desgaste e à corrosão (**Davis, 2001**).

A incorporação do Ni permite o aprimoramento das propriedades mecânicas, resistência à corrosão intergranular e aumento da dureza devido o refinamento morfológico, bem como a estabilidade da microestrutura em altas temperaturas. Na prática, as ligas de Al podem ser solicitadas por um curto período em temperaturas entre 200 °C a 260 °C, com as temperaturas de trabalho a longo prazo restritas ao intervalo entre 120 °C a 150 °C, a adição do Ni contribui para esse aumento da estabilidade das ligas. Esses fatores são cruciais para aplicações de engenharia que exigem alta performance e durabilidade em condições extremas, justificando o uso de Ni como um elemento de liga estratégico, assim com um teor mínimo é possível verificar um comportamento significativo à liga (**Campbell, 2006**).

Desse modo, a escolha de investigar uma liga de alumínio contendo Cobre (Cu), Magnésio (Mg) e Níquel (Ni) na presente dissertação surge de um conjunto de razões fundamentadas na necessidade de avanços dos materiais e suas aplicações tecnológicas, sendo assim, quando associadas as suas propriedades mecânicas e superficiais as torna ideais à ampliação dos sistemas metálicos para aplicações estruturais.

Este estudo ganha relevância devido à complexidade das investigações sobre a avaliação da microestrutura de ligas multicomponentes, seu comportamento mecânico e sua resistência à corrosão. Quando aplicado, possibilita a variação de uma gama de ligas aos setores que buscam contribuições científicas. Portanto, para fornecer uma visão abrangente sobre o estado atual da pesquisa nesta área foi realizada uma pesquisa bibliométrica sintetizada usando os dados indexados na *Web of Science*, especificamente para o sistema ternário de Al-Cu-Mg sendo fundamental na compreensão das tendências e avanços no desenvolvimento e otimização das ligas não-ferrosas, principalmente de alumínio.

Entretanto, há escassez de informações na literatura e em publicações acadêmicas nos indexadores digitais que explorem a correlação entre os parâmetros térmicos, a microestrutura e as propriedades mecânicas e de corrosão, dependendo da condição de solidificação. Isso é particularmente relevante devido às restrições de aplicação das ligas à base de alumínio. Os resultados dessa análise bibliométrica poderá ser consultado no “**ANEXO A Estudo Bibliométrico das Ligas Al-Cu-Mg-Cu-(Ni)**” desta dissertação, contendo uma síntese das publicações mais relevantes, métricas de impacto e um estudo das principais áreas de investigação e evolução nas ligas de Al-Cu-Mg-(Ni).

Para enfrentar a escassez de dados científicos na área de materiais avançados e estruturais dos transportes aéreos e aprimorar as propriedades das ligas de alumínio, é fundamental investigar mais a fundo os sistemas não-ferrosos. Até o momento, a literatura disponível apresenta poucas informações que abrange as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão das ligas Al-Cu-Mg, particularmente com a incorporação do elemento metálico Níquel (Ni). Estas ligas, com suas complexas interações e potenciais de aprimoramento, representam uma fronteira promissora para a obtenção de materiais mais leves, mas de elevado desempenho. Considerando a relevância dos precipitados nas ligas das séries 2xx.x / 2xxx, estas propriedades foram objeto de investigação e discussão, visando a compreensão do comportamento intrínseco às ligas de alumínio desenvolvidas, como as ligas Al-Cu-Mg-(Ni).

A fim de investigar as propriedades das ligas do presente estudo sendo compreendidos através de uma abordagem integrada que combina experimentação e modelagem teórica, foi possível obter resoluções significativas sobre o comportamento dessas ligas e, que futuramente possam atender às demandas de desempenho sob condições adversas e serem aplicadas em inúmeros setores. Portanto, a pesquisa contínua e aprofundada não apenas poderá preencher lacunas existentes na literatura, mas contribuirá para o avanço tecnológico crucial à indústria dos transportes, garantindo maior eficiência e segurança em aplicações de alta performance.

A seguir, serão explorados o contexto teórico e os métodos experimentais empregados para a análise dessas ligas, com ênfase na correlação entre os parâmetros térmicos $\times$ microestruturais $\times$ propriedades mecânicas e, em como esses aspectos se relacionam com as demandas atuais da indústria aeronáutica. Espera-se que os resultados obtidos ofereçam perspectivas futuras significativas em inovações no campo dos materiais aeroespaciais/aeronáuticos, dentre outras áreas científicas e/ou industriais.

1.2. OBJETIVOS

1.2.1. Objetivo Geral

Avaliar a influência da adição de 1% de Níquel (Ni) sobre os parâmetros térmicos, microestruturais, e resistências mecânica e a corrosão da liga Al-5%Cu-1,5%Mg. Com estas informações serão propostas correlações entre resistências mecânicas e parâmetros microestruturais, com vistas a contribuir com subsídios para um planejamento adequado de condições operacionais de solidificação vinculados a determinadas características em aplicações para o setor aeronáutico.

1.2.2. Objetivos Específicos

1. Obter as ligas Al-5%Cu-1,5%Mg e Al-5%Cu-1,5%Mg-1%Ni através da técnica de solidificação direcional vertical ascendente em regime transitório de extração de calor;
2. Determinar os parâmetros térmicos de solidificação: velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V_L) e taxas de resfriamento ($\dot{T}$);
3. Realizar uma caracterização microestrutural completa (ao longo do comprimento do lingote) a fim de mapear toda a gama de fases e morfologias provenientes da adição do Ni, e das taxas de resfriamento empregadas durante a solidificação;
4. Quantificar os parâmetros microestruturais através da medição dos espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e secundários (λ_2);
5. Realizar ensaios de tração (σ_U e δ - %) e microdureza Vickers (HV) a fim de levantar os valores e analisar comportamento referentes à resistências mecânica;
6. Avaliar o comportamento à corrosão, através de ensaios de polarização linear e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE), em amostra representativa da faixa de variação microestrutural a fim de avaliar o efeito da composição;
7. Realizar correlações entre os parâmetros térmicos, microestruturais, mecânicos e de corrosão eletroquímica.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS SOBRE SOLIDIFICAÇÃO

A solidificação dos metais e ligas metálicas, a mudança do estado líquido para o sólido, ocorre sob uma sequência de eventos associados à mudança de estado, como nucleação e crescimento e, finalmente a definição da morfologia da interface sólido/líquido (S/L). Estes eventos são influenciados pela interdependência entre as variáveis de solidificação, que definem a microestrutura do produto final (**Garcia, 2007**). Defeitos internos à estrutura bruta de solidificação podem ocorrer devido à natureza dinâmica do processo de obtenção que são gerados de modo espontâneo ou intencionalmente, sendo assim controlados à depender da propriedade desejada. Nesse ínterim, tais defeitos podem ser removidos a partir de tratamentos térmicos e/ou termomecânicos. Desta forma, o controle da dinâmica de solidificação, através da definição da composição da liga e do método de processamento possibilitam a previsão e/ou determinação da morfologia da microestrutura resultante, e determinarão as propriedades mecânicas e o comportamento à corrosão (**Smith, 2012**).

As variáveis envolvidas durante o processo de solidificação são parametrizadas de acordo com a taxa de resfriamento ($\dot{T}$), velocidade de solidificação ou de avanço/deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), gradiente térmico (G_L) e composição (C_0) de um dado sistema metálico e, que caracterizam os períodos de solidificação e os perfis térmicos. Assim, durante a liberação do calor latente (L) os parâmetros térmicos ($\dot{T}$, V_L e G_L) atuam na interface sólido/líquido provocando uma instabilidade desta interface, e contribuirão no controle e definição da estrutura final (**Gündüz e Çadirli, 2002; Garcia, 2007**).

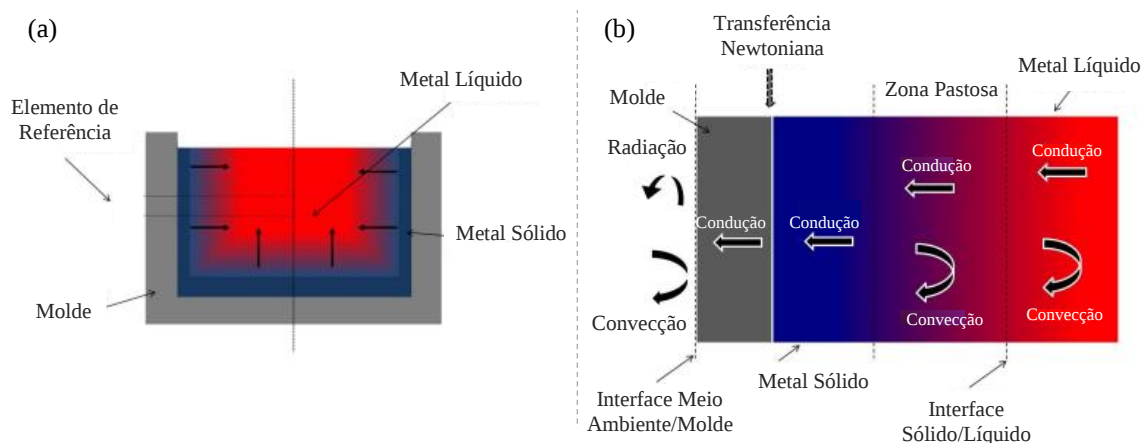
2.1.1. Solidificação dos Metais

A solidificação é um processo que envolve a transformação de estados ($S \leftrightarrow L$), e pela perspectiva termodinâmica de transição da matéria é decorrido pela condição de estabilidade e redução da energia livre, no qual o ponto de equilíbrio é neutro e que promove a maior interação das ligações químicas a longo alcance (**Chalmers, 1964; Bergman, 2011**). A dinâmica de solidificação é influenciada pela temperatura de sobreaquecimento do metal líquido, pela intensidade das correntes convectivas no interior do molde e a capacidade de extração de calor apresentada, na qual interfere diretamente nas taxas de resfriamento.

De acordo com o relatado por **Garcia (2007)**, dependendo das condições convencionadas da liga no diagrama de fases, a rejeição de soluto ou de solvente e morfologia de crescimento são desenvolvidas durante a solidificação, bem como o arranjo microestrutural, resultados da transferência de calor e de massa. Os fenômenos associados possibilitam ocorrência de um gradiente de temperatura entre o material e o meio de absorção do calor e, que a partir dos mecanismos de transferência atuam como removedor do calor latente liberado.

Na solidificação, a liberação de calor latente ocorre através de diversos modos de transferência de calor, conforme representação da Figura 2.1 e, que podem ocorrer durante a solidificação em um sistema metal/molde refrigerado, ou seja, convecção forçada na água, transferência newtoniana na interface metal/água/molde, condução térmica no molde e no metal sólido, transferência newtoniana na interface metal/molde, convecção natural e condução térmica no metal líquido (**Garcia, 2007**).

Figura 2.1 – Configuração de Solidificação: (a) Elemento de referência representativo do sistema metal/molde: (b) Modos de transferência de calor atuantes no sistema metal/molde.



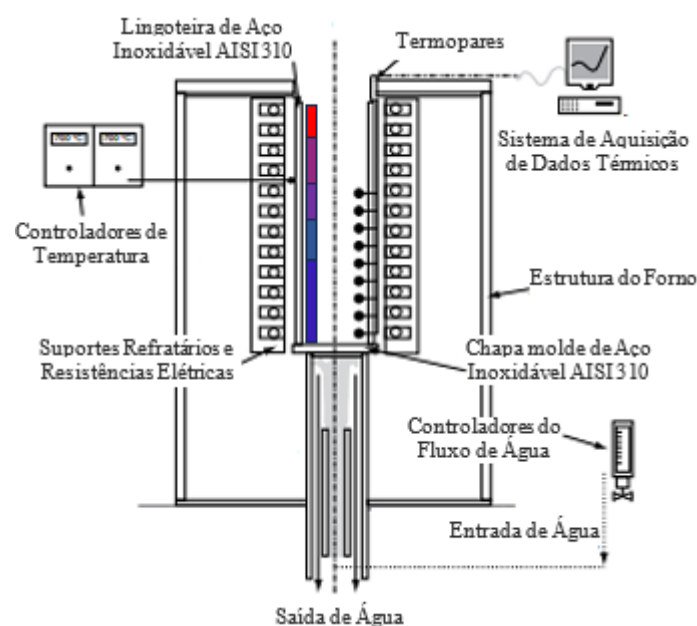
Fonte: Garcia (2007); Adaptado de Brito (2016).

2.1.2. Solidificação Direcional Transiente

Os processos de solidificação que originam produtos acabados e semiacabados são dados, principalmente, pelo lingotamento estático e contínuo, bem como a própria fundição. A técnica direcional em regime transiente de extração de calor, é um meio de solidificação de ligas metálicas em que são promovidas a formação de estruturas quase-cristalinas, ou materiais com grão colunares policristalinos. Nesse método, leva-se em consideração a direção da remoção do fluxo de calor latente e o sentido de avanço da frente de solidificação, podendo ocorrer em regime estacionário ou em regime transitório de fluxo de calor, envolvendo análises acerca da macroestrutura, microestrutura e segregação de soluto (**Garcia, 2007**). O controle dos parâmetros de processamento envolvidos nessa técnica é amplamente empregada na produção de materiais de alta qualidade para uso em diversas indústrias, incluindo aeroespacial, eletrônica e energia (**Campbell, 2006**).

Os parâmetros térmicos do método unidirecional em condições transientes de extração de calor que envolvem a livre variação com o tempo e com a posição dentro do metal, do gradiente térmico (G_L) e da velocidade de crescimento (V_L), possibilitam a execução dos experimentos em dispositivos com diferentes configurações básicas, sendo esses: horizontal, vertical descendente e vertical ascendente. Nesse caso específico, a Figura 2.2 esquematiza a representação do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente (SUVA) aplicado ao procedimento experimental, sendo abordado no presente trabalho.

Figura 2.2 – Dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente (SUVA).



Fonte: Adaptado de Garcia (2007).

A solidificação unidirecional direcional vertical ascendente ocorre em sentido contrário ao da força da gravidade, no qual o peso da liga age no sentido de melhorar o contato físico do lingote com a base refrigerada. Durante a SUVA de um dado sistema metálico, a segregação de soluto ou solvente à frente da interface S/L provocará a formação de uma convecção térmica gerada pela a evolução dos parâmetros térmicos de solidificação, esta convecção é dita de origem térmica; ao passo que uma convecção do tipo termosolutal é gerada quando o soluto ou solvente, devido ao efeito da gravidade, tende a decantar ou flotar criando um gradiente de composição que induz um gradiente térmico no mesmo sentido (**Kurz e Fischer, 1998**).

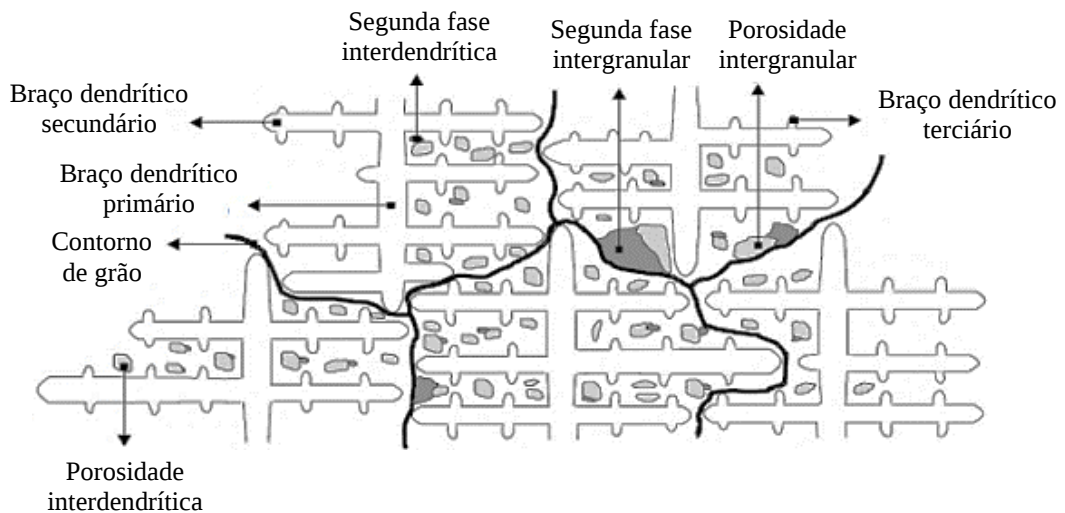
O contato metal/molde é dificultado devido ao surgimento de um *gap*, entre a base da lingoteira e a superfície do lingote, criada devido a rugosidade da superfície do molde, pela capilaridade líquido/molde, e devido à contração volumétrica da solidificação. Nesse processo, existe ainda uma segunda técnica de solidificação, em condições estacionárias de fluxo de calor, em que o gradiente térmico (G_L) e a velocidade de crescimento (V_L) são controlados de forma independente/individual e mantidos constantes ao longo do experimento, a exemplo dessa técnica seria a Bridgman/Stockbarger (**Garcia, 2007**).

2.2. RELAÇÕES PARÂMETROS TÉRMICOS E FORMAÇÃO DA MICROESTRUTURA

As mudanças de fases estão presentes em um dos processos primordiais das diversas técnicas de fabricação, tais como: fundição, soldagem, processos de solidificação rápida e de solidificação direcional (**Garcia, 2007**), expresso por um processo de transferência de calor e massa e que promovem as constituições morfológicas associadas, fundamentalmente, ao resultado da ordenação dos átomos durante a mudança estado do líquido para o sólido. Ao longo do crescimento dos cristais (grão), a interação entre seus núcleos se intensifica, formando fronteiras (contorno de grão). Como resultado, a estrutura policristalina se organiza preferencialmente em certas direções, para os metais CFC trata-se da direção [001] (**Kurz e Fisher, 1998**). O produto da solidificação é relacionado à morfologia da interface entre o sólido e líquido (S/L), em que as condições termodinâmicas envolvidas provocam instabilidades nesta interface e constituem a morfologia final da microestrutura (**Garcia, 2007**).

A microestrutura bruta de solidificação é caracterizada por este arranjo de grãos que, geralmente, agrega uma matriz de morfologia celular e/ou dendrítica (Hunt, 2001). A distribuição de defeitos e heterogeneidades químicas, resultantes do processamento (Figura 2.3), pode ser ajustada e/ou minimizada em etapas de conformação plástica e tratamentos termoquímicos (Garcia, 2007). No entanto, a principal condição para o ajuste microestrutural ideal é que ele ocorra durante a solidificação. A formação da morfologia microestrutural inicial na solidificação de uma liga metálica é profundamente influenciada pela evolução da interface sólido/líquido (S/L) durante o processo. A transição da morfologia plana típica dos metais puros para estruturas celulares e dendríticas ocorre em resposta às mudanças nos parâmetros térmicos do sistema metal/molde durante a solidificação.

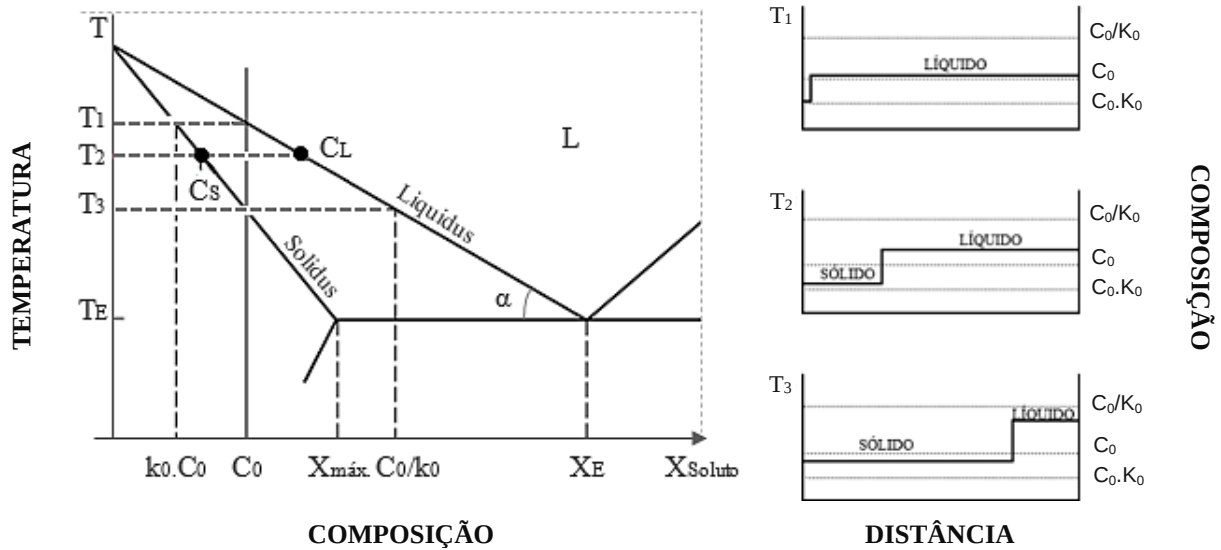
Figura 2.3 – Representação esquemática da microestrutura de solidificação.



Fonte: Garcia (2007).

A equação de Scheil-Gulliver (SG) descreve o comportamento de solidificação para as ligas multicomponentes à base de alumínio e, conceitua a suposição de que não há difusão de soluto no sólido ($D_s = 0$) devido à baixa difusividade, mas que a intensidade de resfriamento promove uma condição suficiente para que haja homogeneidade completa de soluto no líquido (Gulliver, 1913; Scheil, 1942), fornecendo um limite superior para a partição da massa entre sólido e líquido. A equação de SG estima o ponto de solidificação de um sistema multicomponente. À medida que a temperatura diminui, a mudança de fases ocorre até que o processo se conclua no ponto eutético. Nesse ponto, líquido remanescente se solidifica em estruturas eutéticas, conforme ilustrado no diagrama de fases da Figura 2.4.

Figura 2.4 – Diagrama de fase única hipotético do modelo de Scheil-Gulliver (*solidus* e *liquidus* são apresentados como linhas retas): $k = C_S/C_L$ é constante e independente de T .



Fonte: Adaptado de Park (2017).

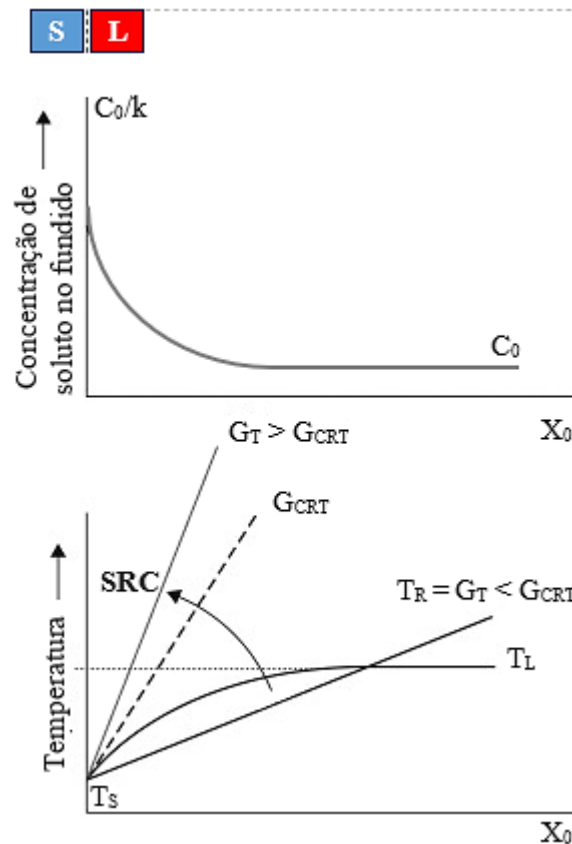
A Equação de Scheil-Gulliver (2.1 e 2.2) é descrita a partir da evolução do campo composicional das fases sólida e líquida em função da fração sólida (f_s). A segregação do soluto ou solvente à frente da interface de crescimento provoca uma redistribuição não uniforme que origina a instabilidade na interface S/L. O coeficiente de partição (k) de soluto que corresponde a uma tendência da previsão de concentração de soluto no sólido (C_S) em função do teor de soluto presente no líquido (C_L):

$$C_S = k \cdot C_0 \cdot (1 - f_s)^{(k-1)} \quad (2.1)$$

$$k = \frac{C_S}{C_L} \quad (2.2)$$

Nesse contexto, dependendo do valor do coeficiente de partição de soluto (k), pode ocorrer a segregação de soluto ou solvente à frente da interface sólido/líquido (S/L), resultando em uma redistribuição não uniforme no líquido à frente dessa interface, o que leva à sua instabilidade. A Figura 2.5 mostra uma situação onde k é menor que 1, contribuindo para o acúmulo de soluto à frente da interface S/L, gerando uma região com temperatura no líquido (T_{real}) abaixo da temperatura *liquidus* (T_L). Esse acúmulo de soluto à frente da interface S/L promove o surgimento de um fenômeno favorável à nucleação, sendo também responsável por sua gradual instabilidade, conhecido como **Super-resfriamento Constitucional (SRC)** (Porter, 1992; Garcia, 2007).

Figura 2.5 – Esquemática do SRC como consequência da rejeição/acúmulo de soluto e perfil real de temperatura no líquido à frente da interface S/L em relação ao Gradiente Térmico (G_T).

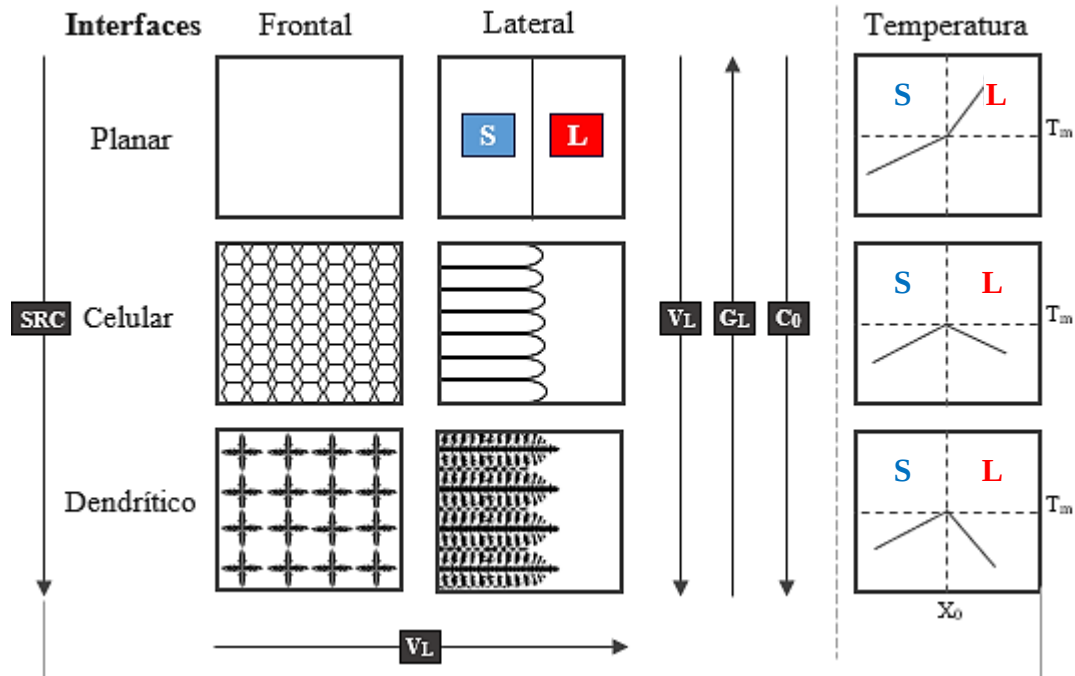


Fonte: Adaptado de Smallman; Ngan (2014).

Durante a solidificação ocorre a transição de estado e, consequentemente, a morfologia da fase sólida modificar-se-á em função da rejeição de soluto/solvente à frente da interface S/L. Os efeitos termodinâmicos associados a formação microestrutural favorecem a segregação do soluto suficiente para que a forma planar passe a celular. A instabilidade da interface S/L decorre da concentração de soluto e/ou da taxa de resfriamento, e aumento destes dois parâmetros ($C_0 \uparrow$ e $\dot{T} \uparrow$) contribuem para o crescimento dendrítico (Garcia, 2007).

Dependendo do fator de super-resfriamento constitucional (SRC) e parâmetros térmicos (G_L , V_L , C_0) são formadas as principais morfologias de solidificação (Kurz e Fisher, 1998). As condições térmicas em função da composição do metal puro durante a solidificação são representadas pela Figura 2.6 onde ocorre a comparação final entre as morfologias da interface, um esquema que expressa a influência do super-resfriamento constitucional na evolução das interfaces microestruturais: planar $\rightarrow$ celular $\rightarrow$ dendrítico.

Figura 2.6 – Efeito do super-resfriamento na morfologia de solidificação da interface a partir do crescimento: planar, celular e dendrítico (à medida que SRC induzido pela C_0 aumenta).



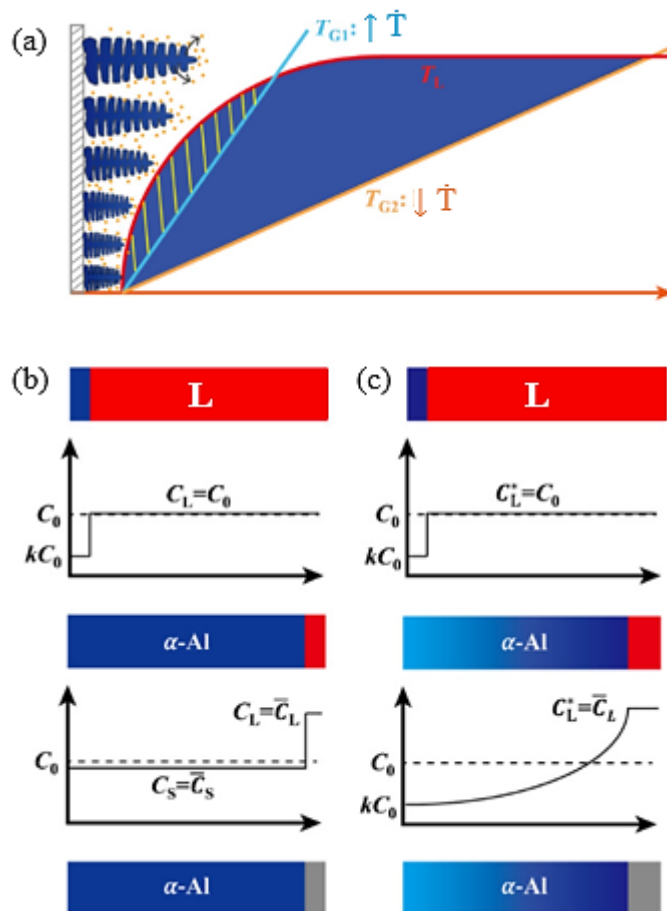
Fonte: Adaptado Campbell (2012).

Em relação aos efeitos do super-resfriamento constitucional (SRC) durante a evolução microestrutural, pode-se verificar que esse fenômeno não ocorre no crescimento planar, mas que influencia moderadamente em celular e mais forte ao crescimento dendrítico (Darwish, 2007). De modo geral, quando o gradiente térmico (G_T) no líquido da interface S/L é maior do que o gradiente da temperatura *liquidus* ($G_T > G_L$), a interface será plana.

Nesse cenário, o avanço da interface S/L plana entra em uma condição de instabilidade, onde há uma região no estado líquido com temperatura menor do que sua temperatura *liquidus* ($G_T < G_L$), promovendo o crescimento de uma protuberância à frente da interface. O calor latente é liberado causando o aumento da temperatura no líquido que origina a forma celular e com as condições de aumento do SRC e velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V_L) são gerados os braços dendríticos e, que com a rápida evolução fora de equilíbrio que promovem geometrias mais complexas (Campbell, 2012).

No processo de solidificação das ligas de alumínio, ocorre o acúmulo gradual de componentes na interface S/L resultando no SRC do soluto, no qual é promovido a nucleação das fases previstas, sendo que a região do super-resfriamento é afetada pela variação do gradiente de temperatura e taxa de resfriamento (Lu *et al.*, 2023). Em vista disso, o progresso de solidificação dada pela Figura 2.7 expressa as condições de SRC relacionando a: (a) influência do gradiente térmico, (b) em equilíbrio, quando não surge o efeito de gradiente composicional e (c) Scheil, em que a fase α -Al apresenta elevada solubilidade enquanto os componentes da região líquida são reduzidos, assim à medida que a taxa de resfriamento ($\dot{T}$) aumenta durante a solidificação das ligas se aproximam do modelo de Scheil-Gulliver.

Figura 2.7 – Representação esquemática do comportamento á solidificação: (a) relação entre a região de super-resfriamento do soluto e o gradiente térmico na frente da interface S/L e (b, c) as redistribuições do soluto em diferentes modos de solidificação: (a) Zona de super-resfriamento do soluto e gradiente térmico, (b) Em equilíbrio e (c) Scheil.



Fonte: Lu *et al.* (2023).

2.3. LEIS DE CRESCIMENTO: REGIME ESTACIONÁRIO E TRANSITÓRIO DE FLUXO DE CALOR

Os estudos com ligas de alumínio multicomponentes, solidificadas em regime transiente de extração de calor, geralmente não expressam comportamento típico quando da previsibilidade microestrutural final observado em ligas binárias de alumínio, distribuição de fases e espaçamentos dos grãos (Dias, 2015; Brito, 2016; Xavier, 2017). Essa previsão morfológica, assim como o nível de refinamento da estrutura bruta de solidificação são correlacionadas às variáveis de composição (C_0), a variação da velocidade de solidificação (V_L), da taxa de resfriamento ($\dot{T}$) e gradientes térmicos (G_L) (Hunt e Lu, 1996; Garcia, 2007).

Para entender a evolução morfológica em relação às variáveis de processamento, são considerados modelos teóricos de sistemas de solidificação que forneceram resultados e que posteriormente foram comparados. Nos estudos do crescimento dendrítico em estruturas brutas de solidificação unidirecional, as verificações são fundamentadas em leis experimentais acerca da influência dos parâmetros térmicos sobre os espaçamentos dendríticos: celulares (λ_c), primários (λ_1), secundários (λ_2) e ainda terciários (λ_3). Em síntese, as leis de crescimento dendrítico para sistemas metálicos são apresentados conforme Tabela 2.1 abaixo (Silva, 2016).

Tabela 2.1 – Leis experimentais para descrever a evolução dos espaçamentos dendríticos ($\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$) em função dos parâmetros térmicos de solidificação (V_L e $\dot{T}$) em sistemas metálicos.

Parâmetros Térmicos	Relações $\lambda_{1,3}$ com V_L e $\dot{T}$	Relações λ_2 com V_L e $\dot{T}$
Taxa de Resfriamento ($\dot{T}$)	$\lambda_{c, 1, 3} = a.(\dot{T})^{-0,55}$	$\lambda_2 = a.(\dot{T})^{-1/3}$
Velocidade de deslocamento da isoterma <i>liquidus</i> (V_L)	$\lambda_{c, 1, 3} = b.(V_L)^{-1,1}$	$\lambda_2 = b.(V_L)^{-2/3}$

Fonte: Silva (2016).

Os principais modelos que regem as condições de solidificação em regime estacionário, sendo propostos por: Hunt, 1979; Trivedi, 1984; Kurz-Fisher, 1981, 1984, 1986, 1989, 1992 e, transitório de fluxo de calor foram a princípio estabelecidos por Hunt e Lu (1996) e Bouchard e Kirkaldy (1997) para espaçamentos interdendríticos primários em ligas binárias e, que são frequentemente revisadas para a elaboração de ligas multicomponentes. A correlação dos parâmetros térmicos x microestruturais são dadas pela seguinte expressão global (2.3):

$$(\lambda_c, \lambda_1, \lambda_2, \lambda_3) = C (G_L, V_L, \dot{T})^{-a} \quad (2.3)$$

Onde,

“C” é a constante da liga; G_L = Gradiente de Temperatura à frente da isoterma *liquidus*; V_L = Velocidade de avanço da isoterma *liquidus*; $\dot{T}$ = Taxa de resfriamento e “a” é o expoente determinado experimentalmente em outros sistemas propostos e que podem ser aplicados, pois funcionam como uma espécie de “padrão” para outros estudos. Assim, todos esses parâmetros reunidos resultam no dado de λ , que é o espaçamento dendrítico.

De acordo com as referências, a Tabela 2.2 apresenta uma síntese das equações dos principais modelos teóricos de crescimento celular e dendrítico.

Tabela 2.2 – Modelos teóricos de crescimento celular (λ_C) e dendríticos ($\lambda_{1,2}$).

Autor(es)	Ano	Regime de Fluxo de Calor	Modelo Matemático
Hunt	1979	Estacionário	$\lambda_{1,C} = 2,83 [\Gamma m C_0 (1 - K_0) D]^{\frac{1}{4}} G_L^{-\frac{1}{2}} e V_L^{-\frac{1}{4}}$
Kurz-Fisher	1981-1992	Estacionário	$\lambda_{1,C} = 4,3 \left(\frac{\Gamma \Delta T D}{K_0} \right)^{\frac{1}{4}} G_L^{-\frac{1}{2}} e V_L^{-\frac{1}{4}}$
Trivedi	1984	Estacionário	$\lambda_1 = 2,83 [L m_L C_0 (1 - K_0) D]^{\frac{1}{4}} G_L^{-\frac{1}{2}} e V_L^{-\frac{1}{4}}$ $\lambda_C = 4,09 K_0^{-0,745} \left(\frac{\Gamma}{\Delta T} \right)^{0,41} D^{0,59} e V_L^{-0,59}$ $\lambda'_1 = 0,07789 V'^{(a-0,75)} (V' - G')^{0,75} G'^{-0,6028}$
Hunt-Lu	1996	Estacionário e Transitório	Onde, $a = -1,13 - 0,1555 \log_{10} (G') - 0,007589 [\log_{10} (G')]^2$ e $\lambda'_1 = \frac{\lambda_1 \Delta T}{\Gamma k_0}, G' = \frac{G_L \Gamma k_0}{\Delta T^2}, V' = \frac{V_L \Gamma k_0}{D \Delta T}$
Bouchard-Kirkaldy	1997	Transitório	$\lambda_1 = a_1 \left(\frac{16 C_0^{\frac{1}{2}} G_0 \varepsilon \Gamma D}{(1 - k_0) m_L G_L V_L} \right)^{1/2}$
Rappaz-Boettinger	1999	Transitório	$\lambda_2 = 5.5 (M.t_{SL})^{1/3} \mid \text{Onde, } M = \frac{-\Gamma D \ln\left(\frac{C_{eut}}{C_0}\right)}{m(1-k)(C_{eut}-C_0)}$

Fonte: Rosa (2007) *apud* Paixão (2023).

Onde,

λ é o espaçamento dendrítico, k_0 é o coeficiente de partição, Γ é o coeficiente de Gibbs-Thomson, $\Delta T = T_L - T_S$ no equilíbrio, D é a difusividade de soluto no líquido, V_L é a velocidade da isoterma *liquidus* (Hunt e Lu, 1996); C_0 é a composição nominal, $G_0\epsilon$ é um parâmetro característico $\approx 600 \times 6 \text{ K cm}^{-1}$; m_L é a inclinação da linha *liquidus*, e a_1 é um fator de calibração (Bouchard-Kirkaldy, 1997); G_L gradiente térmico à frente da isoterma *liquidus* (Hunt, 1979).

Os ramos dendríticos crescem perpendicularmente à frente de solidificação e seguem certos planos cristalográficos que são definidas por distâncias ou espaçamentos entre centros de células e dos braços das dendritas (Kurz e Fisher, 1998). Como mencionado anteriormente, o crescimento celular/dendrítico pode ser descrito por modelos teóricos que são comumente aplicados em condições de solidificação em regime estacionário ou transiente.

O crescimento dendrítico secundário (λ_2), por sua vez, é influenciado pelo tempo local de solidificação (t_{SL}), que representa a diferença entre os tempos em que a isoterma *liquidus* e a isoterma *solidus* atravessam uma posição específica. A expressão que leva em conta essa variável e descreve a medida de λ_2 é fornecida por:

$$\lambda_2 = C (t_{SL})^a$$

Onde,

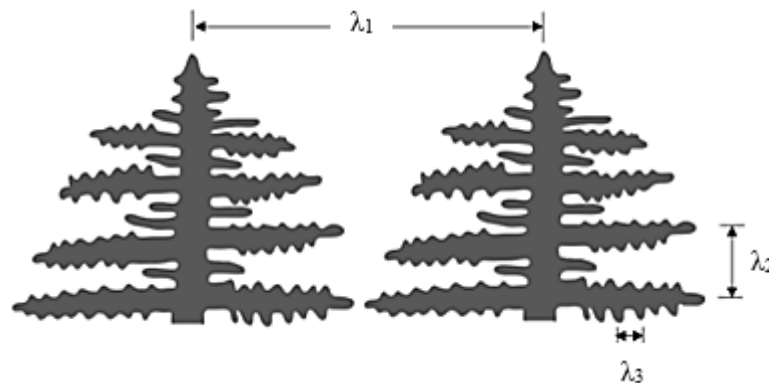
$$t_{SL} = \Delta T / \dot{T}$$

Recentemente, Tiryakioglu (2019) a partir dos estudos de Rappaz-Boettinger que desenvolveu um modelo simples correlacionando a t_{SL} e λ_2 para aplicações em ligas multicomponentes. São inúmeras as expressões matemáticas que permitem compreender as microestruturas brutas de solidificação de acordo com os fenômenos físicos que ocorrem durante o processamento, possibilitando a previsão e até “programação” das estruturas e, conseqüentemente, as propriedades finais dos materiais metálicos.

2.4. INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS TÉRMICOS SOBRE A MICROESTRUTURA

As orientações cristalográficas preferenciais possuem maior influência na formação da nova morfologia e com a rejeição de mais soluto resultando em fases, assim surgem braços secundários perpendiculares aos ramos primários (Chalmers, 1968; Flemings, 1974; Boettinger *et al.*, 2000; Padilha e Siciliano, 2005) e a partir dos secundários surgem os braços terciários que caracterizam as redes dendríticas (Dias Filho *et al.*, 2015), esquematizados pela Figura 2.8. Além disso, a variação da taxa de resfriamento contribui para a formação de fases, espaçamentos estruturais, tais quais: celulares ou intercelulares, interdendríticos primários, secundários e terciários e interfásicos, bem como formas e tamanhos de grãos.

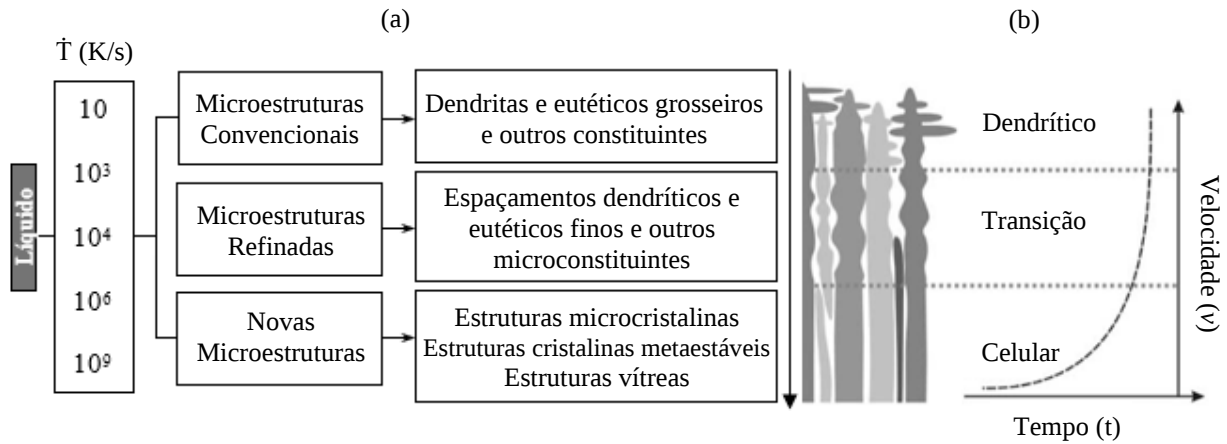
Figura 2.8 – Representação do crescimento morfológico em espaçamentos entre braços dendríticos primários (λ_1), secundários (λ_2) e terciários (λ_3).



Fonte: Adaptado de Kurz e Fisher (1998).

A taxa de resfriamento ($\dot{T}$) está intimamente associada a definição da velocidade da frente de solidificação (V_L) e transformação das fases sólido-líquido, assim refletidas na taxa de extração de calor influenciando significativamente nas microestruturas (Garcia, 2007). A relação entre a variação da taxa de resfriamento e o produto da solidificação leva à formação de fases, espaçamentos estruturais (como celular, interdendríticos primários, secundários e terciários, e interfásicos), além de diversas formas e tamanhos de grãos. Na Figura 2.9, é indicado que à medida que aumenta a taxa de resfriamento e da velocidade da isoterma *liquidus* ocorre a diminuição dos espaçamentos dendríticos de modo consequente elevando a resistência mecânica (Hunt e Lu, 1996; Bouchard e Kirkaldy, 1997; Gündüz e Çadirli, 2002; Garcia, 2007; Zhang, 2008).

Figura 2.9 – Influência de solidificação: (a) Taxa de resfriamento sobre a microestrutura de solidificação; (b) Velocidade na formação morfológica durante a solidificação vertical.

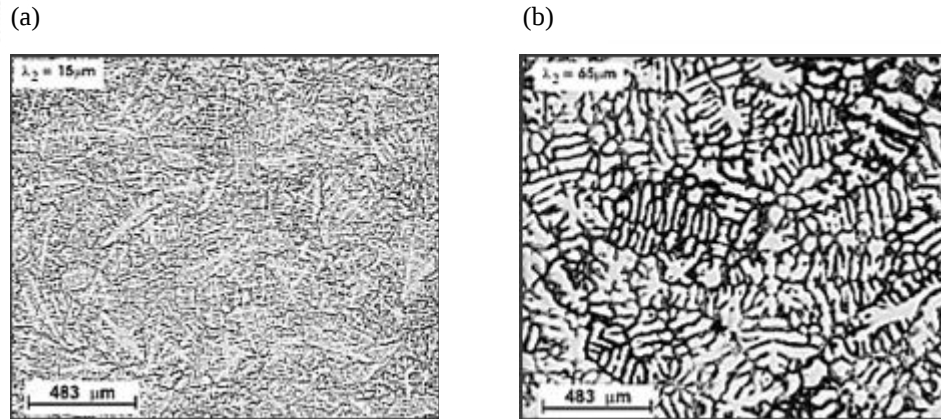


Fonte: (a) Garcia (2007); (b) Rosa *et al.* (2008).

Durante o processo de solidificação de uma liga, quando uma alta taxa de resfriamento está presente, resultando em um tempo de solidificação reduzido, isso leva à formação de uma microestrutura com grãos mais refinados. Isso aumenta a solubilidade de soluto e favorece a formação de fases metaestáveis ou precipitados intergranulares (**Garcia, 2007**). Por outro lado, em condições de menor taxa de resfriamento ($\dot{T}$), os grãos tendem a ser mais grosseiros. Nas verificações das ligas da série 2xxx (trabalhadas) e 2xx.x (fundidas), observou-se que para as ligas Al-Cu-Mg a depender da composição, quando solidificadas em condições de $\dot{T}$ variando entre 0,5 K/s e 50 K/s, são apresentadas morfologias essencialmente dendríticas (**Qi, 2018; Barros, 2019**).

A técnica de solidificação direcional em condições transiente de extração de calor foi largamente empregada para estudar os fenômenos associados à solidificação de ligas binárias Al-Cu. Estudos de **França *et al.* (2011)** com a liga Al-4%Cu e **Siqueira *et al.* (2002)** às ligas de Al-2%Cu, Al-5%Cu e Al-8%Cu, observaram uma transição colunar/equiaxial (TCE) e comprovam que a baixa taxa de resfriamento desfavoreceu a formação de grãos colunares antecipando o ponto de ocorrência da TCE. Segundo **Osório *et al.* (2008)**, para uma liga Al-5%Cu as altas taxas e resfriamento próximo à interface metal/molde contribuíram para o crescimento de uma microestrutura com morfologia dendrítica, onde a escala de λ_1 e λ_2 eram diretamente proporcionais à taxa de resfriamento, conforme demonstradas na Figura 2.10. Essas elevadas taxas de resfriamento durante a solidificação possibilitam contribuir a formação de fases metaestáveis que não estão previstas nos diagramas de fases em equilíbrio.

Figura 2.10 – Microestruturas com variações de taxas de resfriamento da liga Al-4,5%Cu em seções transversais das posições de base e topo do lingote: (a) P1 - 10 mm) e (b) P3 - 70mm.

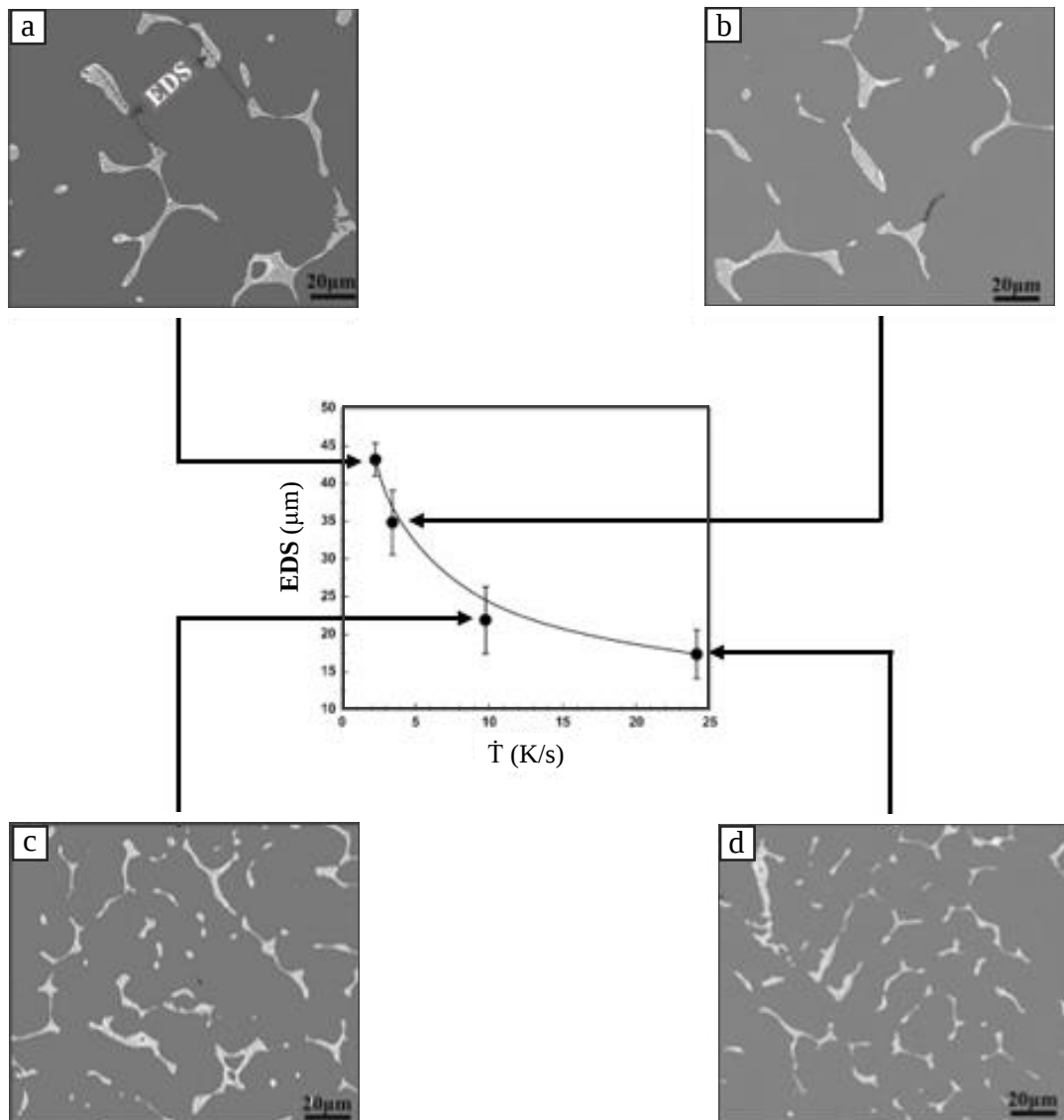


Fonte: Osório *et al.* (2008).

De acordo com a abordagem teórico experimental das leis de crescimento aplicadas por **Tang *et al.* (2019)** em estudos com ligas multicomponentes à base de Al, assim propôs a equação $\lambda_2 = 60 \cdot \dot{T}^{-0,402}$ que descreve a evolução do λ_2 em função da taxa de resfriamento ($\dot{T}$), a partir de 2,3 K/s a 24,1 K/s para as respectivas posições em 50, 25, 10 e 5 mm do sentido de solidificação, em que a variação dos valores de λ_2 influenciaram na redução de até 58% dos espaçamentos. Dessa forma, sendo promovido o refino dos grãos em função do aumento da taxa de resfriamento, e quando correlacionado aos parâmetros microestruturais é possível verificar a influência das variáveis térmicas na morfologia conforme observados na Figura 2.11 (**Wang *et al.*, 2019; He *et al.*, 2020**).

Apesar do resultado gerar controvérsias, uma vez que em literatura é relatado que os expoentes $-1/3$ que expressa a evolução do λ_2 em função da $\dot{T}$ ($\lambda_2 \propto \dot{T}^{-1/3}$) aplicado às ligas binárias são os mais adequados, pois se relaciona satisfatoriamente com os parâmetros térmicos envolvidos e assim estimando a escala do arranjo dendrítico (**Bouchard e Kirkaldy, 1997**). Nos estudos de **Tang *et al.* (2019)** foi determinado o expoente $-0,402$ para λ_2 como sendo o mais adequado. Portanto, em ligas complexas multicomponentes, variações na taxa de resfriamento durante a solidificação impactam diretamente na microestrutura e nas propriedades mecânicas. Em alguns sistemas, como observado na liga Al-5%Mg-3%Zn-1%Cu, houve um aumento na taxa de resfriamento que resultou na diminuição de λ_2 . Essencialmente, estima-se que a elevação da taxa de resfriamento contribui com o alto grau de refinamento dos grãos e melhoria da resistência do material.

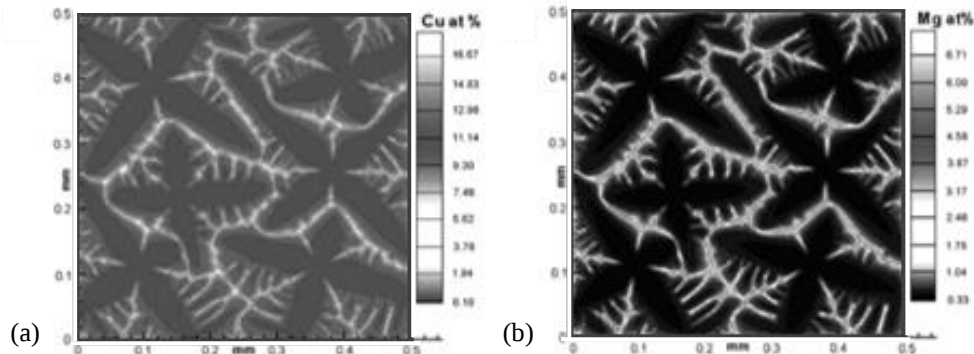
Figura 2.11 – Correlação dos parâmetros térmicos e microestruturais das ligas Al-5%Mg-3%Zn-1%Cu: λ_2 em função da $\dot{T}$: (a) 2,3 K/s; (b) 3,4 K/s; (c) 9,8 K/s; (d) 24,1 K/s e microestrutura em MEV que expressa a influência da $\dot{T}$ com a variação do tamanho de grãos.



Fonte: Adaptado de Tang *et al.* (2019).

Zhu e colaboradores (Zhu *et al.*, 2007) desenvolveram modelos matemáticos capazes de descrever a evolução da microestrutura e distribuição de soluto durante o processo de solidificação, como o Autômato Celular Modificado (MCA), aplicado à simulação de ligas de alumínio ternárias. O objetivo foi validar essas previsões confrontando-as com modelos estabelecidos, como o modelo de Scheil. A liga Al-3,9%Cu-0,9%Mg foi analisada pelo modelo MCA e os resultados apresentaram uma micro-segregação no sentido da região interdendrítica, fato corroborado experimentalmente, conforme representado pela Figura 2.12.

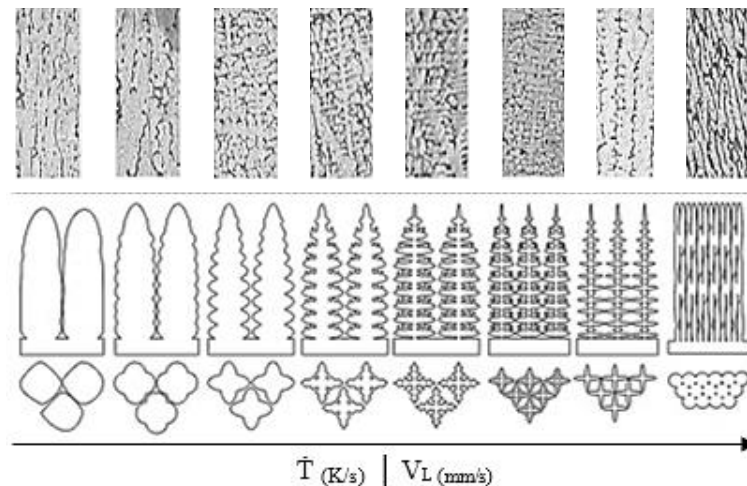
Figura 2.12 – Simulação a partir do modelo MCA da formação de dendritas equiaxiais e campos de soluto de (a) Cu e (b) Mg para uma liga de Al-3,9%Cu-0,9%Mg solidificada com 15 °C/s (250 x 250 malhas com $\Delta x = 2 \mu\text{m}$).



Fonte: Zhu *et al.* (2007).

Brito *et al.* (**Brito *et al.*, 2016**) analisaram a solidificação da liga Al-3%Mg-1%Si sob diferentes taxas de resfriamento (0,003 K/s a 40 K/s) com o objetivo de investigar as transições microestruturais que ocorrem durante o processo. A ampla faixa de taxas de resfriamento utilizada possibilitou a observação de uma série completa de transições microestruturais, celular / dendrítica / celular. Os resultados do estudo indicaram que o crescimento de uma morfologia essencialmente dendrítica ocorre apenas para taxa de resfriamento entre 0,8 K/s e 2 K/s. A Figura 2.13 mostra a influência da taxa de resfriamento e velocidade de crescimento em relação a evolução morfológica da liga ternária ilustrada pela esquematização abaixo.

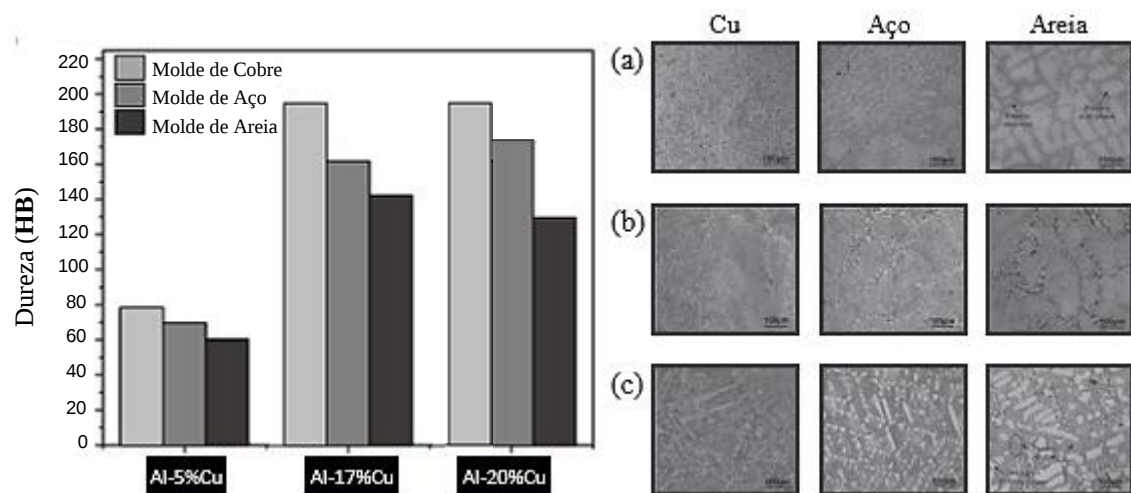
Figura 2.13 – Evolução da transição celular/dendrítica/celular em função da velocidade de crescimento e da taxa de resfriamento ($\dot{T} = G_L \cdot V_L$); e microestruturas longitudinais típicas da Al-3%Mg-1%Si solidificadas direcionalmente em regimes permanente e transiente.



Fonte: Brito *et al.* (2016).

Os fatores principais envolvidos nas características finais da estrutura bruta de solidificação são, essencialmente, os parâmetros térmicos bem como a transferência de calor, ambiente e/ou meio e o molde/substrato (Kreith e Bohn, 2000). Assim, a partir dos estudos de Wang *et al.* (2019), foi possível avaliar o impacto direto do material do molde na taxa de resfriamento e, conseqüentemente, na dureza Brinell (HB) das ligas binárias de Al-Cu. Os resultados revelaram que taxas de resfriamento mais altas levaram à formação de uma microestrutura com morfologia refinada, resultando em maiores valores de HB conforme a Figura 2.14, que apresenta os resultados da dureza HB em relação ao material do molde e taxa de resfriamento ($\dot{T}$). Segundo Çadirli *et al.* (2013), a medida que o teor de Cu e a $\dot{T}$ aumentaram, houve a eficácia nas propriedades em elevada dureza e resistência mecânica.

Figura 2.14 – Dureza das ligas de Al-Cu em diferentes taxas de resfriamento para cada molde e relacionando as microestruturas de solidificação: (a) Al-5%Cu; (b) Al-17%Cu; (c) Al-20%Cu.



Fonte: Adaptado de Wang *et al.* (2019).

A presença de fases endurecedoras ou precipitados ao longo dos grãos influenciam fortemente na resistência mecânica do material. O comportamento mecânico a partir das técnicas de ensaios dinâmicos como a análise da dureza, possibilitam uma relevante interpretação das propriedades de modo objetivo. Desse modo, determinados pelo efeito significativo da resistência à deformação plástica, são expressos pela presença de fases complexas na morfologia que promovido o aumento das taxas associadas a estrutura bruta de solidificação garantem grãos grosseiros ou refinados, ou seja, variação dos espaçamentos dendríticos (λ) e, que concordem com a resolução ideal de dureza do material (Garcia, 2007).

De acordo com a determinação de **Kaya *et al.* (2008)**, que correlaciona a resistência mecânica a partir da variação de microdureza com os parâmetros microestruturais de ligas binárias do sistema Al-3%Cu, Al-3%Si e Al-3%Ti, indica que com a diminuição do λ_1 e λ_2 ocorre o aumento da dureza em HV. Conforme estudos de ligas Al-3%Cu e Al-3%Ni (**Çadirli, 2013; Karaköse e Keskin, 2011**) Al-6%Cu (**Dias Filho *et al.*, 2015**), é verificado que fase α -Al apresenta ductilidade a essa matriz e, a presença do Cu formando os compostos intermetálicos (IMCs) atribui um aspecto frágil à liga, portanto um aumento da resistência específica indicada pela dependência do HV em taxas de solidificação e/ou resfriamento (V e $\dot{T}$), do mesmo modo que com o sistema ternário Al-3%Cu-0,5%Mg apresentado por **Barros *et al.* (2019)**, observou-se que a adição de Mg elevou significativamente a dureza do material, sendo propostas equações de Hall-Petch representando a relação de HV em λ_2 .

2.5. LIGAS Al-Cu-Mg-x: CARACTERÍSTICAS E PROPRIEDADES

As ligas de Al são ótimas devido à sua resistência específica e conformabilidade, que permitem a produção de diferentes geometrias e, têm uma película de óxido (Al_2O_3) protetora que melhora sua estabilidade térmica e resistência à corrosão. Do ponto de vista da solubilidade de soluto, apenas alguns elementos têm solubilidade sólida no Al para uma ampla faixa de composição e temperatura. Os principais elementos que se destacam são o Cu, Mg, Si, Zn e Li.

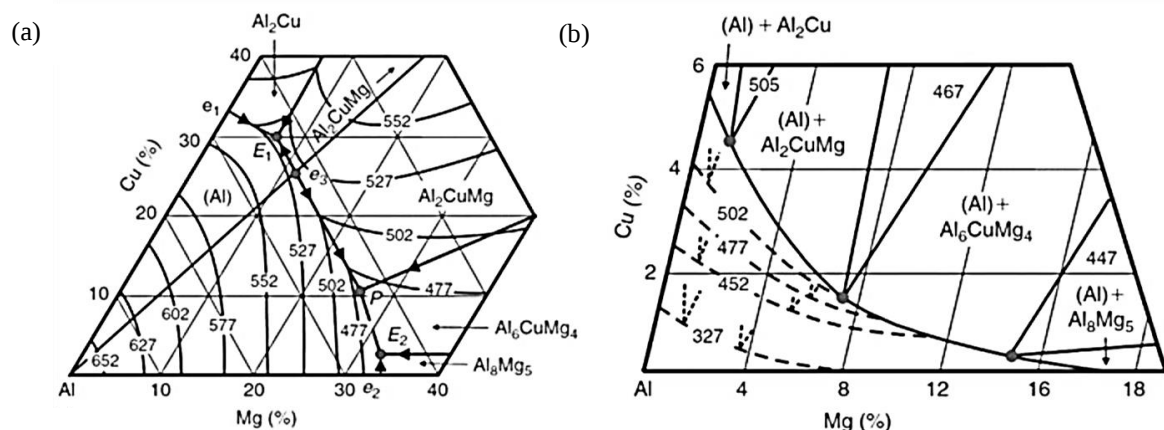
Componentes como o Cr, Mn e Zr, possuem baixa ou nenhuma solubilidade no Al, mas formam compostos intermetálicos que promovem a melhoria das características supracitadas das ligas de Al (**Campbell, 2006**). Em geral, os elementos que criam fases intermetálicas com o alumínio, ou entre outros elementos presentes, são adicionados para melhorar alguma propriedade mecânica sem comprometer a resistência à corrosão. Por último, elementos como Cu, Mg, Zn e Si são responsáveis pela formação dessas fases, as quais, após tratamentos térmicos específicos, aprimoram a resistência mecânica (**Wierzbiniska e Sieniawski, 2010**).

A difusão do soluto na matriz do Al é influenciada pelos elementos químicos adicionais (Toschi *et al.*, 2019). À medida que a solubilidade do Cu no Al aumenta com o aumento da temperatura, o Cu individualmente não se mantém estável nessas condições. Quando a fase Al_2Cu se dissolve na matriz, ocorre uma diminuição da resistência. Para compensar essa redução na resistência mecânica em altas temperaturas, são adicionados elementos como Ag, Fe, Mn, Ni e Zr, que estabilizam as fases intermetálicas ativas (Belov *et al.*, 2005; Karakulak *et al.*, 2013).

Muitos estudos exploram ligas Al-Cu-Mg-Ag para aplicações que demandam alta resistência térmica, mas a presença da Ag encarece o processo de fabricação em grande escala (Yang *et al.*, 2023). Buscando alternativas mais econômicas, ligas da série 2xxx (Al-Cu) como 2024, 2219 e 2618 (trabalhadas) e A240, 242 e 243 (fundidas) são consideradas, contendo elementos como Mg, Mn, Fe e Ni (Elgallad *et al.*, 2009; Shah *et al.*, 2023). O Mn oferece estabilidade térmica e resistência ao desgaste, enquanto o Ni, mesmo em pequenas quantidades, aumenta a dureza e resistência das ligas de alumínio, em temperaturas próximas de 1/3 temperatura de *liquidus* da liga (Davis, 2001).

No diagrama Al-Cu-Mg (Figura 2.15), nota-se que a solução sólida de alumínio pode estar em equilíbrio com as fases binárias Al_2Cu e Al_8Mg_5 , e fases ternárias S- Al_2CuMg e Al_6CuMg_4 previstas (Glazoff *et al.*, 2018). Uma visão transversal pseudobinária possibilita decompor o lado do diagrama de fase rico em Al em dois domínios. O efeito significativo de endurecer por precipitação durante a decomposição de soluções sólidas supersaturadas é dado, principalmente, pelas modificações metaestáveis das fases Al_2Cu (θ' e θ'') e Al_2CuMg (S') (Zolotarevsky *et al.*, 2007).

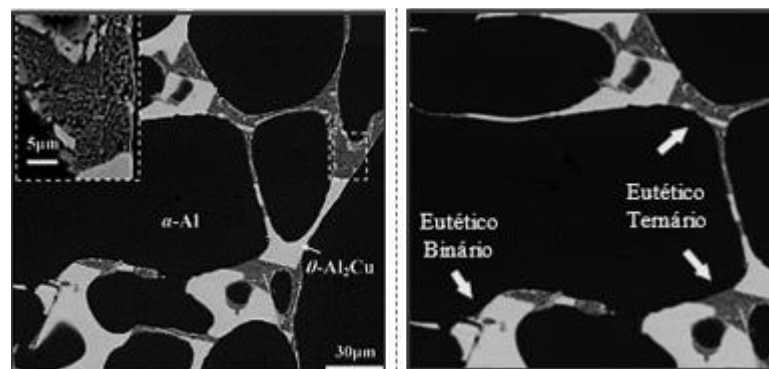
Figura 2.15 – Diagrama de fases Al-Cu-Mg: (a) projeção da *liquidus* e (b) distribuição de fases no estado sólido.



Fonte: Belov *et al.* (2005); Zolotarevsky *et al.* (2007).

No trabalho desenvolvido por **Zhao et al. (2019)** com ligas de Al, é verificado que o teor e tipo de soluto influenciam, sobretudo, no arranjo microestrutural e na fração de eutético. O caminho de solidificação da liga Al-4,29%Cu-1,09%Mg, estimado a partir da simulação de Scheil é definida pela reação: $L \rightarrow (L + \alpha) \rightarrow (L + \alpha + \theta) \rightarrow (L + \alpha + S + \theta)$, a resultante expressa a evolução das fases durante a fusão. A redução da fase eutética na morfologia ocorreu devido ao baixo teor de Cu e Mg, resultando em propriedades finais esperadas de um material dúctil e altamente conformável mecanicamente. Os autores verificaram que a estrutura eutética ternária consistiam em pelo menos três fases: α -Al (região preta), θ -Al₂Cu (região branca) e S-Al₂CuMg (região cinza), sendo apresentado pela Figura 2.16.

Figura 2.16 – Microestrutura em MEV da liga Al-4,29%Cu-1,09%Mg solidificada em molde isolado e principais fases evidenciadas de α -Al, θ -Al₂Cu e S-Al₂CuMg.



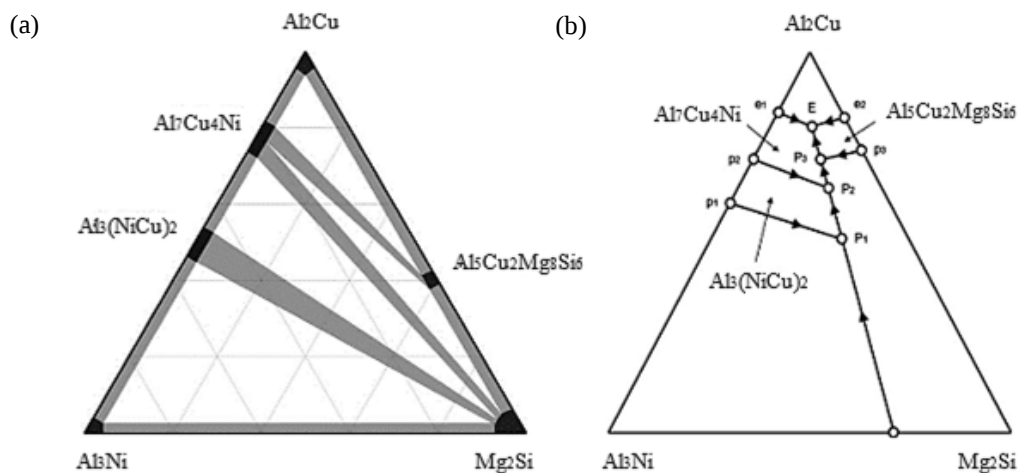
Fonte: Zhao et al. (2019).

Oliveira et al. (2019), a partir dos estudos de ligas fundidas ANSI 319 observou que devido a presença do Cu é formada a fase θ -Al₂Cu no eutético, que em grande quantidade diminui a dureza, mas quando **endurecidos** pelo mecanismo de **precipitação** (**Ruqaya et al., 2015**) promove a melhora da resistência mecânica. De acordo com os experimentos de **Ezemenaka et al. (2021)**, durante a solidificação direcional da liga eutética Al-15,5%Cu-10,6%Mg a equação invariante é dada pela seguinte expressão: $[L \rightleftharpoons \alpha(\text{Al}) + \theta(\text{Al}_2\text{Cu}) + S(\text{Al}_2\text{CuMg})]$ e mantendo-se estabilizado, sendo as fases presentes diretamente relacionadas aos parâmetros térmicos envolvidos: C_0 , V_L e G_T .

Os sistemas que contém múltiplas fases são mais complexos devido as inúmeras reações de solidificação. **Belov et al., (2005)** propôs um diagrama multicomponente de ligas do sistema Al-Cu-Mg-Ni-Si em que é previsto a existência de compostos intermetálicos (IMCs)

observados em ligas ternárias de Al-Cu-Mg como a fase θ -Al₂Cu, e estima que a distribuição de fases dada pelas reações invariantes (Tabela 2.3) e são: ε -Al₃Ni, δ -Al₃CuNi - Al₃Ni₂, γ -Al₇Cu₄Ni, M-Mg₂Si e Q-Al₅Cu₂Mg₃Si₆ em equilíbrio com Al e Si definidas pelas projeções do diagrama de fases conforme Figura 2.17.

Figura 2.17 – Diagrama de fases do sistema Al-Cu-Mg-Ni-Si: (a) Distribuição de fases no estado sólido; (b) Projeção politérmica de superfícies de solidificação (campos incluem fases Al e Si).



Fonte: Belov *et al* (2005).

Tabela 2.3 – Reações invariantes com participação de Al e Si: Liga Al-Cu-Mg-Ni-Si

Reação	Pontos	Composição em Líquido (%)				T (°C)
		Si	Ni	Cu	Mg	
$L \rightarrow (Al) + (Si) + \theta + Q + \gamma$	E	~6	<1	~28	~2	503-506
$L + \varepsilon + (Al) + (Si) + \delta + M$	P1	~10	<1	~12	~3	535-540
$L + \delta + (Al) + (Si) + \gamma + M$	P2	~11	<2	~10	~3	530-535
$L + M + (Si) + (Al) + Q + \gamma$	P3	~12	<2	~8	~3	525-530

Fonte: Belov *et al.* (2005).

Wang *et al.* (1995) observaram que ligas à base de Al-Cu e Al-Si tornam-se mais duras e resistentes em altas temperaturas quando o coeficiente de expansão térmica é reduzido. A presença de Fe aumenta a ductilidade, mas o Ni pode diminuí-la. O Ni é usado para controlar a estrutura do grão em altas temperaturas. No entanto, na presença de Fe e Si a fase intermetálica β -Al₆FeSi pode ser formada, esta fase tem uma atuação deletéria sobre a resistência à fadiga e à tenacidade à fratura. Outras adições importantes incluem Ti para refinar a estrutura do grão durante a fundição do lingote, e elementos de transição como Mn, Cr e/ou Zr, que formam partículas dispersas como Al₂₀Cu₂Mn₃, Al₁₈Mg₃Cr₂ e Al₃Zr (**Campbell, 2006**).

2.6. APLICAÇÕES DAS LIGAS MULTICOMPONENTES DE Al-Cu

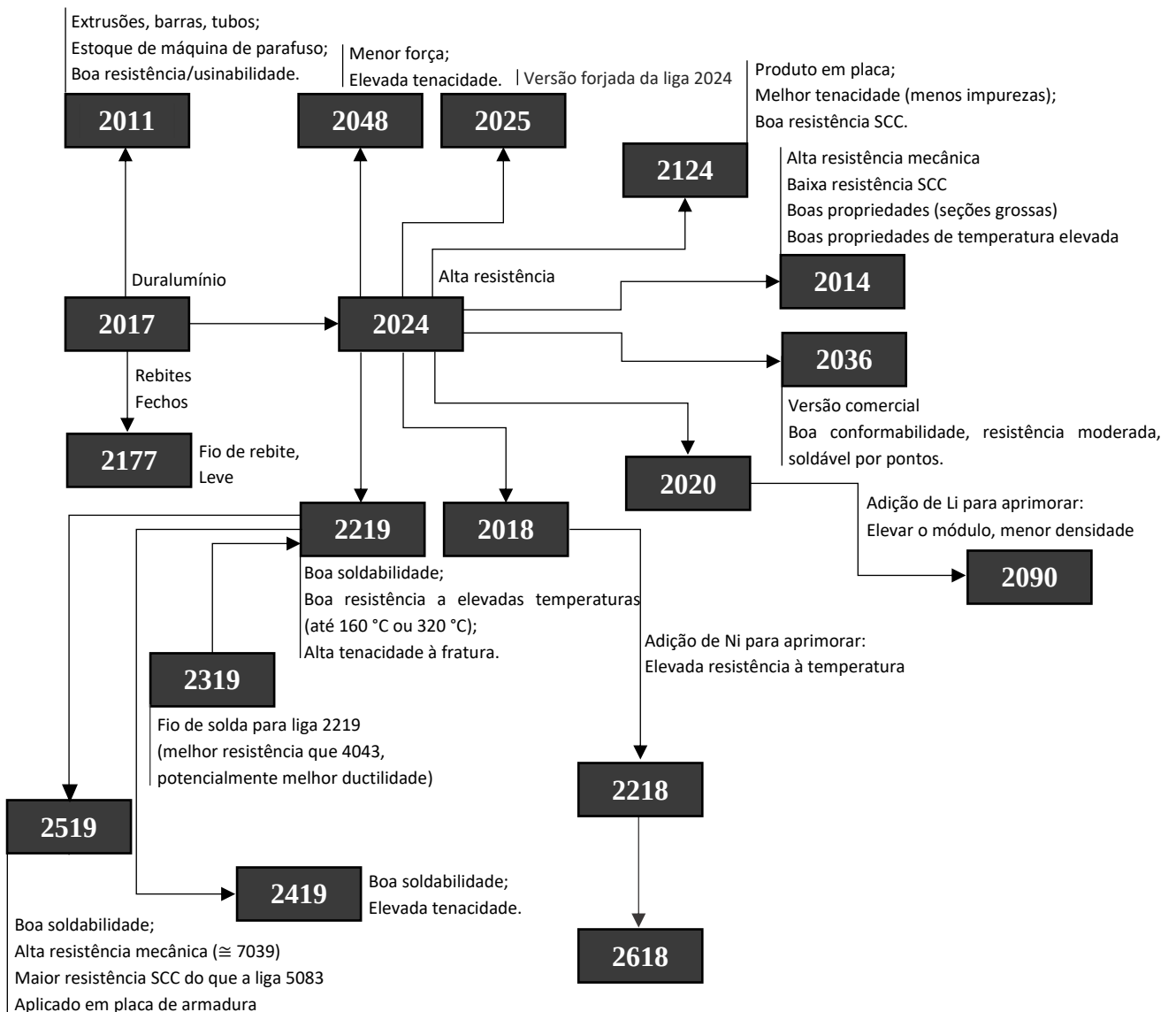
O processo de solidificação é empregado quando há a necessidade de fabricar, via fundição, componentes com geometrias complexas ou específicas que não seriam possíveis de serem obtidas em processamentos convencionais. As ligas de Al seguem sendo amplamente utilizadas e contém características únicas que são solicitadas em inúmeros setores da engenharia, como a indústria aeronáutica e aeroespacial, automobilística, utensílios domésticos, e estruturas de edificações. Além de conter propriedades físicas e mecânicas atrativas, ainda o fato de as ligas de alumínio formarem naturalmente nas superfícies uma camada de Al_2O_3 , essa película tem excelente resistência à corrosão em atmosferas naturais e meio químicos. As liga de alumínio ainda possuem alta condutividade elétrica e térmica, alta refletividade e facilidade de reciclagem (**Campbell, 2006; Karaköse e Keskin, 2009**).

Em 1950, o estudo das ligas ternárias Al-Cu-Mg adquiria maior expressividade e passam a ter validade nas solicitações de serviço, para o atual cenário da metalmecânica têm um elevado potencial devido ao maior refinamento composicional, possibilitando a inserção em componentes estruturais de transporte, como em áreas quentes das aeronaves aplicando, por exemplo, ligas da série 2xxx. Compreendendo a necessidade de aprimorar o desempenho mecânico e a resistência térmica do Al, são observados aspectos necessários para empreender análises de desempenho do material em elevadas temperaturas, as propriedades de tensão: tração, fluência e fadiga, bem como a estabilidade térmica, ou seja, da evolução das propriedades do material quando exposto termicamente num longo período (**Pouget, 2014**).

Em ligas comerciais à base de Al-Cu, durante a solidificação parte do cobre se combina quimicamente com Al e Fe para formar constituintes $\omega\text{-Al}_{17}\text{Cu}_2\text{Fe}$ ou $\alpha\text{-(Al, Cu, Fe)}$. Assim, a adição de Mg à ligas de Al-Cu resulta na formação da fase Al_2CuMg por decomposição eutética. Precursores metaestáveis para precipitados de Al_2CuMg são usados para elevar a resistência das ligas estruturais aplicadas na indústria aeroespacial visto que atribuam uma combinação adequada de resistência e tenacidade à fratura (**Davis, 2001**). As aplicações diversas são contempladas em componentes que necessitem de resistência à fratura e tolerância a danos, as ligas dúcteis são aplicadas em revestimentos das asas e estrutura e/ou revestimento da fuselagem de aeronaves comerciais.

As principais ligas das séries 2xxx (até 5% de cobre) e 2xx.x na classificação da *Aluminum Association* (AA), comumente são empregadas na composição estrutural que exijam elevadas resistências conforme relação esquematizada da Figura 2.18. Contudo, no quesito geral das ligas de Al trabalhadas e tratáveis termicamente, essas podem ser endurecidas por precipitação para obtenção de maiores níveis de resistência, incluindo as ligas 2xxx (Al-Cu e Al-Cu-Mg), a série 6xxx (Al-Mg-Si), a série 7xxx (Al-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu) e a ligas de Al-Li da série de ligas 8xxx. As ligas da série 2xxx e 7xxx endurecidas por precipitação desempenham um papel crítico em ligas de Al de alta resistência, uma vez que fortalece o material devido à formação precipitados que atuam no movimento das discordâncias (Campbell, 2006).

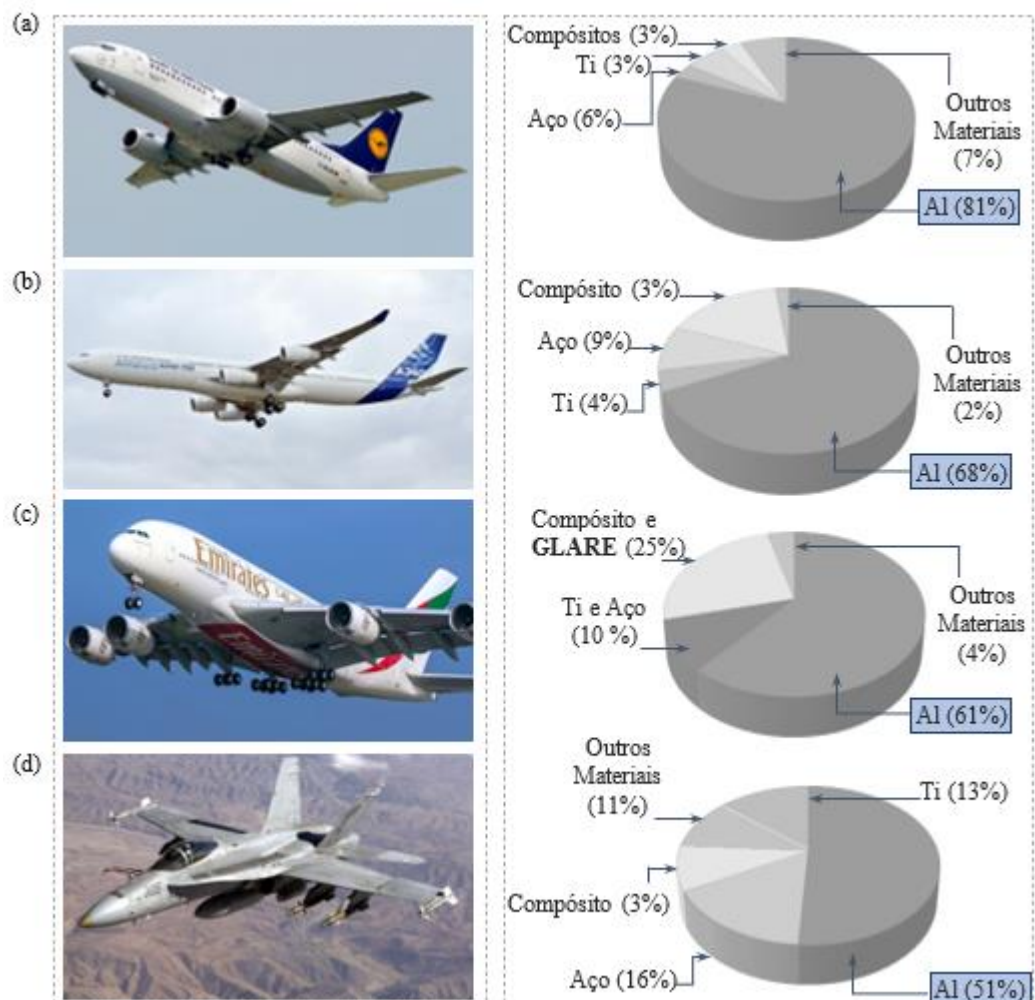
Figura 2.18 – Relações entre ligas de aplicação à base Al-Cu (série 2xxx).



Fonte: Adaptado de Davis (2001).

Na indústria aeronáutica, o Al representa a maior parte dos componentes das aeronaves, compreendendo aproximadamente 60-80% (Viana, 2005; Mouritz, 2012). É amplamente utilizado na construção de estruturas e matrizes, além de compósitos laminares metálicos, como o GLARE (Gunnink, 2002). Ao longo das décadas, decorreu de maiores possibilidades devido a evolução na distribuição estrutural dos aviões, com uma predominância cada vez maior do alumínio, como ilustrado na Figura 2.19 (Mouritz, 2012).

Figura 2.19 – Distribuição dos materiais estruturais e sua porcentagem em massa (%) utilizados nas fuselagens de aeronaves civis e militares: (a) Boeing 737; (b) Airbus 340-330; (c) Airbus A380; (d) F-18 Hornet (C/D).



Fonte: Adaptado de Mouritz (2012).

Embora os materiais compósitos detenham uma parcela considerável do leque de materiais empregados na indústria aeronáutica, existem diversas pesquisas que garantem a manutenção do uso das tradicionais ligas de alumínio, e destacam o potencial para aplicações desses materiais com matriz em Compósitos de Matriz Metálica (MMC), ou em Laminados Compósitos Metálicos (LMCs) (**Belov e Zolotarevsky, 2001; Akopyan, 2018**). Outra possibilidade é a produção de materiais compósitos com matriz eutética (**Hertzberg, 1965; Mollard e Flemings, 1967; Cline, 1967**).

Neste contexto, uma matriz eutética alinhada, ou uma alta fração da mistura eutética, pode se desenvolver durante a solidificação, proporcionando propriedades tecnológicas e operacionais eficazes (**Bray, 1992; Murr, 2015; Akopyan, 2018**). **Chen et al. (2021)** destacam que partículas cerâmicas em matrizes metálicas à base de alumínio (MMC), especialmente nanopartículas de grafeno, são reforços atrativos para compósitos. Essas partículas possuem uma extensa área superficial, boa condutividade elétrica e térmica, além de resistência ao desgaste. Esta combinação confere características importantes às ligas, contribuindo para a redução do peso do produto final, nesse ínterim estudos indicaram que sua aplicação é promissora nos setores de transportes automotivos e aeronáuticos.

Ainda que seja compreendido a tendência crescente do uso dos compósitos, as ligas de Al de elevadas propriedades mecânicas continuam sendo ideais para componentes estruturais de aeronaves. As propriedades das ligas de Al são controladas pela composição química e possíveis tratamentos térmicos atribuídos (**Mouritz, 2012**), na maioria das condições sendo de fundamental importância uma vez que para garantir determinada característica apenas com a composição, processamento e conformação mecânica não seja o suficiente para atingir determinado nível, os tratamentos térmicos, termoquímico e superficiais tendem a atender as especificações requeridas. De modo geral, na elaboração das ligas são levados em consideração a escala de processamento, a precisão de serviços e a relevância do setor e para toda aplicação existe um sistema que o contempla, ver Tabela 2.4. (**Prasad e Wanhill, 2017**).

Tabela 2.4 – Aplicações reais aeroespaciais e propostas das ligas de alumínio convencionais da classe de série 2xxx para estruturas de fuselagem.

Produto	Características	Ligas	Aplicações
Chapas	Tolerância à Danos	2024-T3	Fuselagem, Proteção da Cabine de pressão
		2524-T3/351	
		2024-T351	
Placas	Tolerância à Danos	2324-T39	Proteção da asa inferior
		2624-T351	
		2624-T39	
	Resistência Média	2024-T62	Painéis de fuselagem de aeronaves
	Resistência Média	2124-T851	Anteparas de aeronaves
Extrusões	Tolerância à Danos	2024-T3511	Longarinas de asa inferior/fuselagem
		2026-T3511	
		2024-T4312	

Fonte: Adaptado de Prasad e Wanhill (2017).

A série 2xx.x é uma classe de ligas fundidas em que determinados sistemas são usados em motores à combustão de aeronaves e motores a diesel por conta de sua excelente estabilidade térmica e resistência ao desgaste (Elgallad *et al.*, 2009; Shah *et al.*, 2023). As ligas multicomponentes são atrativas devido a sua complexidade associadas aos intermetálicos, como no sistema na faixa de composição Al-Cu-Mg-Ni-Si que são comumente aplicadas à fundição de pistões comerciais (Belov *et al.*, 2005).

Assim como, as ligas forjadas da classificação ASTM-2618 que contém os principais elementos como Cu, Mg, Ni, Fe e mínimos teores de Zr e/ou Si, são aplicadas em rodas para turbocompressores de exaustão ou cabeçotes de cilindros de motores automotivos, mas geralmente em componentes para motores de aeronaves submetidas a cargas de fadiga e que operem a longos períodos em elevadas temperaturas (Malek *et al.*, 2020; Yang *et al.*, 2023).

2.8. CORROSÃO DAS LIGAS DE Al-Cu

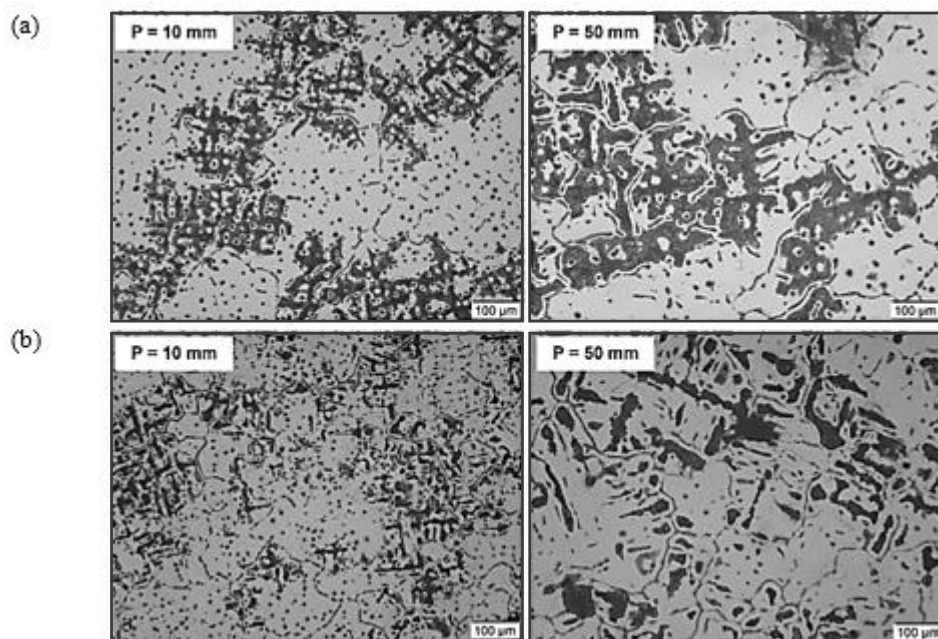
O alumínio comercialmente puro e suas ligas apresentam boa resistência à corrosão, por efeito da passivação de modo espontâneo à temperatura ambiente (formação de uma película protetora de Al_2O_3) impedindo a ocorrência de outras reações em ambientes severos (**Campbell, 2006**). Entretanto, à depender da distribuição microestrutural das fases presentes associadas as diferenças de atividades químicas composicional torna tais ligas susceptíveis à corrosão, uma vez que unidos a exposição em ambientes salinos agressivos provocam a fragilidade dessa camada protetiva da superfície, sendo assim, inicia-se o processo corrosivo que pode ser, por exemplo, os mais comuns como por pites ou intergranular (**Tao, 2016**). Por isto, é um grande desafio os estudos para desenvolvimento e/ou ajuste de dadas ligas de alumínio de média resistência que seja de baixo custo de obtenção, que careçam do aumento das propriedades de resistência à corrosão promovendo o maior uso das ligas não-ferrosas de Al ao longo do tempo na indústria de transportes, como a aeronáutica.

As ligas Al-Cu-Mg apresentam uma baixa resistência à corrosão quando comparadas com as demais, a exemplo das ligas da série 5xxx, 6xxx e 7xxx, mesmo com Mg incorporado à matriz ainda assim essa característica é pouco expressiva neste sistema. Isto ocorre devido a presença dos intermetálicos com caráter catodo formados durante a solidificação associados ao Al dissolvido nos contornos dessas fases, geralmente têm a propensão para a ocorrência de corrosão intergranular por pite (**Davis, 2001**). Ou seja, o cobre tende a reduzir a resistência a corrosão das ligas de Al, sendo necessário controlar a concentração/teor adicionado à fundição (**Zolotarevsky et al., 2007**).

A relação de massa/concentração dos elementos adicionais que contribuem para a formação das segundas fases em ligas da série 2xx.x e 2xxx prevê as principais fases, como $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ e $\text{S-Al}_2\text{CuMg}$, que atuam como endurecedores. Essa relação influencia na resistência mecânica, sendo que altas concentrações dessas fases elevam essa resistência, porém diminuem a resistência à corrosão devido à heterogeneidade eletroquímica. Embora atendam a critérios de seleção relacionados a outras propriedades mecânicas, essas ligas requerem refinamento na composição química, processamento e tratamentos para melhorar a resistência à corrosão. A presença de Ag e Mg em uma liga binária Al-Cu pode resultar em propriedades superiores, mas as segundas fases grosseiras de $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ formadas podem enfraquecer a resistência à corrosão, destacando a necessidade de mais pesquisas e abrindo novas possibilidades para a adição de elementos químicos compatíveis (**Wang et al., 2020**).

Barros *et al.* (2019) estudaram o comportamento à corrosão das ligas Al-3%Cu e Al-3%Cu-0,5%Mg, as conclusões deste estudo revelam que a microestrutura refinada (com menores valores de λ_1 e λ_2) está associada a maiores valores de microdureza, porém também a taxas de corrosão mais elevadas, indicando uma tendência para microestruturas de solidificação mais grosseiras apresentarem taxas de corrosão mais baixas. O tratamento térmico de solubilização resultou na dissolução de constituintes solúveis na matriz rica em Al, aumentando a concentração de Cu na fase α -Al, enquanto os compostos intermetálicos insolúveis ω -Al₇Cu₂Fe nas regiões interdendríticas permaneceram como um fator significativo na corrosão localizada, Figura 2.20. Notou-se que o tratamento térmico de envelhecimento por 0,5 e 1h promoveu um aumento significativo na resistência à corrosão.

Figura 2.20 – Micrografias ópticas das ligas: (a) Al-3%Cu e (b) Al-3%Cu-0,5%Mg após ensaio de corrosão em amostras tratadas termicamente por envelhecimento.



Fonte: Barros *et al.* (2018).

Kairy *et al.* (2019) e **Deng *et al.* (2023)** avaliaram a influência da adição de Sc e Zr na resistência à corrosão de uma liga ternária Al-Cu-Mg. Eles observaram que o aumento da resistência mecânica e à corrosão foi alcançado através do refinamento dos grãos e da redistribuição e densificação das fases S-AlCu₂Mg por meio do tratamento térmico de envelhecimento. Os elementos adicionados em conjunto com as técnicas de processamento e modificação da estrutura contribuíram para a diminuição da taxa de corrosão, em consonância com o controle da propensão à deterioração eletroquímica.

A presença de transformações no estado sólido pode influenciar significativamente a avaliação da resistência à corrosão com base apenas na microestrutura inicial de solidificação. Estudos recentes têm contribuído para entender como os parâmetros da microestrutura afetam a resistência à corrosão em ligas específicas, como as ligas de Al e Pb para baterias automotivas.

Em pesquisas recentes com ligas de Al-Cu de variados teores e com a presença de Ni, os testes de polarização potenciodinâmica em solução de 0,5M de NaCl apresentaram microestruturas mais refinadas e, conseqüentemente, menores valores de taxa de corrosão. Na liga Al-5%Cu-1%Ni, a formação de pites ocorreu na matriz dendrítica de Al e, comparado com a liga com Al-15%Cu-1%Ni que ocorreu a formação dos pites nos espaçamentos interdendríticos, possivelmente pela formação de um par galvânico entre as fases secundárias e a fase α -Al da matriz (**Rodrigues, 2017**).

É crucial considerar como a microestrutura afeta diversas propriedades simultaneamente, como resistência mecânica e resistência à corrosão. Por exemplo, para a liga Al-Si (**Osório et al., 2011**), observou-se um aumento na resistência mecânica com o aumento do espaçamento dendrítico, enquanto a resistência à corrosão diminuiu. Esse resultado demonstrou a correlação da microestrutura com as propriedades de superfície.

Portanto, em vez de buscar a maximização de ambas as propriedades, é necessário encontrar um compromisso que atenda aos requisitos de projeto. No presente trabalho, o intuito é a verificação da adição do mínimo teor de Ni na microestrutura após ensaios mecânicos e eletroquímicos, como os ensaios de corrosão e a compreensão de seu comportamento ao final das verificações, podendo contribuir para o conteúdo científico. O componente Ni é atrativo para os estudos em que alcance maior desenvolvimento das ligas tecnológicas de Al para os setores automotivos, petrolíferos e aeronáuticos. Sabe-se que metais de transição, como o Ni, Fe, Cr, Co e Mn, são pouco solúveis no Al, geralmente em concentrações entre 0,01% e 0,05%.

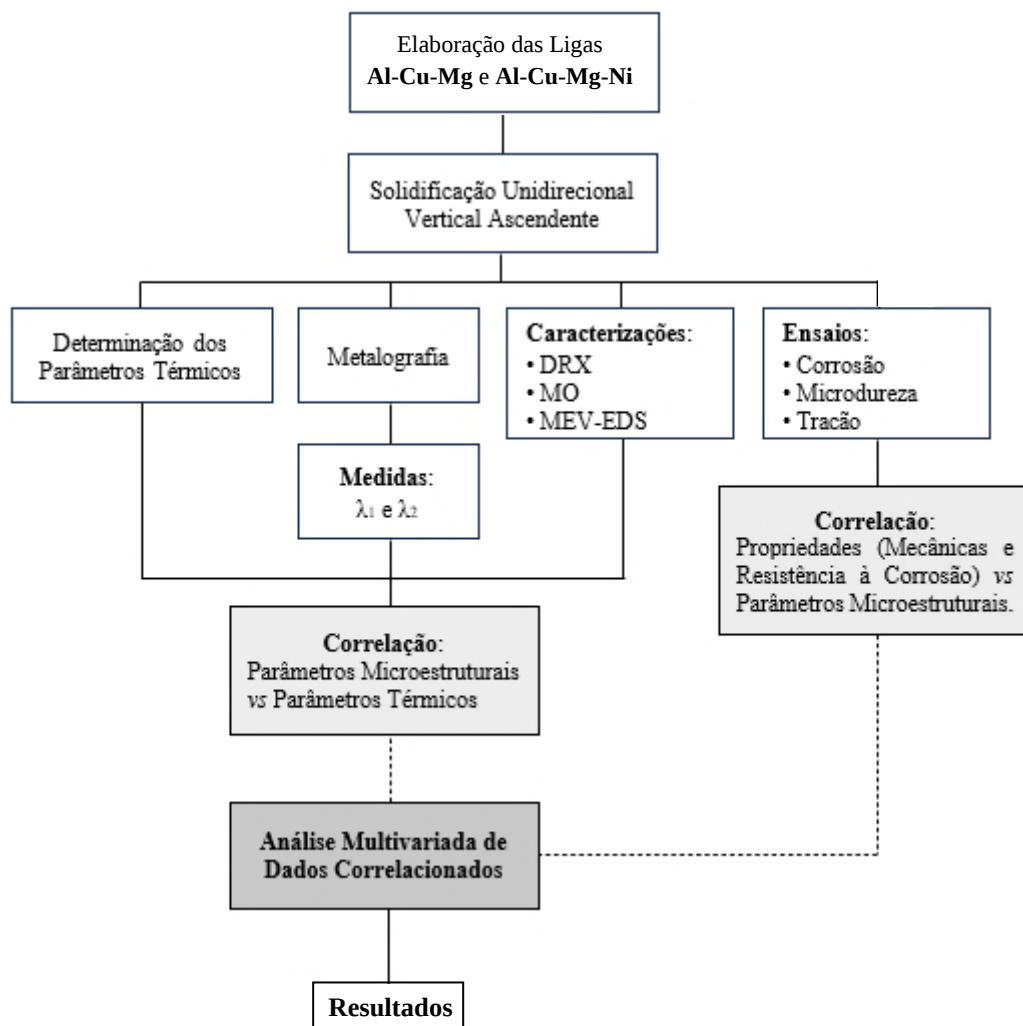
Quando esses metais são adicionados a uma liga de alumínio, podem formar fases em excesso (geralmente compondo o eutético) que têm o potencial de reduzir a resistência à corrosão da liga devido seu caráter catódico em relação à matriz α -Al. Isso ocorre porque essas fases extras podem promover reações corrosivas indesejadas ou servir como locais preferenciais para a corrosão iniciar e se propagar. Portanto, é importante considerar cuidadosamente a composição da liga e as fases formadas durante o processo de fabricação para garantir uma resistência à corrosão adequada (**Zolotarevsky et al., 2007**).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para a análise da solidificação unidirecional das ligas Al-5,0%Cu-1,5%Mg e Al-5,0%Cu-1,5%Mg-1,0%Ni, com porcentagem em massa (%) e que para facilitar a leitura serão designadas apenas como Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu1,5Mg-1Ni, respectivamente, obtidas em condições transitórias do fluxo de calor, para os estudos dos parâmetros térmicos e microestruturais, avaliação das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão foram as realizadas atividades ordenadas de acordo com o fluxograma apresentado a seguir (Figura 3.1).

Figura 3.1 – Fluxograma dos procedimentos experimentais para desenvolvimento das ligas dos sistemas Al-Cu-Mg e Al-Cu-Mg-Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

1. Cálculos termodinâmicos via software Thermo-Calc® a fim de investigar/estimar sequência de solidificação e variação da fração mássica das fases em função da temperatura;
2. Elaboração das ligas: Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni em massa, com as proporções dos componentes obtidas a partir de cálculos estequiométricos;
3. Obtenção dos lingotes por meio de experimentos de solidificação unidirecional vertical ascendente, em condições transitórias do fluxo de calor;
4. Registro dos dados térmicos mediante um registrado *datalogger* instrumentado com termopares do tipo “K” e posicionados ao longo da altura da lingoteira para obtenção do registro das curvas de resfriamento durante a solidificação;
5. Determinação das variáveis térmicas de solidificação das ligas, tais como: Velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V_L) e a Taxa de resfriamento ($\dot{T}$);
6. Caracterização microestrutural via Microscopia Óptica (MO), e análise de imagens com auxílio do software *Image J*, e medições dos espaçamentos dendríticos λ_1 e λ_2 ;
7. Análise de Difração de Raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV/EDS) para identificação das fases que compõe a microestrutura de cada ligas;
8. Determinação das leis de crescimento correlacionando os parâmetros microestruturais e parâmetros térmicos;
9. Realização dos ensaios mecânicos com vistas a determinar o limite de resistência à tração ($\sigma_{m\acute{a}x}$) e alongamento específico (δ - %), e o perfil de dureza (HV);
10. Realização de ensaios eletroquímicos (Espectroscopia de Impedância Eletroquímica e Polarização Linear) para determinação do comportamento à corrosão;

3.2. MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

Os equipamentos e materiais empregados na preparação, obtenção e aquisição de dados durante a solidificação das ligas são descritos a seguir:

1. Matérias-primas: As ligas foram elaboradas a partir dos componentes sólidos definidos (Al, Cu, Mg e Ni) comercialmente puros, cujas composições são detalhadas na **Tabela 3.1**.

Tabela 3.1 – Composição química (% em massa) dos metais utilizados na elaboração das ligas.

	Mg	Al	Mn	Zn	Si	Cu	Ni	Fe	Sn	Co
Alumínio	0,01	Balanço	-	0,01	0,03	0,01	-	0,03	-	-
Cobre	-	-	0,008	-	-	Balanço	0,008	-	0,009	-
Magnésio	Balanço	7	0,139	0,631	0,138	0,115	0,001	0,001	0,005	-
Níquel	-	-	-	-	-	-	Balanço	0,004	-	0,17

Fonte: Análise de FRX – Elaborado pela autora.

2. Balança digital: pesagem dos materiais utilizados na fabricação das ligas foi realizada em uma balança analítica digital modelo MARK L 1002, de carga máxima 1000g e carga mínima 0,5g com resolução 0,01g fabricada pela empresa BELL Engineering;

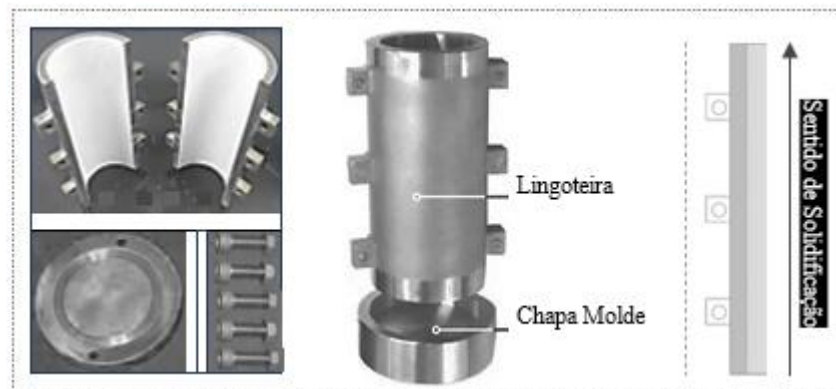
3. Cadinho de carbetto de Silício: revestida por uma camada de suspensão à base de alumina, na especificação Carborundum modelo QF-180, para evitar quaisquer contaminações do metal líquido e promovendo o aumento de sua durabilidade;

4. Forno: a fusão dos materiais foi realizada em um forno do tipo mufla da JUNG com temperatura de operação máximo de 1250 °C contendo o controle processado de temperatura;

5. Lingoteira Bipartida: em aço inoxidável AISI 310, com diâmetro interno de 60 mm, altura de 150 mm e espessura de parede equivalente a 5 mm, possui 7 furos laterais de 1,6 mm de diâmetro (Figura 3.2) para inserção dos termopares ao longo do dispositivo a fim de capturar os registros térmicos durante a solidificação;

6. Chapa molde: base metálica em aço ao carbono AISI 1020 com espessura de 3 mm, acoplada na região inferior da lingoteira, em que é realizado um acabamento interno da superfície de contato com lixas de granulometria de 1200 *mesh*. A extração do calor do metal líquido é realizada através da refrigeração a água no substrato;

Figura 3.2 – Componentes que agregam o dispositivo: Lingoteira bipartida em aço inoxidável AISI 310; chapa molde em aço AISI 1020 e parafusos de fixação (Adaptação).

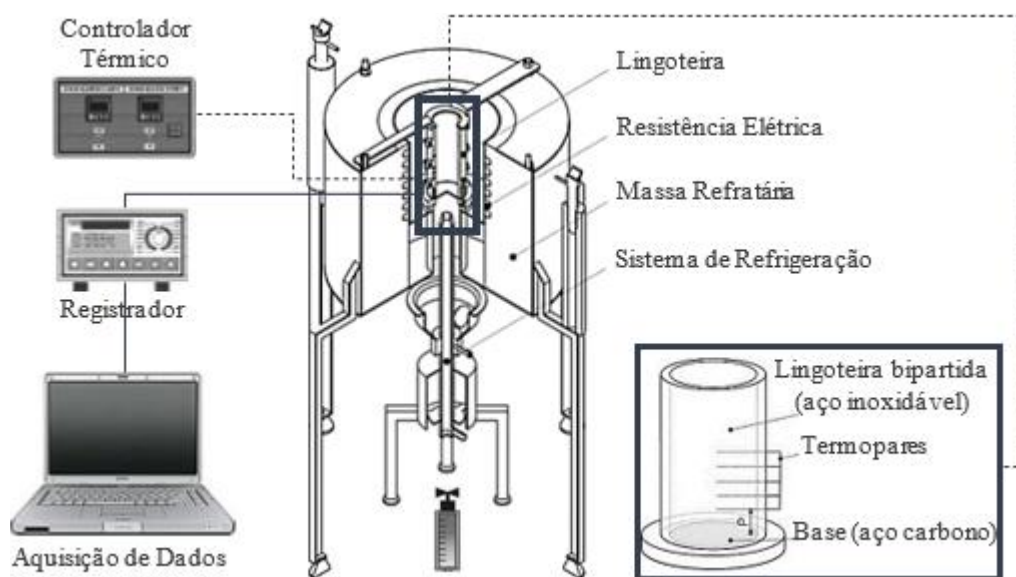


Fonte: Elaborado pela autora.

7. Termopares: As temperaturas foram registradas com o auxílio de termopares tipo “K” encapsulados em bainha de aço inoxidável de diâmetro 1,6 mm;

8. Dispositivo de Solidificação Unidirecional Vertical Ascendente: Uma representação esquemática completa do equipamento utilizado para solidificação das ligas é apresentada na Figura 3.3. O dispositivo consiste em um forno de formato cilíndrico composto por uma camada de massa refratária, suportes refratários para as resistências elétricas, local para acomodação da lingoteira e sistema de refrigeração na parte inferior.

Figura 3.3 – Representação do dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente.



Fonte: Adaptado de Brito (2016).

9. Haste em aço inoxidável: revestida com suspensão à base de Al_2O_3 para homogeneização do banho por agitação, além de retirar a camada de óxido formada na superfície líquida;

10. Massa refratária QF-180: suspensão à base de alumina aplicada ao revestimento interno do cadinho, lingoteira e haste, a fim de evitar a contaminação das ligas durante os experimentos;

11. Rotâmetro: O controle do fluxo de água que escoa através da câmara de refrigeração dos dispositivos, ou seja, o que incidente sobre a chapa molde durante a solidificação da liga foi realizado por meio de um rotâmetro.

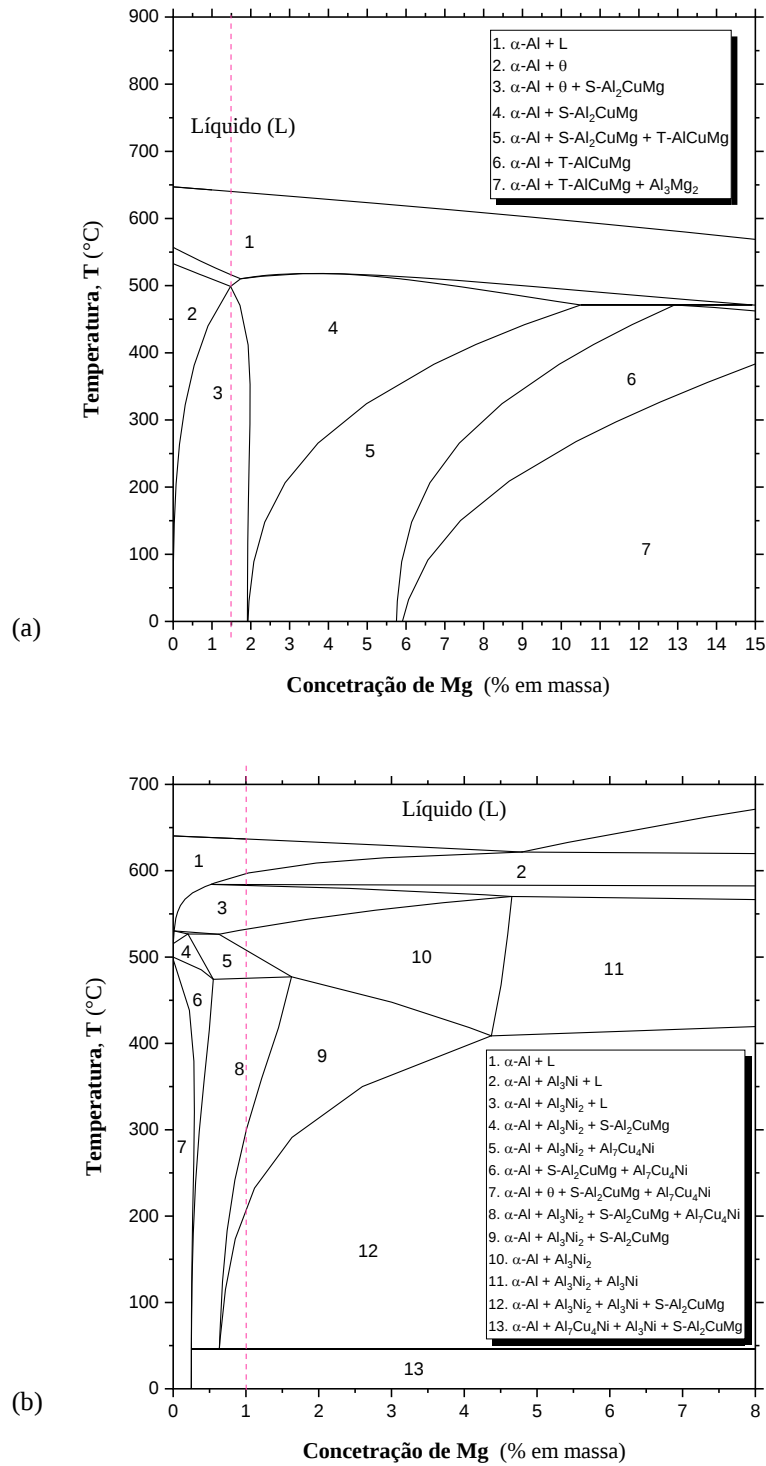
12. Equipamento para aquisição de dados: as temperaturas são medidas pelos termopares durante os experimentos foi realizada por um sistema *datalogger* NOVUS FieldLogger.

3.3. PROCESSAMENTO: PREPARAÇÃO DAS LIGAS

As ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni foram elaboradas com elementos comercialmente puros (**Tabela 3.1**). A princípio, foi estimado em cálculo estequiométrico (% de massa) dos elementos de liga para correta determinação das massas de Al, Cu, Mg e Ni (a depender da composição estequiométrica), em seguida os componentes são pesados de acordo com a composição nominal de cada liga. O Al foi fundido dentro de um cadinho de SiC (revestidos com uma camada de massa refratária QF-180, a fim aumentar sua durabilidade e evitar quaisquer contaminações nas ligas) à temperatura de 800 °C até total fusão. Os metais Cu (agregado às duas ligas) e Ni (presente apenas na liga quaternária) foram adicionados ao Al líquido à 800°C, seguido de homogeneização dentro do forno a 850 °C por 45 minutos.

A mistura resultante foi agitada com uma haste de aço inoxidável revestida com massa refratária para garantir a homogeneização e, posteriormente a liga foi vazada dentro de uma lingoteira de aço inoxidável, revestida com Al_2O_3 no dispositivo de solidificação unidirecional no método vertical ascendente e, assim obtém-se os lingotes que serão ensaiados. O Mg foi adicionado com o banho líquido a 700 °C em conjunto com injeção de Ar para evitar a formação de MgO. Para o cálculo dos parâmetros térmicos, as temperaturas *liquidus* e *solidus* foram baseadas nas informações dos diagramas de fase simulados, obtidas com o auxílio do *software* Thermo-Calc®, usando a base de dados TTAL5. Na Figura 3.4 são exemplificados os diagramas de fases para cada sistema das ligas Al-Cu-Mg e Al-Cu-Mg-Ni.

Figura 3.4 – Diagramas de Fases dos Sistemas desenvolvidos: (a) Ternário Al-Cu-Mg (fixado em 4,5%Cu em massa) e (b) Quaternário Al-Cu-Mg-Ni (fixado em 4,5%Cu e 1,5%Mg em massa).



Fonte: Elaborado pela autora.

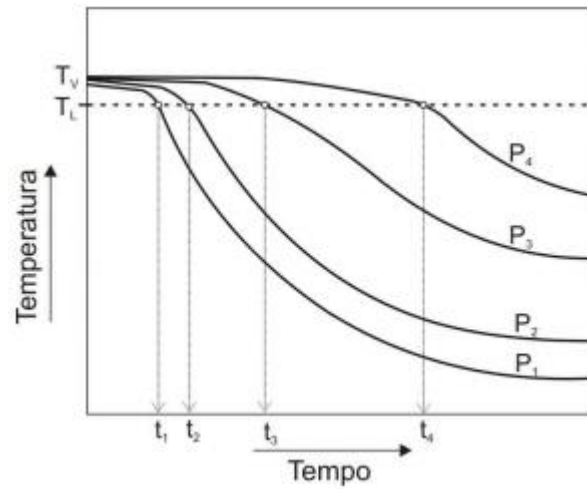
3.4. DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO

Os parâmetros térmicos de solidificação (taxa de resfriamento e velocidade de avanço da isoterma *liquidus*) envolvidos foram realizados a partir das curvas de resfriamento. A metodologia de cálculo dos parâmetros térmicos funciona para ligas solidificadas em regime transiente de extração de calor, e é um modelo adequado quando se trata do contexto de solidificação unidirecional.

O texto a seguir é um compilado da metodologia proposta nos trabalhos de **Garcia, 2007; Rosa, 2007; Bertelli, 2015; Dias, 2015; Dias Filho, 2015; Faria, 2015; Brito, 2016; Vida, 2017; Kakitani, 2017; Septímio, 2019; Cruz, 2020;** dentre outros.

a) **Tempo de passagem da isoterma *liquidus* (t_L):** Os resultados dos pares ordenados, posição do termopar em relação à base refrigerada do lingote e tempo (P, t), obtidos a partir do procedimento experimental permitem, que sejam traçados gráficos experimentais da posição da isoterma *liquidus* com o tempo. Esses tempos são obtidos a partir da intersecção de uma horizontal indicativa de cada temperatura *liquidus* (T_L) com as curvas de resfriamento para cada posição dos termopares (P), ou seja, a partir da T_L da liga analisada traça-se uma reta paralela ao eixo dos tempos. Através das intersecções dessa reta com as respectivas curvas de resfriamento, em cada uma das seis posições, obtêm-se os tempos correspondentes. Esses tempos definem-se como sendo os tempos de passagem da isoterma *liquidus* em cada posição monitorada pelo termopar. Os resultados dos pares ordenados obtidos são interpretados pelo software que, para cada coluna de dados de um termopar, reconhece o tempo em que a temperatura *liquidus* foi atingida durante a solidificação e cria um arquivo de dados de tempo e posição ($t, \text{posição}$). A indicação dos tempos em que a T_L é atingida para diferentes posições de termopares, sendo P_1 o termopar mais próximo da superfície do molde com seu respectivo tempo t_1 e P_4 o mais afastado, com a indicação do tempo t_4 e representada pela Figura 3.5.

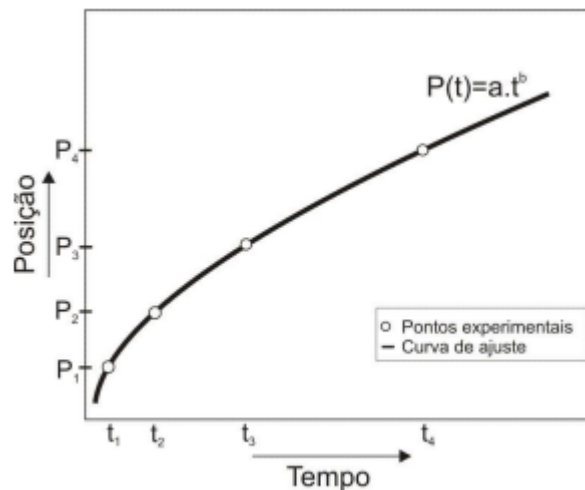
Figura 3.5 – Perfil de temperatura indicando o tempo de passagem da isoterma *liquidus*.



Fonte: Brito (2016).

b) A obtenção das coordenadas “posição x tempo” permite que seja traçado o gráfico experimental para o deslocamento da posição da isoterma *liquidus* em função do tempo durante o processo de solidificação. Para gerar uma curva que represente o deslocamento desta isoterma em todo o lingote solidificado, os dados são ajustados matematicamente pelo programa computacional através do método dos mínimos quadrados, gerando uma função $P(t) = a \cdot t^b$. Na Figura 3.6 é apresentado um esquema do gráfico com os pontos experimentais de coordenadas (tempo, posição) e o ajuste matemático gerado pelo programa.

Figura 3.6 – Deslocamento da posição da isoterma *liquidus* em função do tempo.

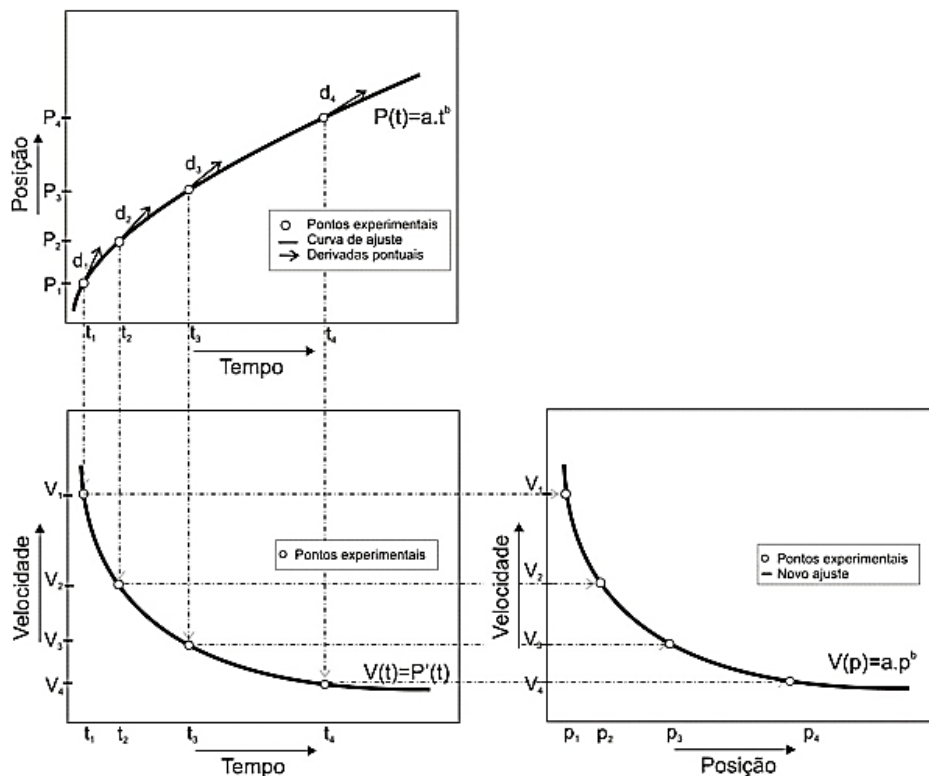


Fonte: Brito (2016).

c) **Velocidade de Deslocamento da Isoterma *Liquidus* (V_L)**: As velocidades experimentais de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L), para todas as ligas, são determinadas pela derivada da função experimental $P(t)$ ajustada anteriormente pelo programa, isto é, $V_L = \frac{dP}{dt}$.

A derivada da função P é aplicada em cada instante de tempo de passagem da isoterma *liquidus* correspondente a cada termopar, gerando outro arquivo de dados em bloco de notas com as derivadas pontuais tabeladas com seus respectivos tempos (tempo, $P'(t)$). Para obtenção do gráfico de velocidade em função da posição (posição $P'(t)$), o programa cria um arquivo semelhante ao de velocidade pelo tempo e substitui a variável tempo pela posição. Porém, para obtenção de uma função do tipo potencial que represente esse novo gráfico, é necessário fazer outro ajuste, conforme exemplificado na Figura 3.7.

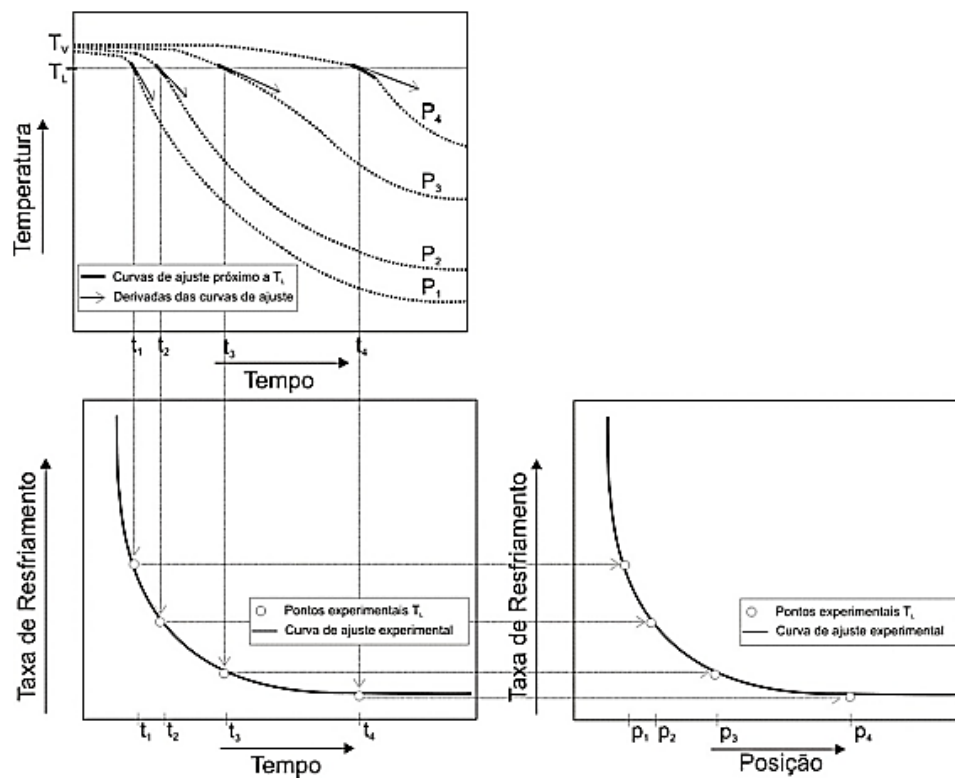
Figura 3.7 – Esquematização da obtenção do gráfico das velocidades em função do tempo e em função da posição.



Fonte: Brito (2016).

d) **Taxa de Resfriamento ($\dot{T}$):** As taxas de resfriamento $\dot{T} = \frac{\partial T}{\partial t}$ à frente da isoterma *liquidus* são calculadas pelo programa computacional através da derivada de uma pequena curva suave ajustada na região próxima ao instante de tempo onde o perfil térmico atinge a temperatura *liquidus*, como exemplificado na Figura 3.8. Para cada perfil de resfriamento, uma curva polinomial de segunda ordem foi ajustada por meio do ajuste de um pequeno conjunto de pontos experimentais imediatamente antes e depois do tempo de passagem da isoterma. Esse procedimento visa garantir uma curva suavizada. O cálculo realizado através do ajuste de uma região de pontos, como descrito, previne o erro de estimar um tempo que não corresponda ao tempo de passagem da isoterma líquido/sólido.

Figura 3.8 – Esquema para o cálculo das taxas de resfriamento em função do tempo e posição.



Fonte: Brito (2016)

3.5. CARACTERIZAÇÃO DAS ESTRUTURAS DE SOLIDIFICAÇÃO

As análises microestruturais dos lingotes solidificados direcionalmente foram conduzidas utilizando técnicas metalográficas pertinentes. Inicialmente, as amostras de interesse foram extraídas e seccionadas longitudinal e transversalmente ao longo do comprimento. Essas amostras foram identificadas por números que representam sua posição (P) em milímetros, sendo a posição de referência (P_0) definida a partir da interface metal/molde. Doze amostras foram selecionadas, abrangendo posições de **5 a 90 mm** - especificamente, nas posições: 05, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 70, 80 e 90 mm -, com o intuito de capturar uma variedade significativa de microestruturas resultantes de diferentes taxas de resfriamento ao longo do comprimento da liga analisada. O procedimento esquematizado pela Figura 3.9 apresenta a sequência de cortes realizados nos lingotes desde a obtenção até a seleção de posições que permitiram a caracterização e, posteriormente, os estabelecimentos de correlações entre os parâmetros térmicos e os microestruturais.

Figura 3.9 – Esquematização do seccionamento de amostras para análise microestrutural das ligas Al-Cu-Mg e Al-Cu-Mg-Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

A preparação metalográfica das estruturas brutas de solidificação foram realizadas a partir do lixamento das amostras com lixa de carboneto de silício de granulometria 120, 220, 320, 600 e 1200 *mesh*, sendo rotacionado a 90° a cada substituição de lixas para remoção das linhas de riscos anteriores. Em seguida, polidas empregando a aplicação da pasta diamantada (3 a 1 μm da Arotec) e panos de polimento da Struers. Para revelar a microestrutura realizou-se um ataque químico na superfície com uma solução de 0,5% de HF diluído em água destilada e T_{amb} , consistindo na imersão das amostras no reagente sendo que a revelação da morfologia ocorreu em períodos de 5 a 12 segundos para cada posição.

As micrografias ópticas foram obtidas com auxílio de um microscópio metalúrgico da ZEISS Axiocam 208 color em conjunto ao software de processamento de imagens acoplado ao equipamento versão ZEN Lite® 3.8, sendo capturadas em diferentes campos de aumento. Depois as medidas foram calculadas pelos espaçamentos dos braços dendríticos primários (λ_1) e secundários (λ_2) e determinação das frações de cada intermetálico quantificados através do software *Image J* versão 1.54d, conforme mostrado na Figura 3.10 (a e b). Considerando as leituras, uma média de 30 triângulos independentes realizadas para cada posição selecionada, ao final dos cálculos obteve-se a média dos valores e o intervalo de dispersão das medidas.

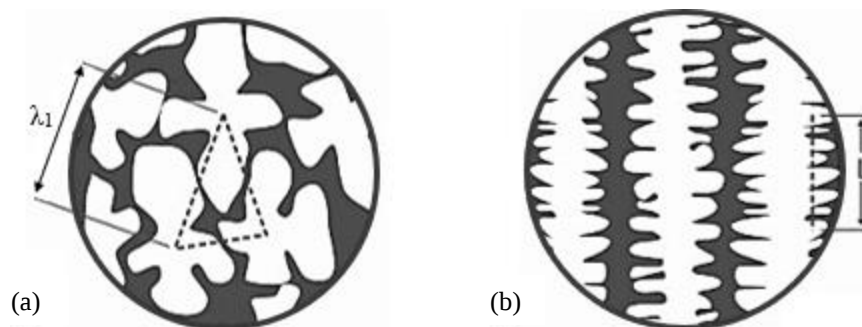
Para quantificar os espaçamentos dendríticos primários, λ_1 , foi aplicado o método do triângulo foi empregado em amostras de seções transversais (3.1). O critério quantitativo consiste na medida de vizinhança, que considera o valor do espaçamento primário igual à distância média entre o centro geométrico das células e dendritas, ou seja, entre o centro de três dendritas adjacentes formando vértices do triângulo (Gündüz e Çadirli, 2002).

$$\lambda_1 = \frac{L_1 + L_2 + L_3}{3} \quad (3.1)$$

Aos espaçamentos dendríticos secundários, λ_2 , nessas medições foram consideradas o método de interceptação linear, aplicando em seções longitudinais em que os valores consistiam na média entre os ramos adjacentes de uma dendrita primária. A relação matemática é descrita pela Equação 3.2, que expressa a forma de medida no qual o termo “L” é a distância ou comprimento do segmento entre os braços secundários e o “n” o número de ramificações secundárias adjacentes interceptadas nessa distância (Gündüz e Çadirli, 2002).

$$\lambda_2 = \frac{L}{(n-1)} \quad (3.2)$$

Figura 3.10 – Esquema representativo das técnicas usadas para quantificar os espaçamentos microestruturais: espaçamentos dendríticos: (a) Primário - λ_1 , na secção transversal e (b) Secundário - λ_2 , na secção longitudinal.



Fonte: Adaptado de Silva (2017).

3.6. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV-BSE) E ESPECTROSCOPIA DE RAIOS – X POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

Para alcançar uma caracterização microestrutural mais precisa, um estudo da composição química das fases presentes foi conduzido, visando uma determinação detalhada dos compostos intermetálicos, para isso as análises foram realizadas zonas próximas às regiões interdendríticas. Foram selecionadas amostras retiradas das posições de 5, 30 e 70 mm a partir da interface metal/molde, pois essas amostras correspondiam a uma ampla faixa de taxa de resfriamento para cada lingote das ligas estudadas.

As análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram conduzidas utilizando elétrons retroespalhados (BSE), os quais são caracterizados por sua alta energia e interação predominante com os átomos pesados da amostra. Nesse método, a amplitude do sinal BSE aumenta com o número atômico da amostra, proporcionando informações sobre sua composição e distribuição superficial. Através deste método, tornou-se viável identificar compostos distintos, visto que a interpretação da imagem gerada é baseada na escala de tons de cinza, os quais estão associados ao contraste dos números atômicos médios. Assim, em um contexto experimental, quanto mais brilhante o elemento, maior é seu peso atômico.

O mapeamento da distribuição qualitativa dos elementos químicos e das fases individuais foi realizado por meio da combinação do MEV com a técnica de espectroscopia por energia dispersiva de raios-X (EDS) acoplada ao microscópio, levando em consideração a presença dos componentes Al, Cu, Mg e Ni nas ligas estudadas neste trabalho. Essas análises foram realizadas com equipamento da marca Quanta FEG 250 equipado com um detector de EDS Oxford X-MAX50, do Laboratório da Central Analítica do Instituto de Química (IQ/UNICAMP-SP).

3.7. DIFRAÇÃO DE RAIOS – X (DRX)

As análises de difração de raios-x, foram realizadas nas mesmas amostras utilizadas na microscopia eletrônica de varredura. Os espectros de difração provenientes das medidas de intensidade dos picos, possibilitam a determinação da constituição das fases que formam a microestrutura de cada sistema. Desse modo, padrões de DRX foram obtidos utilizando um Difratorômetro da marca Shimadzu XRD-7000 com um intervalo de varredura 2θ a partir de 15° a 90° , Cu-K α de radiação com um comprimento de onda (λ) de 0,15406 nm, os ângulos de Bragg encontrados foram comparados aos padrões de Al, Cu, Mg e Ni além dos possíveis intermetálicos que se formariam de acordo com a literatura, essas análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do DEMA-UFSCar e LNNANO (CNPq).

3.8. ENSAIOS DE CORROSÃO ELETROQUÍMICA

Os ensaios de corrosão eletroquímica de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) e Polarização Linear foram realizados nas ligas de Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni a fim discutir a influência do teor de Ni e estabelecer uma correlação entre a resistência à corrosão e a microestrutura formada. Os experimentos ocorreram mediante o uso de uma célula eletroquímica com três eletrodos: um dos eletrodos formado por prata/cloreto de prata (Ag/AgCl) e usado como eletrodo de referência; fios de platina usados como contra eletrodo; sendo o eletrodo de trabalho constituído de amostras das ligas analisadas.

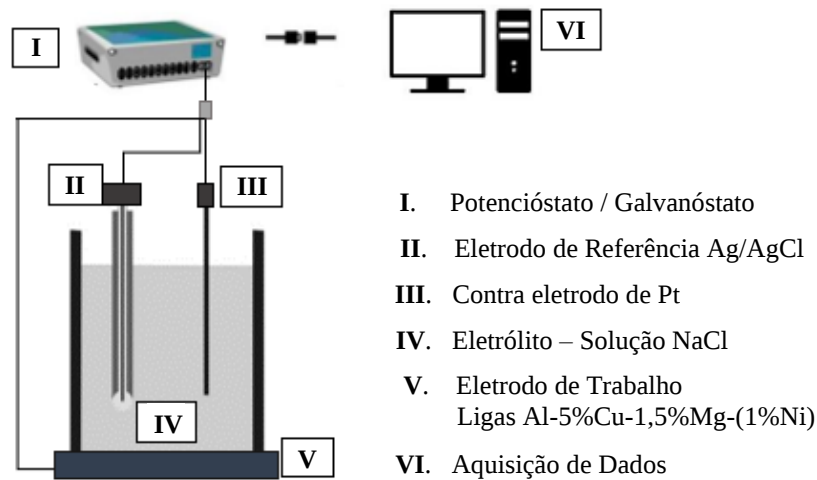
Para obtenção de uma superfície de ensaio intacta e homogênea, as amostras foram preparadas com a superfície final sendo polida com pasta de diamante de $1\mu\text{m}$, seguida de limpeza em ultrassom com água destilada e secadas com soprador térmico, esse procedimento foi replicado e antecede os testes de: I) EIE e II) Polarização Linear. A ordem dos ensaios é convencionada com base no comportamento do material diante de diferentes componentes e condições experimentais. Na técnica de impedância, a caracterização é determinada pela dinâmica dos circuitos elétricos, sem alterações na amostra ao final do teste.

Por outro lado, nos ensaios de polarização, ocorre uma reação química que degrada o substrato, impedindo a realização de outros testes na mesma amostra devido à interferência e imprecisão causadas pela região afetada. Isso ocorre devido à perda de massa quando exposta a meios oxidantes durante a aplicação de potencial externo, que varia as taxas de corrosão do metal, avaliando sua resistência e validando as etapas dos ensaios químicos cruciais para a obtenção de resultados sobre o desempenho do material analisado.

Os ensaios eletroquímicos foram efetuados com o auxílio de um potenciômetro/galvanômetro modelo Autolab (PGSTAT 128N), do Grupo de Pesquisa em Solidificação (GPS / FEM / UNICAMP). Como eletrólito foi utilizada uma solução de 0,06M de cloreto de sódio (NaCl) a fim de observar o princípio da corrosão das possíveis fases e/ou contornos de grãos presentes na microestrutura. Os ensaios foram conduzidos em triplicata de acordo com as normas **ASTM G59**, **ASTM G3** e **ASTM G102**. Para os ensaios de corrosão selecionadas amostras seccionadas na posição preferencial de **P-5 mm** a partir da interface metal/molde para as duas ligas.

Os ensaios de corrosão (EIE e Polarização Linear), foram realizados à temperatura de ensaio de 25°C, sobre uma área de 0,2cm² em contato com um eletrólito naturalmente aerado e estagnado. Para o ensaio de impedância, as amostras foram submetidas a medições em potencial de circuito aberto (OCP) por 2400s, sendo assim utilizada uma amplitude ajustada em 10 mV em relação ao potencial de circuito aberto, com sinal AC, pico-a-pico com seis pontos por década em uma faixa de frequências de 100 mHz a 100 kHz, configuração que antecede os ensaios e em seguida efetuando o experimento. Os resultados dos experimentos de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) foram obtidas curvas de Bode, Bode fase e Nyquist. Posteriormente, são realizados os ensaios de polarização linear, que são conduzidos a uma velocidade de varredura de 0,167 mV/s a partir de - 0,200 a + 0,250 mV vs OCP. Os valores da densidade da corrente de corrosão (i_{corr}) foram calculados em todas as amostras expostas às concentrações de eletrólitos, através do método de extrapolação de Tafel (Wolynec, 2003; Vargel, 2004). Na sequência, em Figura 3.11 é apresentado uma esquematização da configuração do ensaio de corrosão eletroquímica.

Figura 3.11 – Representação esquemática do ensaio de corrosão eletroquímica.



Fonte: Elaborada pela autora.

3.9. ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS

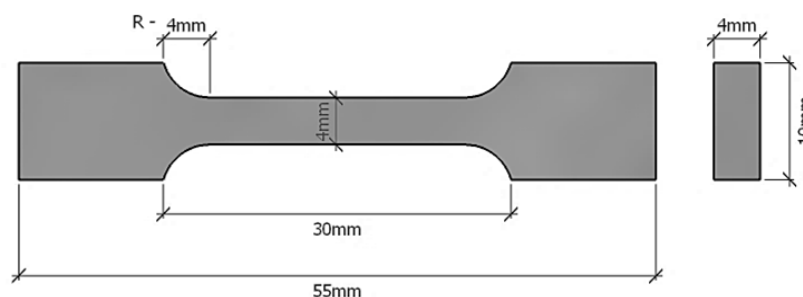
Os ensaios de microdureza Vickers (HV) foram realizados para obter o perfil de dureza em relação à variação da taxa de resfriamento. Esse método consiste na medição da resistência à penetração de um diamante piramidal de forma quadrada sob uma carga específica, geralmente expressa em quilograma força por milímetro quadrado (kgf/mm^2). As medições têm como objetivo avaliar a resistência mecânica do material e correlacionar esses dados com os parâmetros microestruturais. As amostras analisadas foram preparadas para caracterização morfológica, amostras da seção transversal. Para isso, foram lixadas progressivamente, variando de 120 a 1200 mesh, e polidas com pasta de diamante com granulometria de 3 e 1 μm impressões efetuadas estão de acordo com as exigências técnicas da norma **ASTM E384** de operação do método, cumprindo com a distância mínima de 2,5dV (média das diagonais de indentação), ou seja, o espaço entre as impressões e a borda. Nesse ensaio foram realizadas uma média de 20 indentações para cada posição ao longo do lingote a partir da interface metal/molde, aplicando uma carga de 1,0 kgf sobre a amostra e um tempo de 15 segundos de duração. Para obtenção das medidas de dureza, o equipamento utilizado foi um microdurômetro automático digital da marca Insize e modelo ISH-TDV2000 do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo, campus São João da Boa Vista (IF - SJBV).

3.10. ENSAIOS DE TRAÇÃO

As amostras para ensaios de tração foram retiradas ao longo do comprimento de lingotes solidificados direcionalmente em regime transiente, seguindo uma direção vertical ascendente. Dois lingotes de cada liga foram reproduzidos sob as mesmas condições de solidificação dos lingotes caracterizados microestruturalmente. Para cada lingote, foram usinadas no mínimo 15 amostras a partir de cortes transversais realizados a cada 5mm da base refrigerada, abrangendo todo o espectro microestrutural resultante das taxas de resfriamento nos experimentos. O plano perpendicular ao fluxo de calor permitiu a obtenção de corpos de prova representativos de um determinado valor médio de espaçamento dendrítico ou celular para cada posição, possibilitando a correlação entre esse parâmetro microestrutural médio de solidificação e as propriedades de resistência à tração em cada posição.

Os corpos de prova foram usinados de acordo com a norma **ASTM E8M**. A Figura 3.12 ilustra os cortes do lingote para a obtenção dos corpos de prova para os ensaios de tração. No total, foram obtidos três corpos de prova para cada posição/liga. O equipamento utilizado nos testes mecânicos foi a máquina universal de ensaios autoportante da Biopdi para capacidade de 10.000 e 15.000 Kgf, auxiliada por um software que registra os dados como o limite de resistência à tração e alongamento específico. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Aeronáutica da Faculdade de Engenharia do Campus de São João da Boa Vista (FESJ/UNESP).

Figura 3.12 – Esquema ilustrativo dos CPs conforme indicado na norma ASTM E 8M.



Fonte: Brito (2016).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Neste Capítulo serão apresentados os resultados das atividades desenvolvidas a partir dos estudos de solidificação direcional desenvolvimento com as ligas multicomponentes Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni. Desse modo, os resultados foram obtidos seguindo a metodologia prevista no fluxograma dos procedimentos experimentais (Figura 3.1). Para cada liga analisada será apresentado um conjunto de resultados que conterá: o cálculo de parâmetros térmicos de solidificação; caracterização microestrutural envolvendo análises de difração de raios-X (DRX), microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia por energia dispersiva (MEV/EDS); equações empíricas das leis de crescimento experimental de microestrutura dendríticas em função da taxa de resfriamento e velocidade da isoterma *liquidus*; estudos do comportamento à resistência mecânica através dos ensaios de microdureza e tração, bem como a resistência superficial à corrosão.

4.2. PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO

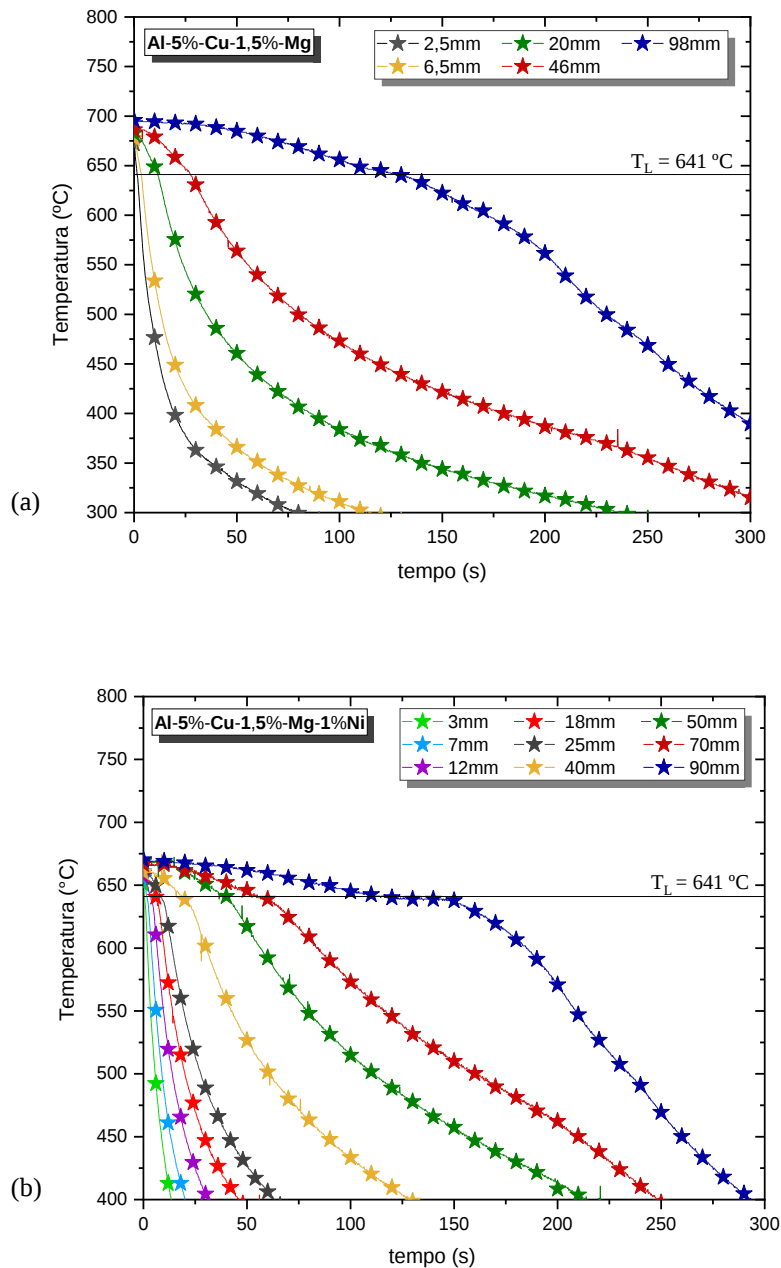
4.2.1. Curvas de Resfriamento

No processo de solidificação unidirecional do fluxo transitório de extração de calor, realizou-se o mapeamento térmico consistindo no registro das curvas de resfriamento experimental, através de termopares posicionados em distintas posições partir da interface metal/molde. Este procedimento permitiu o cálculo dos parâmetros térmicos de solidificação: taxa de resfriamento ($\dot{T}$) e velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) para o lingote.

Na condição de solidificação direcional em regime transiente, tanto o gradiente de temperatura (G) quanto a velocidade de resfriamento (v) variam livremente, esses parâmetros diminuem à medida que a frente de solidificação se afasta da base refrigerada (**Garcia, 2007**).

As análises dos perfis térmicos apresentados graficamente na Figura 4.1 são expressos pela temperatura T ($^{\circ}\text{C}$), em função do tempo de passagem da isoterma *liquidus* (t_L), em segundos, tal como sendo os perfis das curvas de resfriamento, respectivamente, para as ligas: Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni solidificadas direcionalmente.

Figura 4.1 – Curvas de resfriamento experimentais em posições dos termopares ao longo do comprimento dos lingotes solidificados direcionalmente: (a) Al-5Cu-1,5Mg (b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

Observou-se que o comportamento térmico é decrescente em relação ao tempo, em que os maiores decréscimos de temperatura decorrentes das posições (P) iniciais mais próximas da base refrigerada e, conseqüentemente a extremidade oposta terá menor variação térmica. Sendo assim, o fato dessa curva ser mais inclinada está associada a transferência térmica intensificada na base metal/molde, quanto mais próximos esses pontos estiverem da região de extração de calor mais acentuada será essa curva e, conforme se afasta desse substrato o efeito é estabilizado, este comportamento ocorreu em ambas as ligas do respectivo estudo.

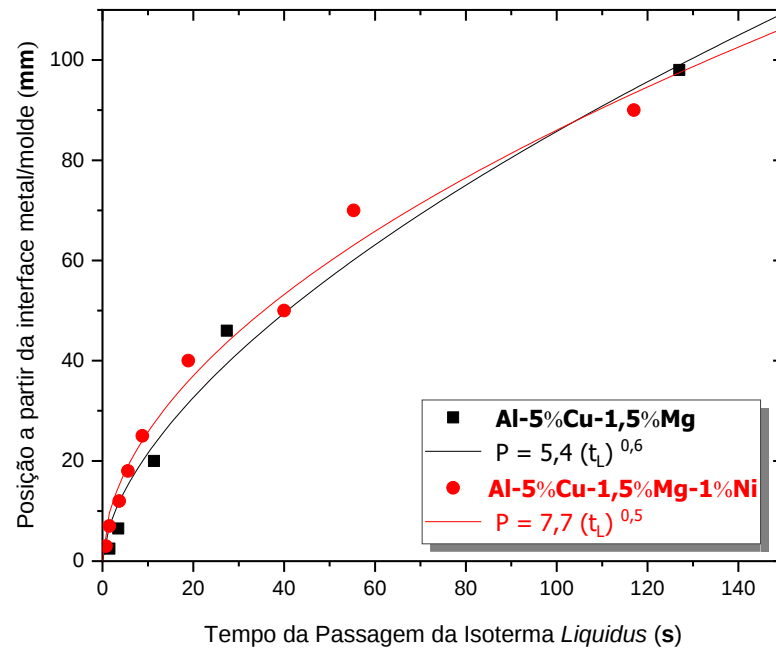
4.2.2. Tempo de Passagem da Isoterma *Liquidus* (t_L)

Os registros térmicos obtidos foram cruciais para determinação dos parâmetros envolvidos no processo de solidificação, sendo as curvas referentes ao tempo de passagem da isoterma *liquidus* a uma dada posição do lingote a partir da base refrigerada. A Figura 4.2 mostra que as ligas analisadas apresentaram perfis distintos para a cinética de avanço da isoterma *liquidus*. Nesse caso, quando comparadas as ligas solidificadas corresponderam a perfis de valores aproximados e a partir da equação: $P = 5,4 (t_L)^{0,6}$ para a liga ternária e $P = 7,7 (t_L)^{0,5}$ em relação a liga quaternária, em que demonstra que com a adição mínima de Ni à liga promoveu a redução do tempo de passagem da isoterma *liquidus* (t_L) do sistema. O comportamento crescente é, outra vez, explicado pela troca de calor mais expressiva na base do molde metálico, ou seja, o tempo de avanço isoterma *liquidus* é menor nas posições iniciais e aumenta conforme evolui para as posições próximas ao topo do lingote.

4.2.3. Velocidade de Avanço da Isoterma *Liquidus* (V_L)

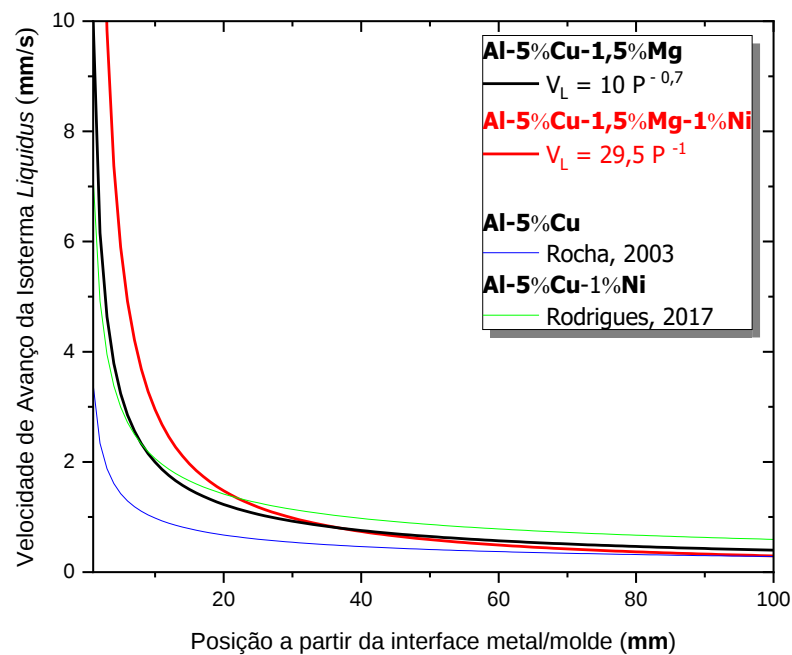
A velocidade de resfriamento durante a solidificação foi determinada a partir da derivação das curvas de $P = f(t)$, que corresponde a equação de $V_L = f(t)$ ou $V_L = dP/dt$. A representação da velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V_L) em função da posição (P) foi definida no item 3.4c. A Figura 4.3 os perfis de V_L em função da distância a partir da interface metal/molde. As equações $V_L = 10 P^{-0,7}$ e $V_L = 29,5 P^{-1}$ descrevem, respectivamente, as curvas para as ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni. Ainda na Figura 4.3 pode-se observar que a uma liga Al-5%Cu (**Rocha, 2003**) apresenta uma cinética de solidificação inferior as ligas multicomponentes. Embora, uma comparação direta da cinética de solidificação envolveria uma parametrização experimental específica (**Brito, 2016**), pode-se inferir, a priori, que a adição de soluto, e consequentemente a composição total da liga, tendeu a aumentar a cinética de solidificação de ligas Al-Cu com adição de Mg e Ni. Esta hipótese pode ser corroborada pela curva verde (tracejada) que representa o perfil de V_L em função da posição durante o resfriamento de uma liga Al-5Cu-1Ni (**Rodrigues, 2017**).

Figura 4.2 – Tempo de passagem da isoterma *liquidus* (t_L) em função da posição a partir da interface metal/molde (mm): Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 4.3 – Velocidade de avanço da isoterma *liquidus* (V_L) em função da posição a partir da interface metal/molde (mm): Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni / Al-5Cu e Al-5Cu-Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

4.2.4. Taxa de Resfriamento ($\dot{T}$)

As taxas de resfriamento ($\dot{T}$) à frente da isoterma *liquidus* em função da posição (P) foram calculadas a partir da derivada de cada curva de resfriamento no momento da passagem da isoterma *liquidus* por cada termopar, $\dot{T} = dT/dt$. Os perfis de taxa de resfriamento para cada composição analisada podem ser vistos na Figura 4.4, configurados pelas equações em que: $\dot{T} = 1,21 + 21 \cdot 0,93^P$ (Al-5Cu-1,5Mg) e $\dot{T} = 0,18 + 12,5 \cdot 0,95^P$ (Al-5Cu-1,5Mg-1Ni).

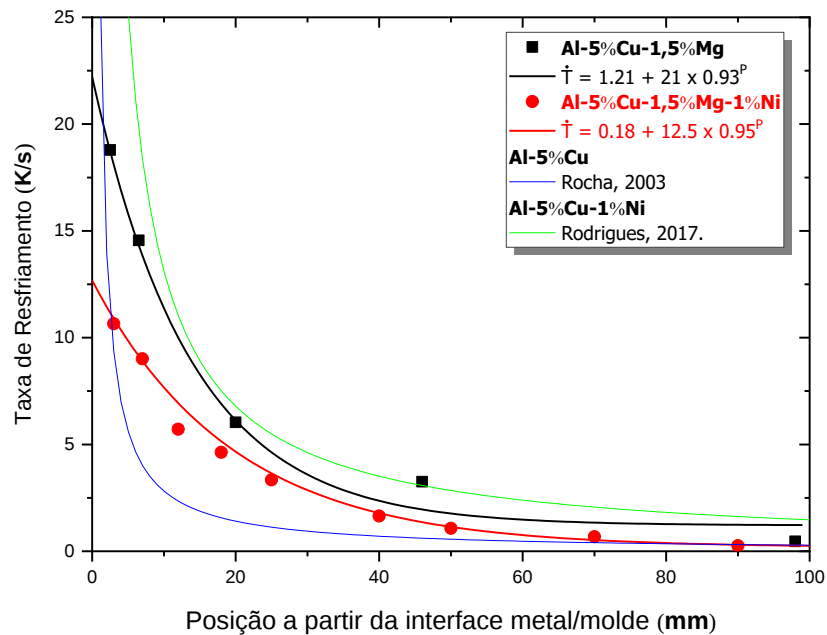
A taxa de resfriamento é um importante parâmetro para avaliação da liberação do calor latente durante a solidificação de uma liga metálica. No caso particular da solidificação direcional em regime transiente de extração de calor, $\dot{T}$ será a principal variável, pois neste tipo de solidificação V e G variam livremente durante o resfriamento. Uma vez que $\dot{T} = dT/dt$, se considerarmos a ausência de qualquer tipo de convecção no líquido, podemos definir o valor de G através da relação:

$$\frac{dT}{dt} = \frac{dT}{dx} \times \frac{dx}{dt} \quad (4.1)$$

Ou seja, $\dot{T} = G \times V$.

Usando a premissa anterior, e comparando o perfil da taxa de resfriamento com o observado para as ligas Al-5%Cu (**Rocha, 2003**) e Al-5%Cu-1%Ni (**Rodrigues, 2017**), observa-se que nível de taxa de resfriamento observado não segue a mesma lógica. Este fato é facilmente explicado pela variação do gradiente térmico durante a solidificação de cada liga. Como mencionado o valor de $\dot{T}$ depende de G e V , entretanto, à medida que a frente de solidificação se afasta da interface de resfriamento (base do lingote) cada camada solidificada e a presença de convecção (térmica e termosolutal) pode influenciar na termodinâmica da extração de calor, contribuindo com alterações nos valores de $\dot{T}$ (**Brito, 2016**).

Figura 4.4 – Taxa de resfriamento ($\dot{T}$) em função da posição a partir da interface metal/molde (mm): Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni / Al-5Cu e Al-5Cu-1Ni.



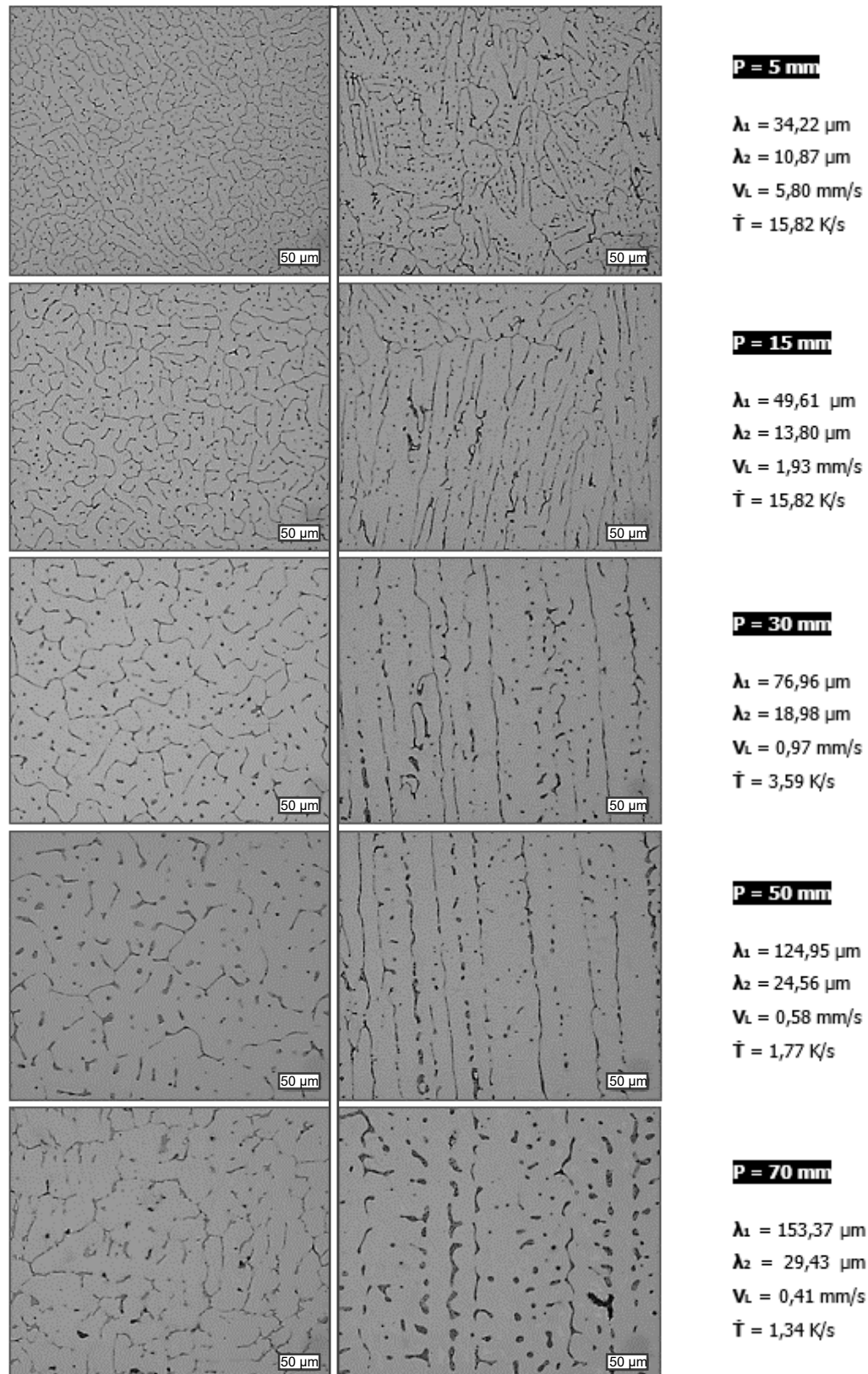
Fonte: Elaborado pela autora.

4.3. CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE SOLIDIFICAÇÃO E MORFOLOGIA DAS FASES

A solidificação de ligas multicomponentes é um processo complexo, onde a interação entre os parâmetros térmicos e as características da microestrutura resultante contribuem para o desempenho final desses materiais. Como discutido no Item 2.1, durante o processo de solidificação a liberação do calor latente, e a redistribuição de soluto são parâmetros que moldam a morfologia final do material sólido. O calor latente tem influência sobre a taxa de resfriamento, criando gradientes térmicos que afetam a direção e a velocidade da solidificação. A redistribuição de soluto em ligas multicomponentes contribui para a formação de microestruturas complexas, influenciando a morfologia das fases sólida e líquida (Garcia, 2007). O aumento do super-resfriamento constitucional (SRC) pode promover o crescimento de estruturas dendríticas. Além disso, a presença de segundas fases adiciona complexidade à microestrutura final, com sua distribuição e morfologia sendo fortemente influenciadas pelos parâmetros de solidificação.

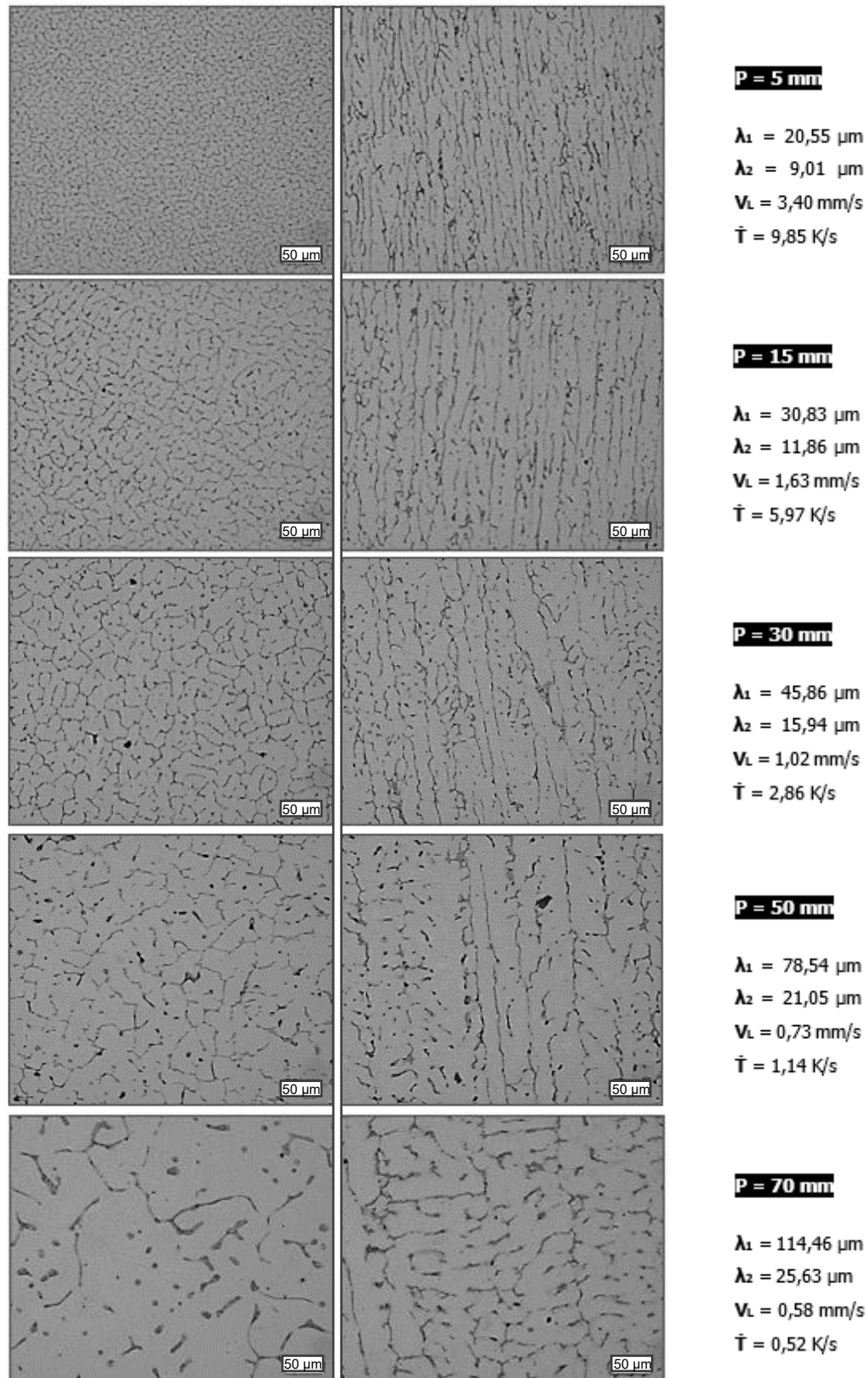
As Figuras 4.5 e 4.6 apresentam imagens de microscopia ótica que exemplificam o arranjo microestrutural observado para todo o intervalo de taxa de resfriamento considerado, respectivamente, para as ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.

Figura 4.5 – Microestruturas da evolução dendrítica em que são expressas as ramificações primárias, λ_1 (esquerda/transversal) e secundárias, λ_2 (direita/longitudinal) que correspondem a liga Al-5Cu-1,5Mg solidificada no sentido vertical ascendente de extração de calor (200x).



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 4.6 – Microestruturas da evolução dendrítica em que são expressas as ramificações primárias, λ_1 (esquerda/transversal) e secundárias, λ_2 (direita/longitudinal) que correspondem a liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni solidificada no sentido vertical ascendente de extração de calor (200x).



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir do seccionamento do lingote, em relação à sua base, o corte transversal (imagens à esquerda) permite a visualização dos troncos primários, parametrizados pelos espaçamentos dendríticos primários (λ_1); o corte longitudinal (imagens à direita) permite a visualização das ramificações secundárias (ortogonais ao tronco primário), parametrizados pelos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) (Figuras 4.5 e 4.6).

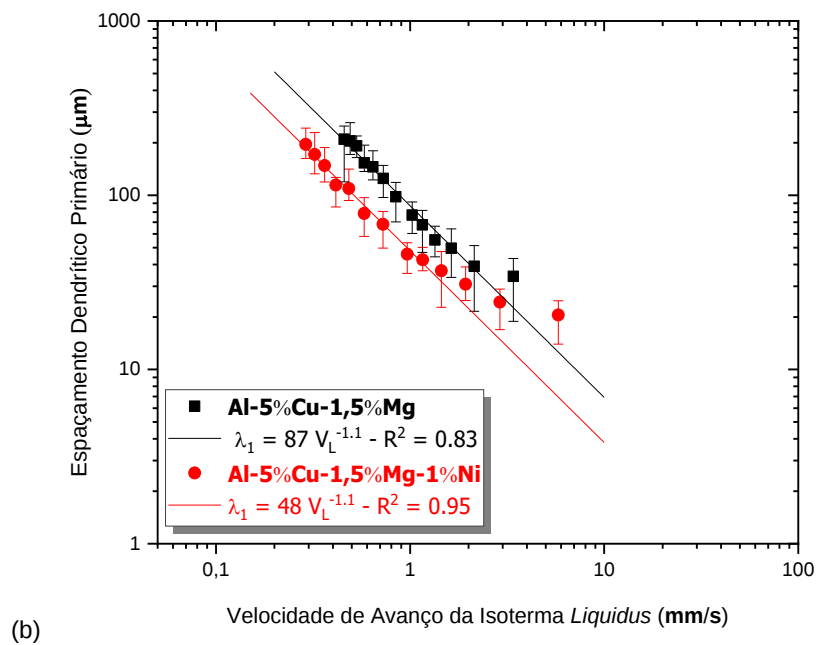
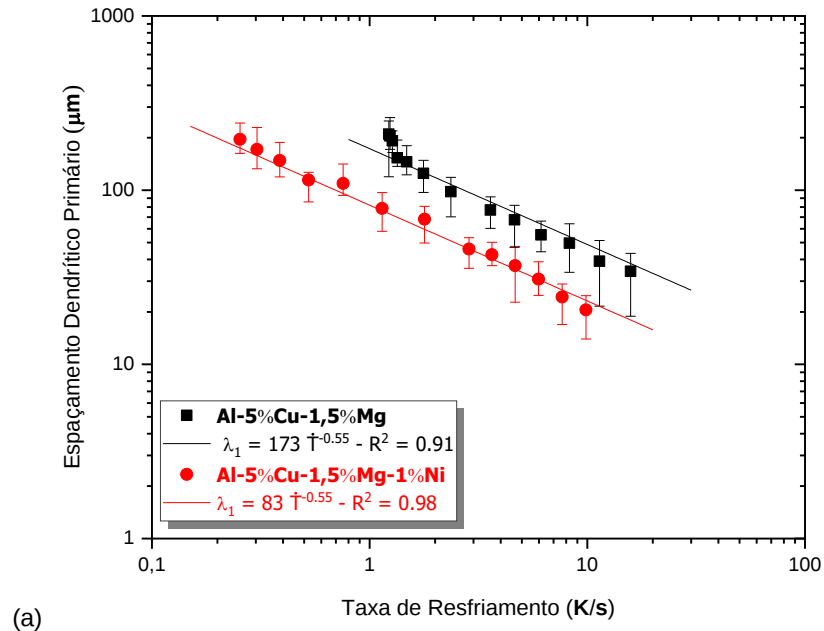
Nesse estudo, verificou-se uma microestrutura constituída por uma matriz α -Al com morfologia essencialmente dendrítica, mais composto eutético nos contornos interdendríticos. Uma visualização mais detalhada de algumas regiões das Figuras 4.5 e 4.6, principalmente para maiores valores de $\dot{T}$, observou-se uma provável transição celular/dendrítica de altas taxas de resfriamento. Este estudo não se enveredou por esta senda, pois os critérios para determinação deste tipo transição são pouco compreendidos, e exigiria mais estudos experimentais para corroborar tal observação (**Brito, 2016**). À medida que se afasta da base, onde maiores valores de $\dot{T}$ e V_L são estimulados, observa-se um engrossamento das ramificações dendríticas.

A constatação principal é que tanto a taxa de resfriamento quanto a adição de Ni influenciaram significativamente a nucleação e o crescimento dos grãos, isso será demonstrado no Item 4.4. Notavelmente, a presença de Ni contribuiu para uma redução no tamanho dos grãos, enquanto maiores valores de taxas de resfriamento também tiveram esse efeito. Assim, embora o crescimento morfológico permaneça dendrítico na liga ternária e quaternária, a adição de Ni sensivelmente refinou a microestrutura da liga, especialmente nas amostras mais próximas da interface metal/molde. Dessa forma, com uma microestrutura mais refinada, possibilitando o aumento da resistência do material à deformação plástica e melhora a dureza. Nas ligas à base de Al, o Ni pode promover a formação de precipitados finos e bem distribuídos que reforçam a matriz metálica, contribuindo para uma elevada resistência mecânica.

4.4. CORRELAÇÃO ENTRE ESPAÇAMENTOS MICROESTRUTURAIS E PARÂMETROS TÉRMICOS DE SOLIDIFICAÇÃO: LEIS DE CRESCIMENTO DENDRÍTICO PRIMÁRIO E SECUNDÁRIO

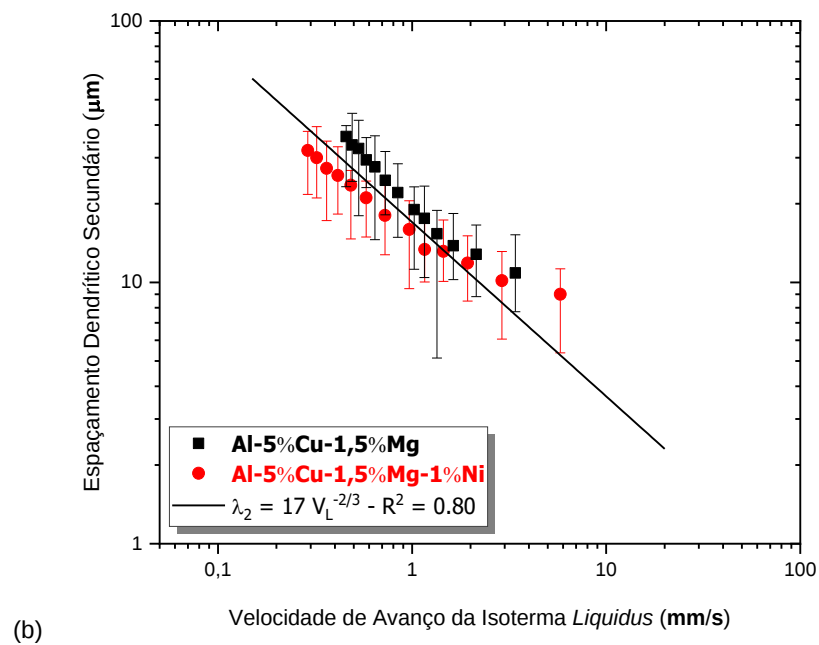
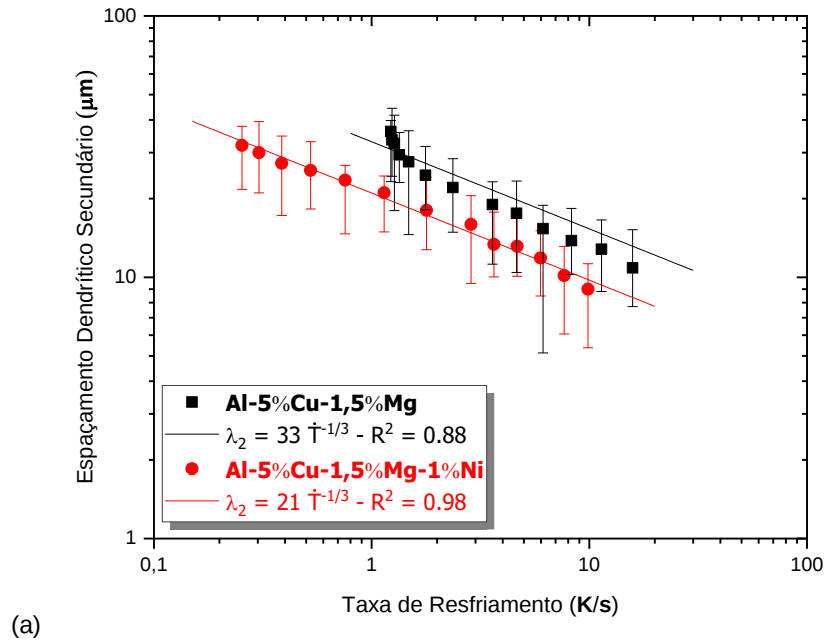
Leis de crescimento microestrutural para as ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni foram determinadas a partir das correlações entre os parâmetros microestruturais [espaçamentos dendríticos primários (λ_1), e secundários (λ_2)] e, os parâmetros térmicos (V_L e $\dot{T}$). Nos gráficos das Figuras 4.7 e 4.8 cada ponto corresponde ao valor médio dos espaçamentos dendríticos medidos experimentalmente, e a barra de erro corresponde aos menor e maior valores observados para cada amostra seccionada a partir da interface metal/molde.

Figura 4.7 – Evolução microestrutural: (a) λ_1 em função da Taxa de Resfriamento (b) λ_1 função da Velocidade de Avanço da Isoterma *Liquidus* das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 4.8 – Evolução microestrutural: (a) λ_2 em função da Taxa de Resfriamento (b) λ_2 função da Velocidade de Avanço da Isoterma *Liquidus* das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

As retas sobrepostas são os ajustes obtidos por regressão linear aplicando uma equação do tipo potência; R^2 é o coeficiente de determinação, uma métrica utilizada para avaliar o grau de ajuste de um modelo estatístico linear generalizado, como a regressão linear simples ou múltipla, em relação aos valores observados de uma variável aleatória.

As Figuras 4.7 e 4.8 apresentaram a evolução do espaçamento dendrítico primário (λ_1) e secundário (λ_2) em função da taxa de resfriamento ($\dot{T}$) e da velocidade da isoterma *liquidus* (V_L) para as ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni. As Tabelas 4.1 e 4.2 reúnem esses dados e apresentam outras leis de crescimento para ligas do sistema Al-Cu, Al-Mg e Al-Cu-Ni.

Tabela 4.1– Relações das equações das Leis de Crescimento de λ_1 em função de $\dot{T}$ e V_L .

Liga	Leis de Crescimento	
	λ_1 vs $\dot{T}$	λ_1 vs V_L
Al-5Cu-1,5Mg	$\lambda_1 = 173 \dot{T}^{-0,55}$	$\lambda_1 = 87 V_L^{-1,1}$
Al-5Cu-1,5Mg-1Ni	$\lambda_1 = 83 \dot{T}^{-0,55}$	$\lambda_1 = 48 V_L^{-1,1}$
Al-Cu Hipoeutéticas [Rocha, 2003]	$\lambda_1 = 250 \dot{T}^{-0,55}$	-
Al-4Cu [Faria, 2015]	$\lambda_1 = 235 \dot{T}^{-0,55}$	$\lambda_1 = 125 V_L^{-1,1}$
Al-5Cu-1Ni [Rodrigues, 2017]	$\lambda_1 = 193 \dot{T}^{-0,55}$	$\lambda_1 = 97 V_L^{-1,1}$
Al-Mg Hipoeutéticas [Brito, 2016]	$\lambda_1 = 126 \dot{T}^{-0,55}$	$\lambda_1 = 97 V_L^{-1,1}$
Al-1Ni [Canté, 2008]	$\lambda_1 = 100 \dot{T}^{-0,55}$	-

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 4.2 – Relações das equações das Leis de Crescimento de λ_2 em função de $\dot{T}$ e V_L .

Liga	Leis de Crescimento	
	λ_2 vs $\dot{T}$	λ_2 vs V_L
Al-5Cu-1,5Mg	$\lambda_2 = 33 \dot{T}^{-1/3}$	$\lambda_2 = 17 V_L^{-2/3}$
Al-5Cu-1,5Mg-1Ni	$\lambda_2 = 21 \dot{T}^{-1/3}$	$\lambda_2 = 17 V_L^{-2/3}$
Al-4Cu [Faria, 2015]	$\lambda_2 = 42 \dot{T}^{-1/3}$	$\lambda_2 = 28,5 V_L^{-2/3}$
Al-5Cu-1Ni [Rodrigues, 2017]	$\lambda_2 = 42,5 \dot{T}^{-0,55}$	$\lambda_2 = 20,5 V_L^{-1,1}$
Al-Mg Hipoeutéticas [Brito <i>et al.</i> , 2015]	$\lambda_2 = 28 \dot{T}^{-0,55}$	$\lambda_2 = 25,3 V_L^{-2/3}$
Al-1Ni [Canté, 2008]	-	$\lambda_2 = 12 V_L^{-2/3}$

Fonte: Elaborado pela autora.

Em síntese, as equações das Tabelas 4.1 e 4.2 indicaram que as leis de crescimento microestruturais sob condições transitórias de extração de calor são descritas por modelos teóricos amplamente reproduzidos em outros trabalhos. Estes modelos, aplicados a ligas solidificadas em regimes transiente, demonstram eficiência na previsão morfológica. Consequentemente, tornaram-se um "padrão" para a avaliação e correlação entre parâmetros microestruturais e parâmetros térmicos de solidificação. Assim pode-se resumir que, para a ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni, os valores de λ_1 e λ_2 podem ser satisfatoriamente previstos por funções potência do tipo: $\lambda_1 = a.(\dot{T})^{-0,55}$; $\lambda_2 = a.(\dot{T})^{-1/3}$; $\lambda_1 = b.(V_L)^{-1,1}$ e $\lambda_2 = b.(V_L)^{-2/3}$. Os expoentes (-0,55) e (-1/3 ou 0,33) são comumente utilizados para a correlação entre λ_1 e λ_2 e $\dot{T}$; para a correlação entre λ_1 e λ_2 e V_L os expoentes (-1,1) e (-2/3 ou 0,66) são usualmente empregados (**Rocha, 2003; Canté et al., 2008; Cruz et al., 2010; Brito, 2016; Dias et al., 2015; Silva, 2016; Rodrigues, 2017; Barros et al., 2019**).

A liga ternária (Al-5Cu-1,5Mg) apresentou um perfil de crescimento de entre intermediário entre os observados para as ligas binárias Al-Cu (**Rocha, 2003; Faria, 2015**) e Al-Mg (**Brito, 2016**). A liga quaternária a apresentou um perfil de crescimento de λ_1 inferior a todas a ligas listadas na Tabela 4.1. Rocha (**Rocha, 2003**) mostrou que a microestrutura das ligas binárias Al-Cu, incluindo a liga Al-5%Cu, é influenciada por uma interação complexa de parâmetros térmicos e composicionais durante o processo de solidificação. Para a liga Al-5%Cu, especificamente, os espaçamentos dendríticos primários não foram substancialmente afetados pelo teor de cobre, sugerindo uma relativa independência da composição (C_0) nesse aspecto. No entanto, altas taxas de resfriamento no início do processo de solidificação podem reduzir os espaçamentos dendríticos primários, indicando a influência crítica dos parâmetros térmicos na formação da microestrutura. Os dados experimentais avaliados nesta pesquisa indicam que a adição de Mg ou Ni (concomitantemente) contribuem com o refino do espaçamento dendrítico primário. **Rodrigues (2017)** evidenciou o mesmo comportamento para ligas ternárias do sistema Al-Cu-Ni.

O espaçamento dendrítico primário apresenta uma dependência significativa em relação aos parâmetros térmicos de solidificação. Especificamente, λ_1 é influenciado pelo intervalo de solidificação ($\Delta T'$), o gradiente térmico (G), a velocidade de crescimento (v), e uma combinação do coeficiente de difusão (D), o coeficiente de Gibbs-Thomson (Γ) e o coeficiente de partição (k). A relação é descrita pela equação 4.2 proposta por **Kurz e Fischer (1981)**:

$$\lambda_1 = 4,3 \left(\frac{\Gamma \Delta T D}{K_0} \right)^{\frac{1}{4}} G_L^{-\frac{1}{2}} \cdot V_L^{-\frac{1}{4}} \quad (4.2)$$

Expressa que λ_1 aumenta com $\Delta T'$ e diminui com maiores gradientes térmicos e velocidades de crescimento. Essa dependência ilustra a complexa interação entre os parâmetros térmicos na determinação das características microestruturais dos materiais em solidificação, onde estruturas dendríticas mais finas são favorecidas por maiores taxas de crescimento e gradientes térmicos, levando a menores espaçamentos de tronco primário.

Os demais modelos teóricos, descritos na Tabela 2.2, são eficazes para a previsão do crescimento de λ_1 de ligas solidificadas em regime estacionário de transferência de calor. Para ligas, principalmente à base de alumínio, solidificadas em regime transiente esses modelos não convergem satisfatoriamente com dados experimentais apresentados (**Rocha, 2003; Canté, 2008; Brito, 2016**). Em contrapartida, as equações experimentais (leis de crescimento) proposta para a previsão do crescimento de λ_1 de sistemas solidificados em regime transiente tem se mostrado eficaz para a previsão do crescimento de ligas solidificada em regime estacionário (**Bruto et al., 2019; Vida et al., 2019**). Isso evidencia a necessidade de um melhor modelamento da relação de interdependência entre C_0 , λ_1 e $\dot{T}$.

A partir das leis de crescimento para espaçamento dendrítico secundário (λ_2) em função de $\dot{T}$ e V_L , apresentadas na Tabela 4.2, foi possível notar um comportamento similar ao observado para λ_1 . A literatura indica que λ_2 tem sido correlacionado com o tempo local de solidificação (t_{SL}), que corresponde a diferença entre o *liquidus* e *solidus* por um determinado ponto, e alguns modelos foram postulados para a previsão da evolução de λ_2 . Entretanto, esses modelos também se mostraram ineficazes para a previsão do crescimento de λ_2 de ligas solidificadas em regime transiente de extração de calor. Inicial **Bouchard e Kirkaldy (1997)**, avaliaram ligas de vários sistemas, e propuseram que o crescimento λ_2 poderia ser previsto

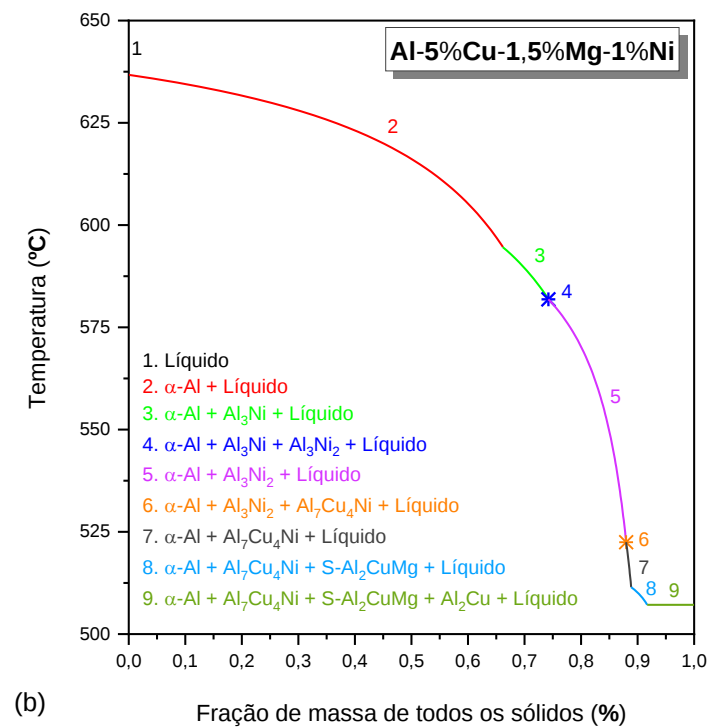
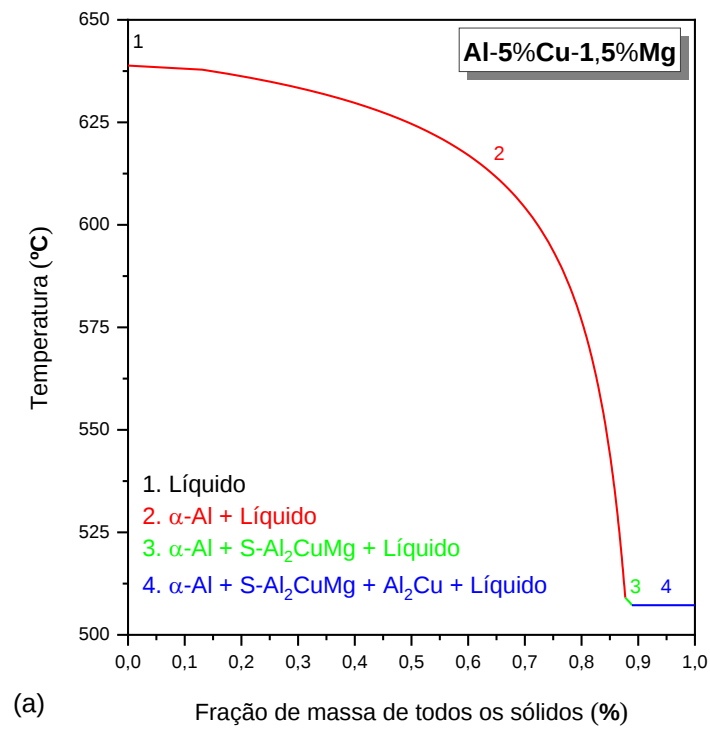
por uma equação genérica do tipo $\lambda_2 = a \cdot \dot{T}^{-1/3}$, onde “a” é uma constante que depende dos elementos de liga envolvidos nos sistemas analisados. Posteriormente vários autores corroboraram esta proposição (Faria, 2015; Brito, 2016; Dias, 2016; Vida, 2017; Rodrigues, 2017; Kakitani, 2017; Septímio, 2019). A composição nominal (C_0) é um parâmetro crucial a ser avaliado quando se trata da evolução de λ_2 (Canté *et al.*, 2010).

Tang *et al.* (2019) propôs expoente distinto à equação para explicar a variação de λ_2 à liga quaternária Al-5Mg-3Zn-1Cu, sendo assim, a partir da função $\lambda_2 = 60 \cdot \dot{T}^{-0,402}$ no qual foi determinado exponencial de (-0,402), valor ligeiramente distinto do expoente -1/3, que frequentemente tem sido relatado na literatura demonstrando êxito independentemente da complexidade da composição da liga. Em comparação aos resultados adquiridos por Barros e coautores (Barros *et al.*, 2019) para ligas Al-3Cu-(0,5Mg), em que a adição do Mg ao sistema binário de Al-Cu não influenciou nas leis de crescimentos associadas ao λ_2 , $\dot{T}$ e V_L , sendo aplicado os expoentes recorrentes de (-1/3) e (-2/3).

4.5. CAMINHOS DE SOLIDIFICAÇÃO (SIMULAÇÃO DE SCHEIL-GULLIVER)

O caminho de solidificação é uma avaliação que permite prever a sequência de formação de cada fase em função do decréscimo da temperatura. A equação de Scheil-Gulliver descreve a redistribuição do soluto durante a solidificação de uma liga. O programa Thermo-Calc® é uma ferramenta computacional utilizada para cálculos termodinâmicos e diagramas de fase em sistemas multicomponentes de relevância prática, baseando-se em bancos de dados termodinâmicos produzidos por avaliações especializadas de dados experimentais utilizando o método CALPHAD. Na simulação do caminho de solidificação das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni foi utilizada a base de dados SSOL. Na sequência, a Figura 4.9 é apresentada pela simulação realizada para esse estudo.

Figura 4.9 – Diagrama Scheil-Gulliver para ligas: a) Al-5Cu-1,5Mg e b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

As curvas indicam a presença de α -Al, predominantemente, em toda a matriz. As temperaturas de início e fim de solidificação, ou seja, temperatura *liquidus* (T_L) e solidus (T_S) foram de 638,4 °C e 507,26 °C par a liga Al-5Cu-1,5Mg, e 636,7 °C e 507,14°C para a liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni, esses valores sugerem que adição de 1% de Ni à liga ternária não exerceu nenhuma influência sobre o intervalo de solidificação (ΔT) 131,14 °C e 129,56 °C, respectivamente. Para a liga ternária a precipitação da fase S-Al₂CuMg ocorre a 508 °C e, no líquido remanescente é originada a fase θ -Al₂Cu pela reação eutética ternária: $[L \rightarrow (L + \alpha -Al) \rightarrow (L + \alpha -Al + S-Al_2CuMg) \rightarrow (L + \alpha -Al + \theta-Al_2Cu)]$. Sob diferentes condições de solidificação direcional, a fase θ -Al₂Cu (TCC) exhibe padrões e direções de crescimento específicos devido à sua anisotropia cristalina. No entanto, considerando a solidificação direcional, a fase morfológica é regular e de direção única (**Gao et al., 2018**).

Observou-se para a liga quaternária uma transformação de fases mais complexa. Inicialmente, forma-se a fase ϵ -Al₃Ni a aproximadamente 590 °C. À medida que a temperatura diminui, ocorrem reações primárias que resultam na formação de diferentes compostos intermetálicos, seguidas por reações peritéticas sequenciais: $[(L + \delta-Al_3Ni_2 + \gamma-Al_7Cu_4Ni) \rightarrow (L + \alpha-Al + \gamma-Al_7Cu_4Ni) \rightarrow (L + \alpha-Al + \gamma-Al_7Cu_4Ni + S-Al_2CuMg) \rightarrow (L + \alpha-Al + \gamma-Al_7Cu_4Ni + S-Al_2CuMg + \theta-Al_2Cu)]$. A adição de 1% de Ni alterou o caminho de solidificação, aumentando a quantidade de fases intermediárias sequenciais.

A simulação de Scheil-Gulliver considera uma taxa de resfriamento lenta, ao contrário da solidificação em condições transitórias de extração de calor que decorre do resfriamento severo. A simulação de Scheil-Gulliver segue a composição química informada, geralmente a nominal. No entanto, pode ocorrer a formação de fases imprevistas, como em casos de presença residual de Fe ou Si. Em sistemas que utilizam moldes de aço, o Fe pode difundir para o metal líquido, introduzindo-se esporadicamente em diversas ligas não ferrosas (**Brito, 2016**). Alguns desses elementos residuais Fe, Si ou Mn podem contribuir positivamente na resistência mecânica (**Belov et al., 2005; Karakulak et al., 2012**). Entretanto, a ocorrência concomitante de Fe e Si, por exemplo, podem dar origem a fase β -AlFeSi que age de modo deletério na ductilidade e tenacidade do material (**Lima, 2018**).

A depender do teor de Cu adicionado a liga, pode reduzir a estabilidade térmica dos intermetálicos Al/Ni presentes (ϵ -Al₃Ni e δ -Al₃Ni₂) (Rodrigues, 2017). Ezemenaka *et al.* (2021), explica que essas transformações de fases estão diretamente relacionadas aos parâmetros térmicos envolvidos: C_0 , V_L e G_T , ao expressar uma equação invariante da liga eutética ternária de Al: $[L \rightleftharpoons \alpha(\text{Al}) + \theta(\text{Al}_2\text{Cu}) + S(\text{Al}_2\text{CuMg})]$.

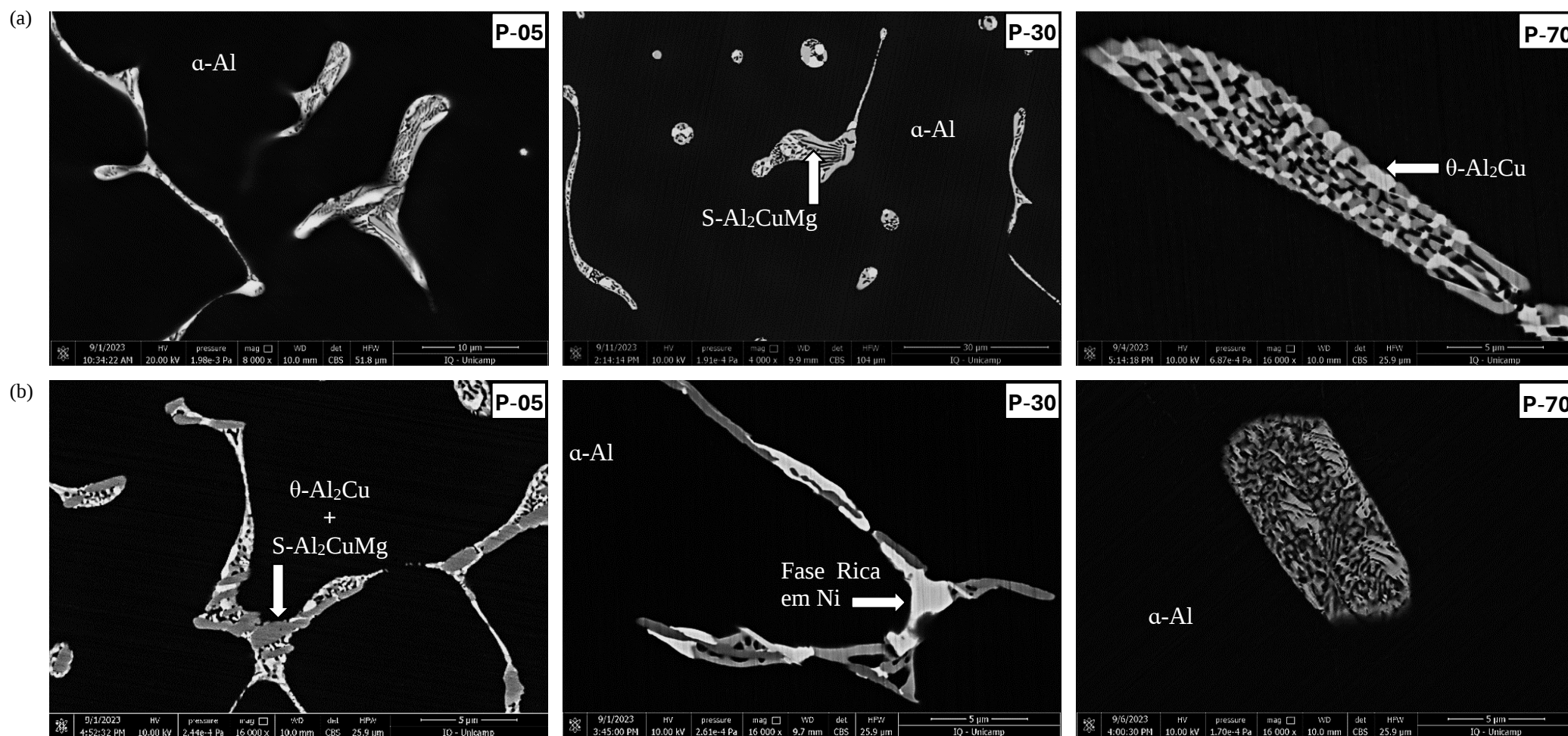
Para confirmar as fases previstas pelo modelo de Scheil-Gulliver, utilizou-se técnicas de difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura com espectroscopia de dispersão de energia (MEV/EDS). Essas técnicas permitem a análise detalhada da microestrutura, identificando e caracterizando os compostos intermetálicos (IMCs) formados. A DRX forneceu informações cristalográficas precisas, enquanto a MEV/EDS permitiu a observação e análise química local das fases presentes.

4.6. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR ANÁLISES DE DRX, MEV e EDS

As micrografias obtidas via imagens de microscopia eletrônica de varredura usando o sensor de elétrons retroespalhados (MEV/BSE) são apresentadas pela Figura 4.10, para as amostras referente as posições (P-5 mm, P-30 mm e P-70 mm), pois representam todo o espectro de taxa de resfriamento observadas. Nesta técnica, a imagem é formada pela diferença de brilho entre as fases, baseada na massa atômica dos elementos. Fases contendo elementos de maior massa atômica exibem maior brilho (mais claro), enquanto componentes leves são representados por menor brilho (mais escuro), em uma escala de tons monocromáticos

A Figura 4.11 apresenta os resultados de difratometria de raios X (linhas contínuas) das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni, mostrando a ocorrência das fases características nas três posições distintas (P-5 mm, P-30 mm e P-70 mm): α -Al, S-Al₂CuMg e θ -Al₂Cu em ambas as ligas, e γ -Al₇Cu₄Ni na liga com 1% Ni. O difratograma indica que os picos característicos da solução sólida de α -Al são mais intensos e definidos, conforme previsto na literatura, em comparação com os picos dos compostos intermetálicos secundários, devido à maior área ocupada pela matriz rica em Al. Nesta análise, a fase principal predominante é a matriz de alumínio (α -Al), que apresenta uma morfologia dendrítica.

Figura 4.10 – Imagens de MEV – CS BSD (elétrons retroespalhados), evidenciando a morfologia dos compostos intermetálicos (IMCs) ao longo do lingote solidificado das ligas à base de Al: (a) Al-5Cu-1,5Mg em que expressa a fase escura (matriz de α -Al), cinza (fase S- Al_2CuMg) e branca (fase θ - Al_2Cu) e b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni sendo a fase escura (matriz de α -Al), cinza (fase S- Al_2CuMg e θ - Al_2Cu) e branca (rica em Ni).



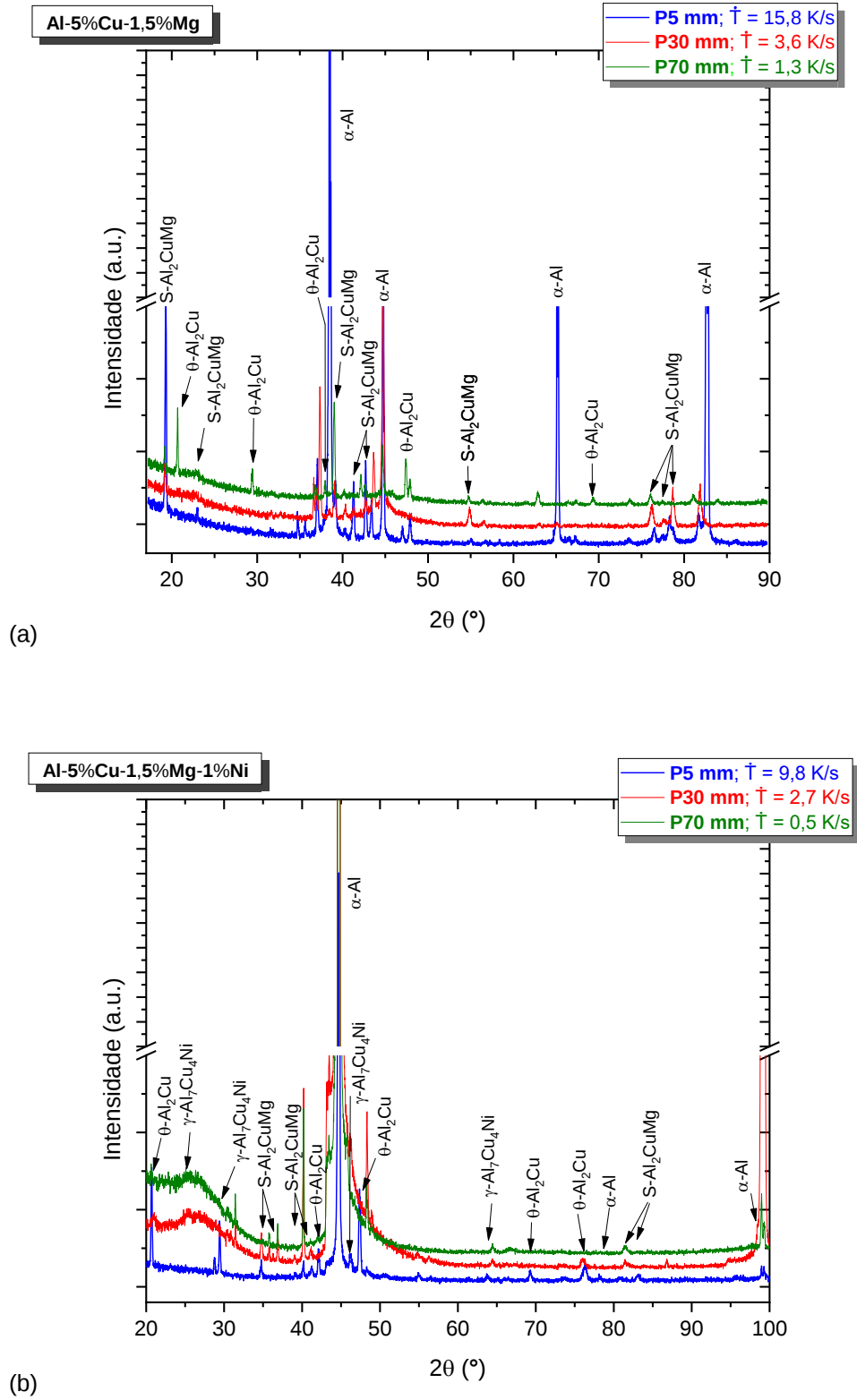
Fonte: Elaborado pela autora.

Na Figura 4.10 as áreas claras representam regiões interdendríticas contendo as segundas fases $S\text{-Al}_2\text{CuMg}$ e $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ na liga ternária, e $S\text{-Al}_2\text{CuMg}$, $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$, além de fases ricas em Ni na liga quaternária. A adição de 1% de Ni à liga ternária aumentou a complexidade da microestrutura, resultando na formação de mais fases distintas. A solubilidade do Ni com o Cu favoreceu a obtenção de distintas morfologias para as fases contendo esses elementos, além de promover um refinamento morfológico na estrutura de solidificação.

Considerando que a solidificação da liga ocorreu em condições transitórias de extração de calor, com taxas de resfriamento superiores às consideradas na simulação do diagrama de fases da Figura 3.4b, ocorrem alterações significativas nos processos de transformação. Tais condições reduzem o tempo de transformação e afetam a difusividade dos elementos, assim como a capacidade de redistribuição de soluto durante a solidificação. Essas mudanças na termodinâmica da transformação de fases inibe a manutenção das fases que deveriam compor a microestrutura final. Logo, ao considerar-se que experimentalmente, as condições de resfriamento acelerada impostas durante a solidificação, na prática não possibilitaram a formação das fases $\epsilon\text{-Al}_3\text{Ni}$ previsto na Figura 3.4b. Esta previsão foi confirmada pelo caminho de solidificação (modelo de Scheil-Gulliver) da 4.9b, pois este modelo emprega taxa de resfriamento superiores, e condição fora de equilíbrio termodinâmico. **Belov et al. (2005)** destaca que os sistemas que contém múltiplas fases são mais complexos devido as inúmeras reações de solidificação, podendo assim explicar esse efeito. Portanto, a fase Al_3Ni , prevista na Figura 3.4b, não está presente no arranjo microestrutural final devido à rápida solidificação e às condições de resfriamento que não permitem o equilíbrio completo para a formação e manutenção destas fases.

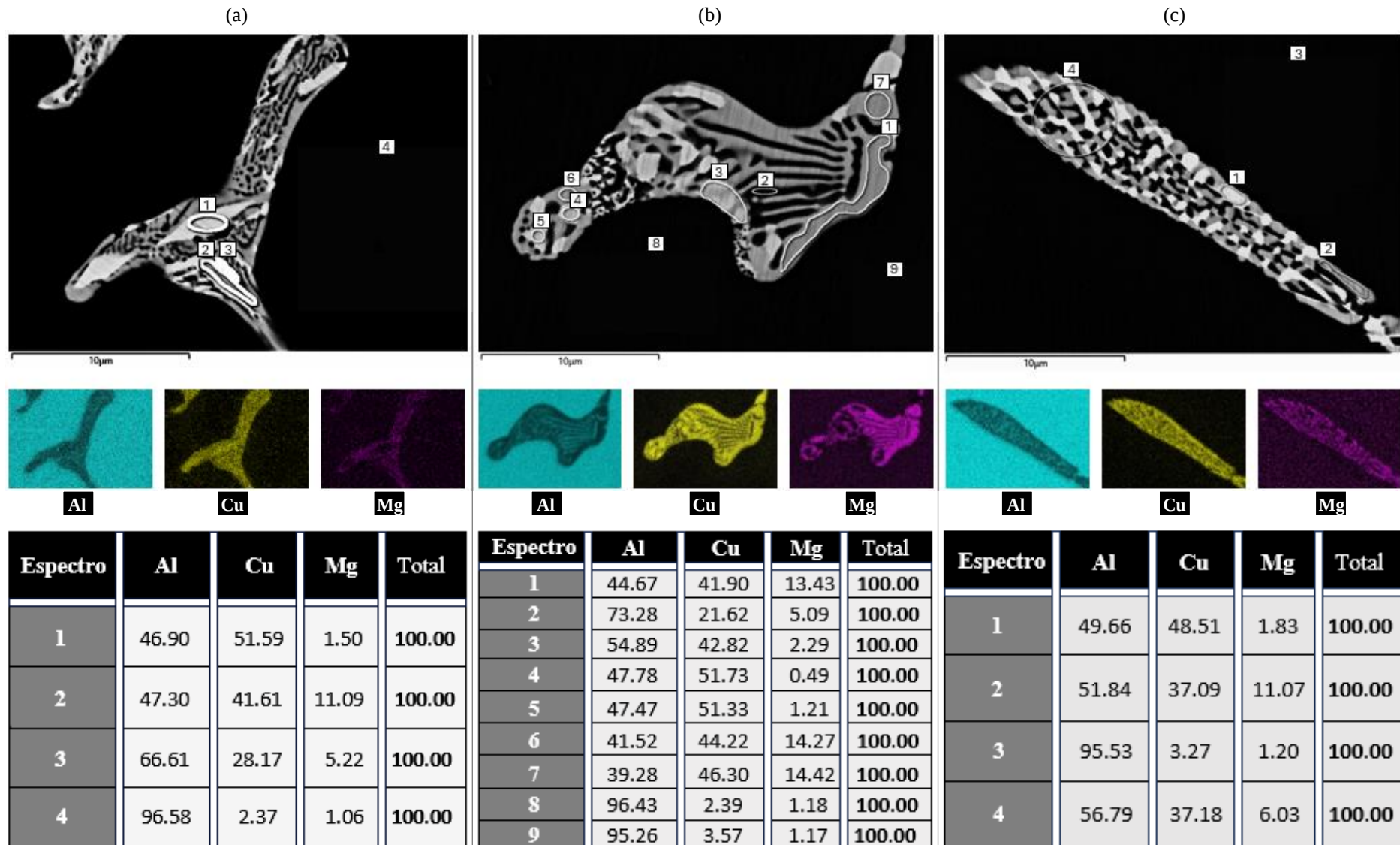
A fim de complementar a caracterização quantitativa das frações de fases formadas na estrutura bruta de solidificação, foi realizado um mapeamento químico expressos pelas Figuras 4.12 a 4.17 que, apresentam as análises de realizadas por MEV/EDS. Esses resultados evidenciaram a composição e distribuição dos elementos em cada fase presente, sendo que a composição de cada fase intermetálica está representada juntamente com distribuição dos elementos geradas pela MEV/EDS usando o mapa de elementos. As análises foram realizadas, para cada liga, nas mesmas amostras caracterizadas por DRX.

Figura 4.11 – Espectros de difração de raios-X das ligas em regiões intermediárias do lingote e associadas as respectivas taxas de resfriamento: (a) Al-5Cu-1,5Mg e (b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.



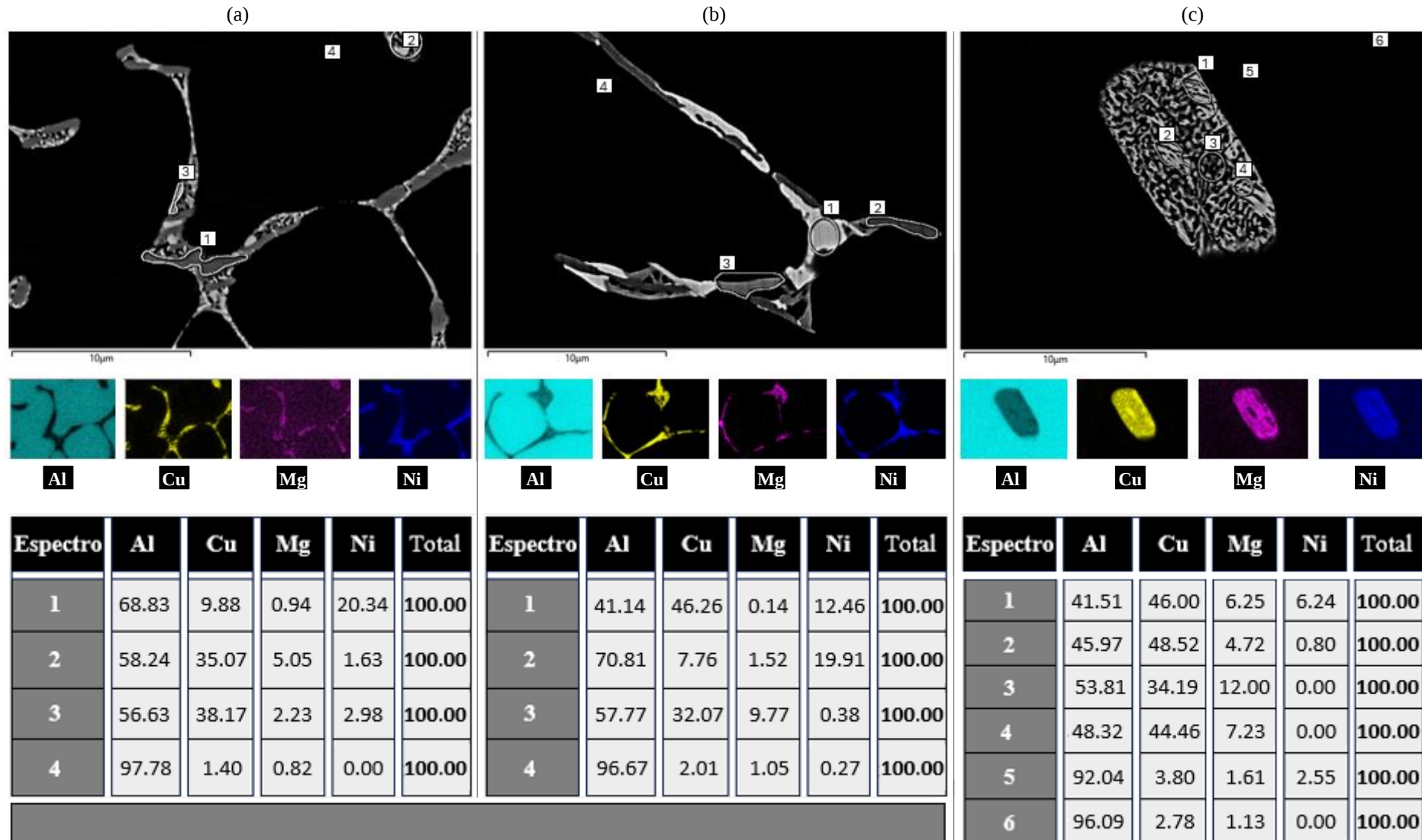
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 4.12 – Análise composicional e mapas elementares obtidos via MEV/EDS da liga Al-5Cu-1,5Mg, evidenciando a composição e distribuição dos elementos em cada fase: (a) P-05 mm; (b) P-30 mm; (c) P-70 mm.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 4.13 – Análise composicional e mapas elementares obtidos via MEV/EDS da liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni, evidenciando a composição e distribuição dos elementos em cada fase: (a) P-05 mm; (b) P-30 mm; (c) P-70 mm.



Fonte: Elaborado pela autora.

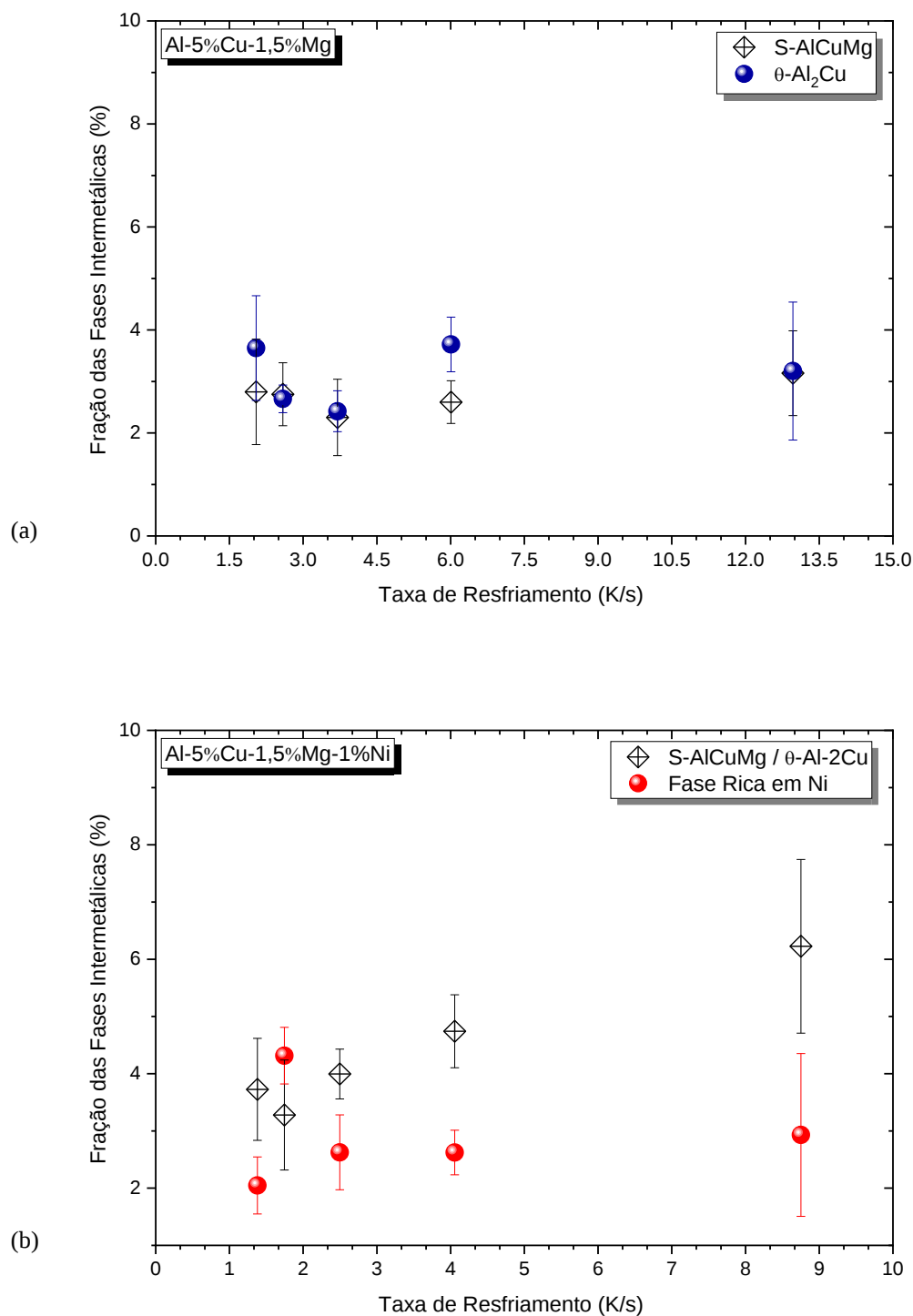
A microanálise de MEV/EDS é essencial para compreender a composição e distribuição dos elementos nas amostras (seções transversais) das ligas desenvolvidas. A combinação das técnicas de caracterização MEV/EDS e DRX permite confirmar a presença das fases previstas pelo caminho de solidificação (ver Figura 4.9). Conforme esperado, a matriz consiste principalmente de α -Al, com a presença das fases θ -Al₂Cu e S-Al₂CuMg no eutético para a liga ternária. O mesmo arranjo é observado à liga quaternária, com a adição da fase γ .

Destaca-se que, os pontos analisados representam uma ampliação pontual maior da região interdendrítica de estudo, como verificado em sequência: Ponto 4 (Figura 4.12a), Pontos 8 e 9 (Figura 4.12b) e Ponto 3 (Figura 4.12c); Ponto 4 (Figura 4.13a), Pontos 2 e 4 (Figura 4.13b) e Pontos 5 e 6 (Figura 4.13c) que caracterizam uma maior concentração de α -Al no campo escuro da micrografia. No caso dos Pontos 1 - 3 (Figura 4.12a), Pontos 1 - 7 (Figura 4.12b) e Pontos 1, 2 e 4 (Figura 4.12c) indicam a região de maior segregação de soluto, últimas fases para a formação dos braços dendríticos, que originam os intermetálicos de Al, Cu e Mg como o θ -Al₂Cu e S-Al₂CuMg representada pelas cores cinza e branco/cinza claro da imagem, sendo assim, via de regra os elementos químicos surge em todos os pontos.

Os destaques da liga com 1%Ni salientadas pelo Ponto 1 - 3 e ausência do componente no Ponto 4 (Figura 4.13a), Pontos 1 e 2 (Figura 4.13b), Pontos 1 e 5 (Figura 4.13c) são apresentadas com mais nitidez por campos mais claros e escuros de acinzentados que apontam a presença dos elementos da liga original (Al, Cu e Mg) e destacadas pela formas finas e regulares, eventualmente, do sólido supersaturado complexos de Ni (adicionado a liga comparativa), fração máxima de 19,91% em peso, em contrapartida uma das regiões analisadas é inexistente a presença do Ni intrínseco aos Pontos 3, 4 e 6 (Figura 4.13c).

A evolução da proporção das fases intermetálicas foi calculada a partir das frações volumétricas, com base na análise de imagens com o auxílio do software *Image J*, a partir de imagens de MEV. Em seguida essa informação foi correlacionada com a taxa de resfriamento. A Figura 4.14a indica que a fração das fases intermetálicas permaneceu “quase” constante para a liga ternária, em torno de 3% em volume. Para a liga quaternária, observou-se uma tendência de aumento na fração das fases intermetálicas em função do aumento da taxa de resfriamento, Figura 4.18b.

Figura 4.14 – Proporção das fases intermetálicas (IMC) em massa (%) das ligas em função da taxa de resfriamento para as ligas (a) Al-5Cu-1,5Mg e (b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.



Fonte: Elaborado pela autora.

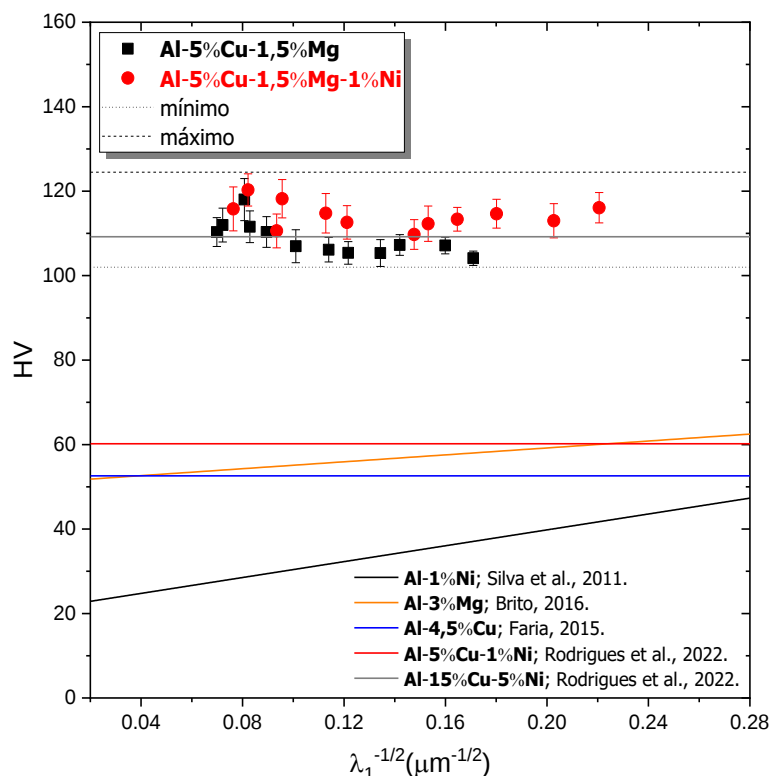
4.7. PROPRIEDADES MECÂNICAS: MICRODUREZA E TRAÇÃO

Para compreender a influência da adição de Ni às ligas Al-Cu-Mg, os lingotes foram submetidos a ensaios mecânicos. A subsequente correlação dos parâmetros microestruturais com as propriedades mecânicas baseou-se nos dados quantitativos de microdureza Vickers (HV), limite de resistência à tração (σ_u) e alongamento específico (δ) em função dos espaçamentos dendríticos (λ_1 , λ_2).

A Figura 4.15 apresenta a correlação entre a microdureza HV das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni em função do espaçamento dendrítico primário, λ_1 . A liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni apresentou um valor médio de microdureza HV superior ao da liga ternária. Esse maior valor de HV foi possivelmente devido ao eutético mais complexo, incluindo o eutético ternário (α -Al + S-Al₂CuMg + θ -Al₂Cu) e o peritético quaternário (α -Al + γ -Al₇Cu₄Ni + S-Al₂CuMg + θ -Al₂Cu). Comparando com outras ligas, observou-se que ambas as ligas analisadas apresentaram valores de HV superiores às ligas binárias Al-1%Ni (Silva *et al.*, 2011), Al-3%Mg (Brito *et al.*, 2016) e Al-4,5%Cu (Faria, 2015). Mesmo a liga ternária Al-5%Cu-1%Ni (Rodrigues *et al.*, 2022) apresentou valor de microdureza inferior. Os níveis de microdureza das ligas analisadas ficaram próximos aos da liga Al-15%Cu-5%Ni (Rodrigues *et al.*, 2022), uma liga com alto teor de soluto. De acordo com os resultados de MEV/EDS apresentados nas Figuras 4.12 a 4.13, há uma Cu e Mg, e Cu, Mg e Ni dissolvidos na matriz α -Al, dando origem a uma solução sólida metaestável. Esse comportamento foi observado para ligas ternárias Al-Si-Mg (Silva *et al.*, 2019), e é resultado dos níveis de taxa de resfriamento praticados neste tipo de solidificação.

Rodrigues *et al.* (2022) realizaram uma pesquisa completa com ligas Al-Cu-Ni com diversas composições, e verificaram que o refinamento dos espaçamentos dendríticos nas ligas Al-Cu-Ni normalmente aumentou os níveis de resistência mecânicas, com a liga Al-15Cu-1Ni apresentando uma variação positiva da dureza HV em função do espaçamento dendrítico redução de λ_1 . Ainda de acordo com esses autores, a supersaturação de Cu na matriz α -Al das ligas Al-5Cu-1Ni e Al-6Cu-5Ni induziu tensões na rede cristalina de alumínio, mantendo constante a dureza HV mesmo com aumento de λ_1 , contrariando o previsto pela relação de Hall-Petch. A supersaturação de soluto na fase α -Al das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni resultou em um valor de dureza constante, indicando uma consequência direta da composição química.

Figura 4.19 – Perfil da Microdureza Vickers para ligas Al-5Cu-1,5Mg-(1Ni) em função de λ_1 .

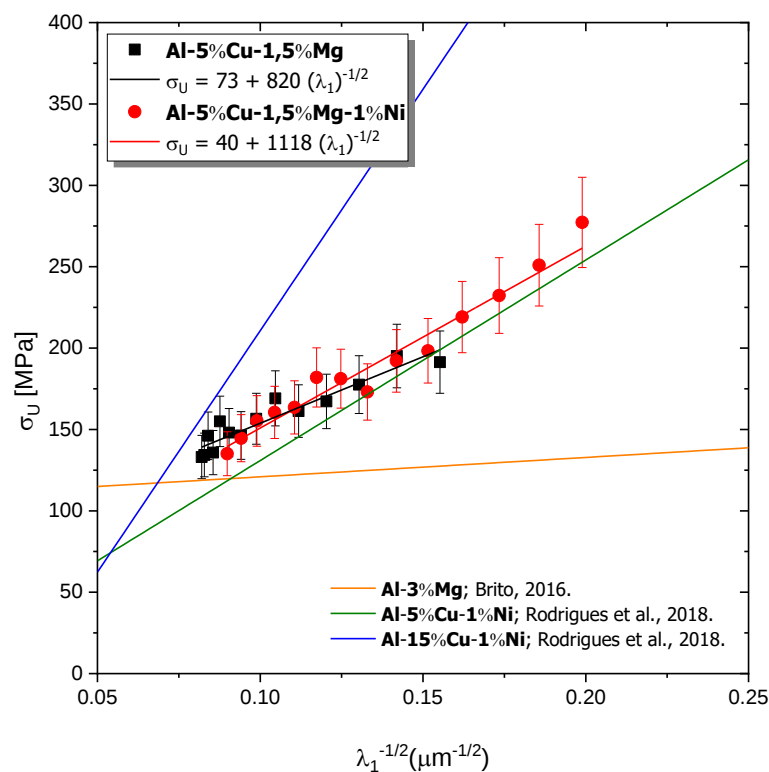


Fonte: Elaborado pela autora.

Na avaliação da resistência mecânica, os testes de tração mostraram que os valores de limite de resistência à tração (σ_u) apresentam um comportamento que segue a previsão da relação de Hall-Petch, ou seja, foram observados maiores valores de σ_u nas posições próximas à base refrigerada (menores valores de λ_1). O alongamento específico (δ) apresentou comportamento similar. Em ligas à base de Al-Cu, Al-Mg, Al-Cu-Ni esse efeito é explicado pelo refino microestrutural devido as altas taxas que resultam em maiores valores de dureza (Wang *et al.*, 2019; Brito, 2016; Rodrigues *et al.*, 2018). As Figuras 4.20 e 4.21 apresentam os perfis de variação de σ_u e δ em função de λ_1 .

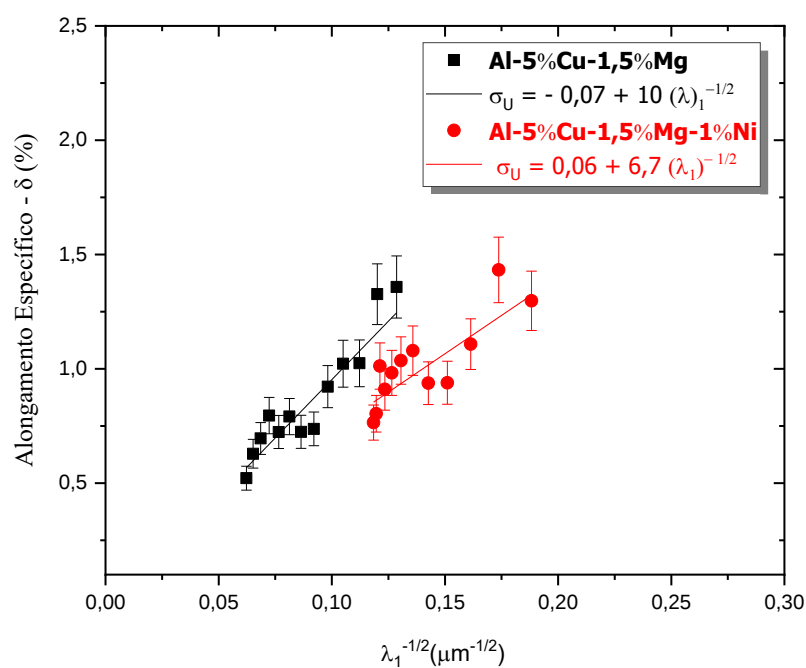
O arranjo microestrutural, matriz dendrítica (α -Al) mais fases intermetálicas (nos compostos eutéticos interdendríticos), mais os átomos de soluto em solução sólida na matriz α -Al, permitiram valores de σ_u que variaram entre 132 e 276 MPa. O maior valor de σ_u foi alcançado pela amostra com maior refino microestrutural da liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni, para $\dot{T}$ de 8,7 K/s e λ_1 de 25,3 μm . A análise de MEV/EDS da Figura 4.15 indicou que para este valor de $\dot{T}$ ter-se-á uma condição de saturação de soluto na matriz de α -Al de 5,6%Cu, 1,27%Mg e 1,23%Ni.

Figura 4.20 – Limite de resistência à tração (σ_U) para as ligas Al-5Cu-1,5Mg-(1Ni) em função de λ_1 .



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 4.21 – Alongamento específico δ (%) para as ligas Al-5Cu-1,5Mg-(1Ni) em função de λ_1 .



Fonte: Elaborado pela autora.

Comparando com ligas Al-3%Mg, Al-5%Cu-1%Ni e Al-15%Cu-1%Ni, observamos que as ligas ternária e quaternária avaliadas apresentaram um perfil de evolução de σ_u em consonância com as ligas Al-Cu-Ni, indicando que essas ligas multicomponentes podem oferecer bons níveis de resistência mecânica mesmo na condição como fundido. Çadirli (**Çadirli et al., 2013**) menciona que a presença do Cu formando fases IMCs em regiões de contornos dificulta a movimentação das discordâncias. Isso somado à variação da taxa de resfriamento promove de modo eficiente o aumento da resistência mecânica, comportamento observados nas ligas contendo Al-Cu-Ni que contém a fase γ -Al₇Cu₄Ni (**Rodrigues, 2017**).

O alongamento específico das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni ficaram abaixo do esperado, se comparados com as ligas do sistema Al-Cu-Ni (**Rodrigues, 2017**). Avaliando a Figura 4.21 observou-se que o valores de δ variaram entre 0,5 e 1,5 % para as duas ligas. Pode-se propor duas hipóteses para este comportamento:

1. Os níveis de taxa de resfriamento aplicados durante a solidificação dessas ligas conduziram à uma cinética de solidificação que reduziu a difusão atômica dos solutos (Cu, Mg e Ni) contribuindo para formação de uma solução sólida supersaturada desses elementos na matriz α -Al. Isso gerou um material com alta dureza e resistência mecânica em detrimento da ductilidade.
2. A formação da fase Al₃Ni/Al₃Ni₂ poderá melhorar este comportamento.

Canté (2008) ao avaliar o comportamento mecânico de ligas hipoeutéticas Al-Ni, alcançou valores semelhantes de σ_u para a liga Al-1%Ni. Entretanto, os valores de δ observados foram de ± 12 %. A diferença entre os sistemas, é que nas ligas Al-Ni há formação da fase Al₃Ni com morfologia fibrosa, compondo o eutético. Isso conduz a um bom nível de ductilidade nessas ligas. **Rodrigues (2017)**, avaliando ligas Al-Cu-Ni, mostrou níveis de δ entre 3 e 25 % para a liga Al-5%Cu-1%Ni. Entretanto, esse autor não observou os mesmos níveis de soluto em solução sólida com a matriz α -Al.

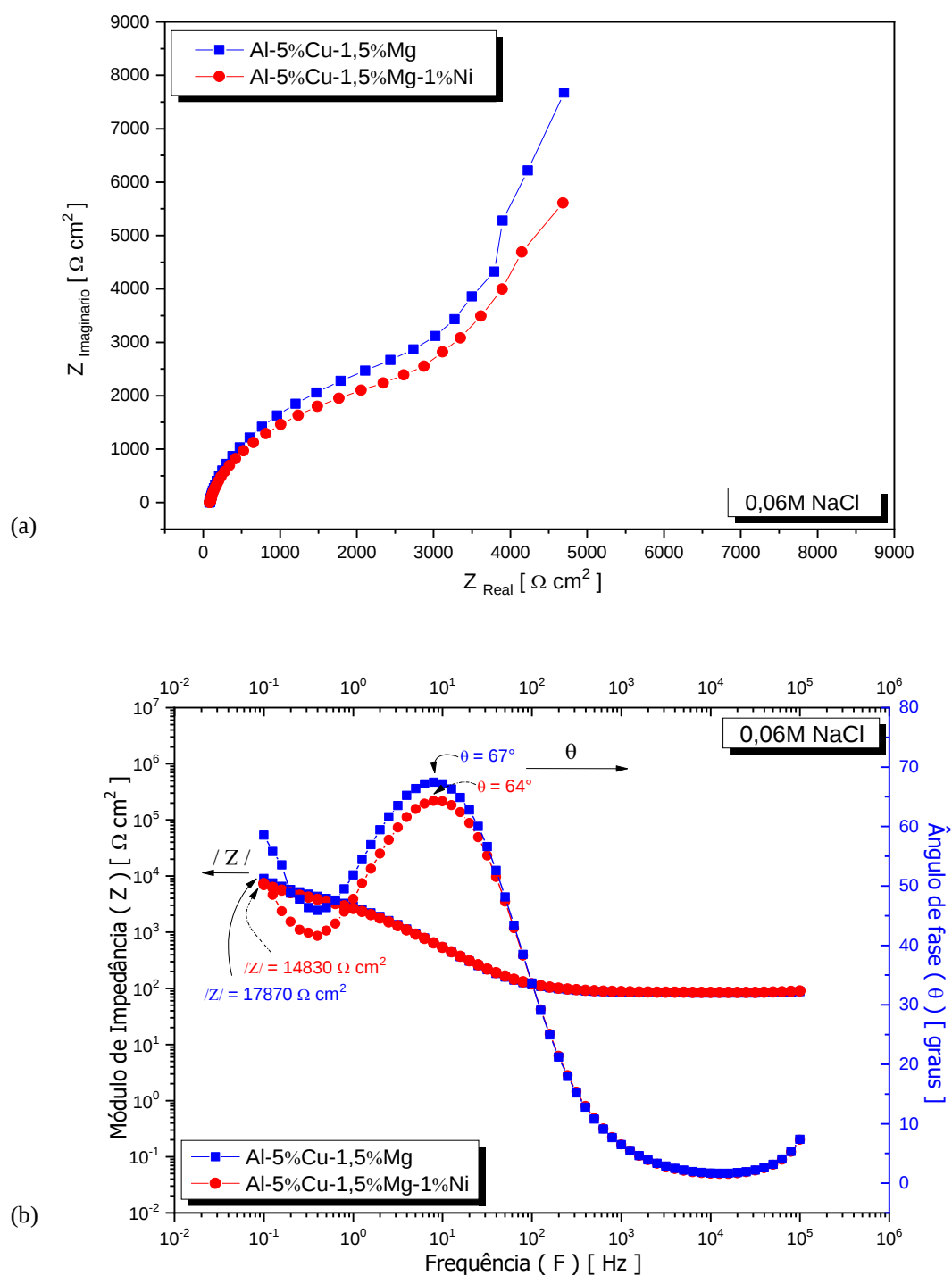
Logo, podemos inferir que seria possível modificar os valores de δ submetendo essas ligas a tratamentos térmicos visando o alívio das tensões provocadas à rede cristalina do alumínio ao reduzir o nível de soluto em solução sólida.

4.8. COMPORTAMENTO À CORROSÃO

Os ensaios de corrosão foram realizados nas amostras da posição 5 mm, ou seja, com maior refino de grão e maiores níveis de soluto em solução sólida com a matriz α -Al. As medidas comparativas de Impedância das estruturas brutas solidificadas em regime transiente, são apresentadas graficamente pela Figura 4.22 que aborda os parâmetros de Nyquist, módulo de impedância e ângulo de fase em função da frequência. Observou-se a resistência do eletrólito em altas frequências; em médias frequências indicando o máximo ângulo de fase de, aproximadamente, 64° para a liga Al-5Cu-1,5Mg e, ângulos de fase de 67° para a liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni, em ambas associadas à frequência de 10Hz. O ligeiro deslocamento em direção a um ângulo de fase menor e frequência mais elevada da liga com Ni, indica um efeito de maior deterioração "corrosão" do material. A inclinação de módulos de impedância menor que -1 sugere o afastamento de um capacitor ideal. Em baixas frequências é possível verificar características da superfície das amostras, bem como suas resistências.

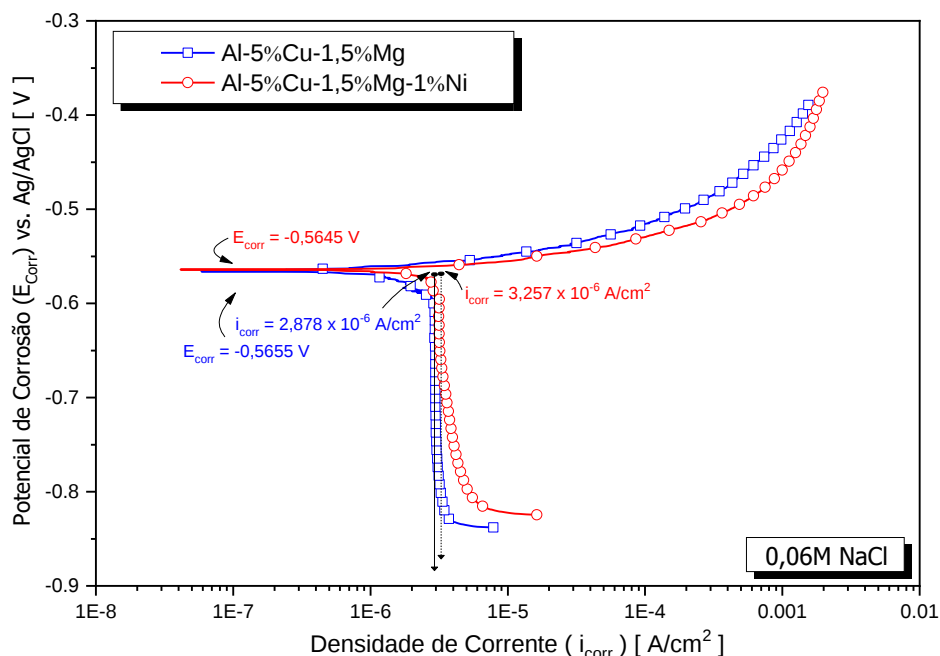
Nas duas ligas a reação do processo de corrosão ocorreu por controle difusivo. A liga quaternária apresentou maior $i_{\text{corr}} = 3,257 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$, correspondendo à condição mais ativa, ou seja, menos resistente ao processo corrosivo, ver Figura 4.23. A partir das imagens feitas em MEV (Figura 4.24) após a realização dos ensaios de corrosão, foi possível observar que nas duas amostras a corrosão ocorre por pites originados a partir do centro das dendritas. Para a imagem da liga quaternária, observou-se maior degradação da superfície da amostra em comparação com a liga ternária, com ocorrência de pites, aparentemente de maiores diâmetros, porém em menor número que na amostra ternária. Comportamento semelhante foi observado para a ligas Al-Cu-Ni (**Rodrigues et al., 2018**).

Figura 4.22 – Diagramas de impedância para ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni solução 0,06M NaCl em diferentes amostras:(a) Resultados experimentais (b) Bode e Bode fase



Fonte: Elaborado pela autora.

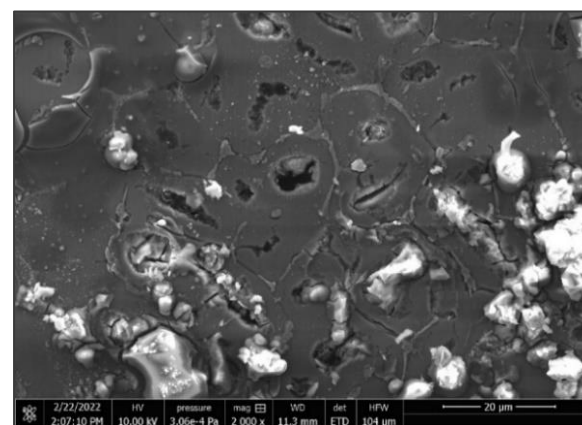
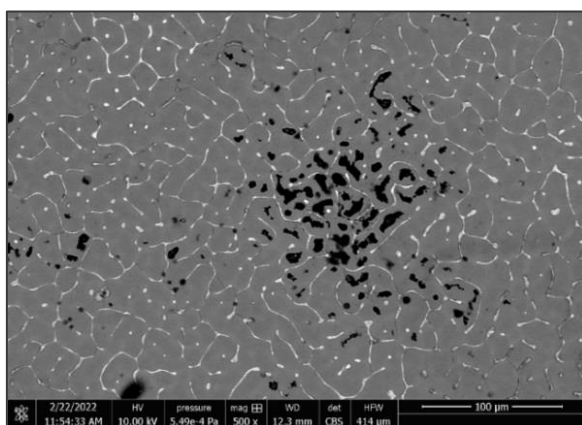
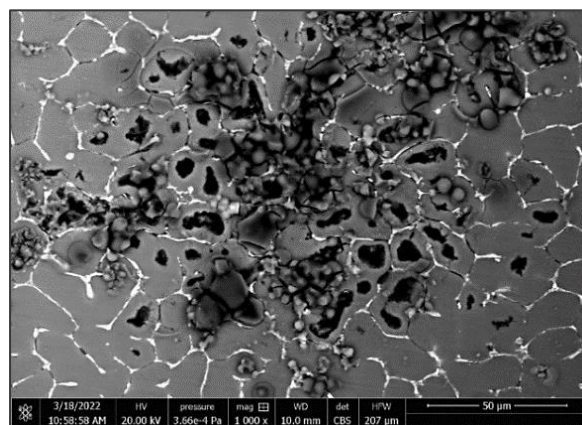
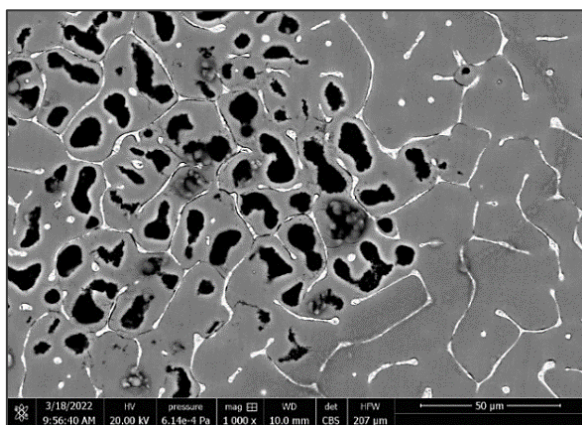
Figura 4.23 – Curvas de polarização potenciodinâmica exibindo densidades de corrente e potenciais de corrosão em uma solução 0,06M NaCl a T_{amb} (25°C).



Fonte: Elaborado pela autora.

A relação entre a área anódica e a área catódica determinou o comportamento da corrosão galvânica. Uma pequena área anódica em contato com uma grande área catódica pode resultar em corrosão acelerada do ânodo, enquanto uma grande área anódica em contato com uma pequena área catódica levou a uma corrosão mais lenta do ânodo. Portanto, controlar essa relação torna-se fundamental no design e na manutenção de sistemas metálicos para minimizar os efeitos da corrosão galvânica. O arranjo microestrutural matriz α -Al/eutético formou um par galvânico onde a relação entre áreas catódica/anódica dependeu da fração eutética e dos elementos em solução sólida na matriz. Quanto maior a diferença entre os elementos em solução sólida, menor foi a razão entre a área anódica e a área catódica, afetando os parâmetros potenciodinâmicos e impactando negativamente a resistência à corrosão. Embora o refinamento da matriz α -Al tenha influenciado a resistência à corrosão, a presença e distribuição de partículas intermetálicas, como $S\text{-Al}_2\text{CuMg}$, $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ e $\gamma\text{-Al}_7\text{Cu}_4\text{Ni}$, também desempenharam um papel crucial na determinação do comportamento de corrosão das ligas.

Figura 4.24 – Micrografias em MEV de amostras após ensaio de corrosão das ligas:
a) Al-5Cu-1,5Mg e b) Al-5Cu-1,5Mg-1Ni.



(a)

(b)

Fonte: Elaborado pela autora.

5. CONCLUSÃO

Com base nos resultados das investigações teóricas e experimentais conduzidas neste trabalho, bem como nas comparações realizadas com outros estudos do assunto presentes na literatura, é possível extrair as seguintes conclusões:

A liga ternária Al-5Cu-1,5Mg exibiu uma evolução microestrutural bem definida exibindo uma matriz essencialmente dendrítica da fase α -Al e compostos eutéticos nos contornos interdendríticos. Nas regiões próximas à base refrigerada, foram observadas microestruturas mais refinadas devido às maiores taxas de resfriamento. Na liga quaternária Al-5Cu-1,5Mg-1Ni, observou-se uma morfologia semelhante, com a presença das fases ricas em Ni, contribuindo para o refinamento dendrítico.

Os resultados de difração de raios-X e de microscopia eletrônica de varredura (MEV/EDS) revelaram a presença de compostos intermetálicos em ambas as ligas. Para a liga Al-5Cu-1,5Mg identificou-se as fases α -Al, θ -Al₂Cu e S-Al₂CuMg; e para a liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni identificou-se as mesmas fases mais a presença da fase γ -Al₇Cu₄Ni. Como destaque no Capítulo 4, a fase Al₃Ni/Al₃Ni₂ não foi identificada. A supressão desta fase pode estar relacionada com as taxas de resfriamento experimentadas, e com ocorrência de saturação do Ni em solução sólida na fase α -Al. Os mapas de distribuição de elementos indicaram a proporção individual desses elementos no lingote, destacando as regiões de ocorrência das fases intermetálicas contendo Cu, Mg e Ni.

A evolução dos espaçamentos dendríticos primários (λ_1) e secundários (λ_2) em função da taxa de resfriamento ($\dot{T}$) e velocidade de avanço/deslocamento da isoterma *liquidus* (V_L) foi descrita por leis experimentais de crescimento. Para λ_1 , as duas ligas seguiram uma função potência de -0,55 para $\dot{T}$ e -1,1 para V_L . Para λ_2 , a relação com $\dot{T}$ foi expressa com expoente -1/3 e com V_L com potência -2/3. A influência dos parâmetros térmicos sobre a microestrutura foi significativa na formação de compostos intermetálicos, com frações de fases intermetálicas entre 2% e 6%. As leis de crescimento propostas foram:

Al-5Cu-1,5Mg	$\lambda_1 = 173 \dot{T}^{-0,55}$
	$\lambda_1 = 48 V_L^{-1,1}$
	$\lambda_2 = 33 \dot{T}^{-1/3}$
	$\lambda_2 = 83 V_L^{-2/3}$
Al-5Cu-1,5Mg-1Ni	$\lambda_1 = 83 \dot{T}^{-0,55}$
	$\lambda_1 = 87 V_L^{-1,1}$
	$\lambda_2 = 21 \dot{T}^{-1/3}$
	$\lambda_2 = 83 V_L^{-2/3}$

Os resultados dos ensaios de microdureza e tração indicaram que a adição de Ni às ligas Al-5Cu-1,5Mg resultou em um aumento nos valores de microdureza Vickers (HV) e no limite de resistência à tração (σ_u), devido à presença de fases intermetálicas mais complexas e à supersaturação de soluto na matriz α -Al. A microdureza HV foi maior na liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni em comparação com a liga ternária, refletindo a formação de compostos eutéticos e peritéticos mais variados, incluindo γ -Al₇Cu₄Ni.

Os testes de tração mostraram que a resistência à tração seguiu a relação de Hall-Petch, com valores de σ_u mais elevados próximos à base refrigerada, onde os espaçamentos dendríticos (λ_1) eram menores. O alongamento específico (δ) também apresentou variações em função de λ_1 , mas com valores gerais mais baixos em comparação com ligas Al-Cu-Ni similares. A análise de MEV/EDS indicou que a saturação de soluto na matriz α -Al foi um fator crucial para a alta dureza e resistência mecânica, enquanto a ductilidade foi reduzida devido à cinética de solidificação que limitou a difusão atômica dos solutos. Para melhorar a ductilidade, propõe-se que tratamentos térmicos possam ser aplicados para aliviar tensões na rede cristalina do alumínio, reduzindo o nível de soluto em solução sólida.

Os ensaios de corrosão realizados nas amostras das ligas Al-5Cu-1,5Mg e Al-5Cu-1,5Mg-1Ni revelaram que a adição de Ni influenciou negativamente a resistência à corrosão. A análise dos diagramas de impedância indicou uma maior deterioração na liga quaternária, evidenciada pelo deslocamento para ângulos de fase menores e frequências mais elevadas. A resistência à corrosão das ligas foi controlada por processos difusivos, com a liga Al-5Cu-1,5Mg-1Ni apresentando uma densidade de corrente de corrosão (i_{corr}) superior, indicando uma condição mais ativa e menos resistente ao ataque corrosivo.

As micrografias obtidas por MEV após os ensaios mostraram que ambas as ligas sofreram corrosão por pites, iniciando-se no centro das dendritas, com a liga quaternária exibindo pites de maior diâmetro, embora em menor número. Este comportamento foi atribuído à formação de pares galvânicos entre a matriz α -Al e as partículas intermetálicas presentes, onde a distribuição e a fração das fases S-Al₂CuMg, θ -Al₂Cu e γ -Al₇Cu₄Ni desempenharam um papel crucial no comportamento corrosivo observado.

A relação entre as áreas anódicas e catódicas, afetada pela composição e microestrutura das ligas, foi determinante para a resistência à corrosão.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Realizar tratamentos térmicos para avaliar a formação das fases secundárias, com destaque à fase Al_3Ni / Al_3Ni_2 .
2. Execução de ensaios de dureza e tração nas amostras termicamente tratadas para análise dos efeitos sobre a resistência mecânica e à corrosão.

REFERÊNCIAS

AKOPYAN, T. K. *et al.* Effect of radial–shear rolling on the formation of structure and mechanical properties of Al–Ni and Al–Ca aluminum–matrix composite alloys of eutectic type. **Physics of Metals and Metallography**, 2018, v. 119, n. 3, p. 241-250.

ARAÚJO, E. C. C. **Solidificação direcional horizontal de uma liga Al-Cu-Si: Interrelação entre Parâmetros Térmicos, Microestrutura e Microdureza.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Pará (UFPA), Belém, 2015.

BARROS, A. *et al.* Horizontally solidified Al-3 wt%Cu-(0.5 wt%Mg) alloys: tailoring thermal parameters, microstructure, microhardness, and corrosion behavior. **Acta Metall. Sin. English Lett.** 2019, 32, 695–709.

BAYRAM, U. Directional solidification of Al–Si–Ti irregular ternary eutectic alloy and thermophysical properties. **Metallurgical and Materials Transactions B**, 2022, v. 53. 10.1007/s11663-022-02648-6.

BELOV, N. A.; ZOLOTOREVSKY, V. S. Prospects for new aluminum alloys based on multiphase eutectics. **J. Adv. Material**, 2001, v. 5, p. 1-8.

BELOV, N.A. *et al.* **Multicomponent phase diagrams: applications for commercial aluminum alloys.** Elsevier Science, 2005, p. 413.

BELOV, N.A. *et al.* Constituent phase diagrams of the Al-Cu-Fe-Mg-Ni-Si system and their applications to the analysis of aluminium piston alloys. **Acta Mater.** 2005, 53, 4709-4722.

BERTELLI, F. *et al.* Cooling thermal parameters, microstructure, segregation and hardness in directionally solidified Al-Sn-(Si; Cu) alloys. **Materials and Design**, 2015, v.72, p.31-42.

BERGMAN, Theodore L. *et al.* **Introduction to heat transfer.** John Wiley & Sons, 2011.
BOETTINGER, W. J. *et al.* Solidification microstructures: recent developments, future directions. **Acta Materialia**, 2000, 48, p 43.

BOUCHARD, D., KIRKALDY, J.S. Prediction of dendrite arm spacings in unsteady and steady state heat flow of unidirectionally solidified binary alloys. **Metallurgical and Materials Transactions B**. 1997, v. 28B, p. 651-665.

BRAY, J. W. **Aluminum mill and engineered wrought products.** In Handbook, Metals. "vol. 2." Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 1992, v. 713. p. 124-148.

BRITO, C. C. **Parâmetros térmicos e microestruturais na solidificação transitória de ligas Al-Mg e Al-Mg-Si e correlação com resistências mecânica e à corrosão.** Tese de Doutorado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2016.

BRITO, C. C. *et al.* Cellular/dendritic arrays and intermetallic phases affecting corrosion and mechanical resistances of an Al–Mg–Si alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 2016, 673, 220-230.

CAMPBELL, F. C. **Manufacturing technology for aerospace structural materials**. Elsevier Ltd. Library of Congress Control Number: 2006927672, 2006.

CAMPBELL, F. C. **Fundamentals of solidification**, ASM International, 2012.

CANTÉ, M. V. **Solidificação Transitória, Microestrutura e Propriedades de Ligas Al-Ni**. Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia Mecânica. Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2008.

CANTÉ, M.V. *et al.* The correlation between dendritic microstructure and mechanical properties of directionally solidified hypoeutectic Al-Ni alloys. **Metals and Materials International**, 2010, v. 16, n. 1, p. 39-49.

CANTÉ, M.V. *et al.* Interrelation of cell spacing, intermetallics compounds and hardness of a directionally solidified Al-1.0Fe-1.0Ni alloy. **Materials e Design**. 2013, v. 51, p. 342-346.

ÇADIRLI, E., Effect of solidification parameters on mechanical properties of directionally solidified Al-rich Al-Cu alloys. **Metals and Materials International**. 2013, v. 19, n. 3, p. 411-422.

CHALMERS, B. Principles of solidification. In: **Applied solid state physics**. Boston, MA: Springer US, 1964. p. 161-170.

CHEN C.L. *et al.* **Investigation of mechanical properties of intermetallic phases in multi-component Al-Si Alloys Using Hot-stage Nanoindentation**. Intermetallics, 2010.

CHEN, R.; ZHOU, X. **Recent advances in 2D graphene reinforced metal matrix composites**. Nanotechnology, 2021 Nov 15;33(6). PMID: 34619669. Disponível em: DOI: 10.1088/1361-6528/ac2dc7. Acesso em: 12 mar. 2023.

CLINE, H. E. **The mechanical properties of the CoAl-Co eutectic**. AIME MET SOC TRANS, DEC. 1967, 239, 1906-1916.

COSTA, T. A. *et al.* Growth direction and Si alloying affecting directionally solidified structures of Al-Cu-Si alloys. **Materials Science and Technology**, 2015, v. 31, p. 1103-1112.

CRUZ, K.S. *et al.* Dendritic arm spacing affecting mechanical properties and wear behavior of Al-Sn and Al-Si alloys directionally solidified under unsteady-state conditions. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 2010, v. 41, p. 972-984.

CRUZ, C. B. **Caracterização de ligas Bi-Ni e Bi-Ni-Sn para aplicação como materiais de interface térmica**. Dissertação de Mestrado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2020.

DARWISH, M. S. **MECH636: modeling solidification processes syllabus**. Topic 4. AUB: American University Beirut, 2007. Disponível em: <https://www.aub.edu.lb/msfea/research/Documents/CFD-Nucleation.pdf/>. Acesso em: 20 set. 2023.

DAVIS J. R. **Corrosion of aluminium and aluminium alloys** [M]. Ohio, USA: ASM International, 2001.

DAVIS, J. R. **Aluminum and aluminum alloys**. Alloying: Understanding the Basics J.R. Davis, 2001, p. 351-416. Disponível em: [10.1361/autb2001p351](https://doi.org/10.1361/autb2001p351). Acesso em: 11 abr. 2022.

DIAS, M. *et al.* Interconnection of thermal parameters, microstructure and mechanical properties in directionally solidified Sn–Sb lead-free solder alloys. **Materials Characterization**, 2015, v. 106, p. 52-61.

DIAS FILHO, J. M. *et al.* **Influência das variáveis térmicas sobre os espaçamentos dendríticos terciários durante a solidificação direcional horizontal da liga Al-6%Cu**. Matéria (Rio Janeiro), mar. 2015, v. 20, n. 1, p. 47-63.

DENG, P *et al.* Mechanical properties and corrosion behaviors of (Sc, Zr) modified Al-Cu-Mg alloy. **Materials Characterization**, 2023, v. 196. 112619, ISSN 1044-5803. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112619>. Acesso em: 04 ago. 2023.

DURSUN, T. & SOUTIS, C. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. **Materials & Design** (1980-2015), 2014, v. 56, p. 862-871.

ELGALLAD, E. F. Development of new Al-Cu based alloys aimed at improving the machinability of automotive castings. **Int. J. Met./Spring**, c. 29, 2009.

ENGİN, S. *et al.* The effects of microstructure and growth rate on microhardness, tensile strength, and electrical resistivity for directionally solidified Al-Ni-Fe alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, 2016, v. 660, p. 23-31.

EZEMENAKA, D. *et al.* Microstructural evolution in directionally solidified Al-Cu-Mg ternary eutectic, **Journal of Alloys and Compounds**, 2021, v. 883. 160818. ISSN 0925-8388. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.160818>. Acesso em: 16 dez. 2022.

FARIA, J. D. **Correlações entre variáveis térmicas, microestrutura e propriedades mecânicas das ligas Al-4%Cu e Al-4%Cu-4%Ag solidificadas em regime transitório**. Dissertação de Mestrado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2015.

FRANÇA, R. P. *et al.* **Correlação entre estruturas de solidificação e tratamentos térmicos em ligas de Al-Cu**. Seminário Interno de Avaliação da Iniciação Científica – PUCRS, 2011.

FLEMINGS, M. C. **Solidification processing**. MacGraw-Hill, USA, 1974.

FURTADO, A. F. **Modelamento do processo de solidificação e formação de microestrutura pelo método do campo de fase**. Tese de Doutorado. Universidade Federal Fluminenses (EEIMVR – UFF), Volta Redonda, 2005.

GAO X. *et al.* **Effects of Si additions on the precipitation hardening response in Al-Cu-Mg(-Ag) Alloys**. Muddle Mater. Sci. Forum, 1996, 217–222, p. 1251.

GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações**, Editora da UNICAMP, 2ª ed., 2007.

GLAZOFF, M. *et al.* **Casting aluminum alloys**. Elsevier, Amsterdam, 2007.

GLAZOFF, M. V. *et al.* **Casting aluminum alloys: their physical and mechanical metallurgy**. 2nd ed.; Elsevier: Oxford, UK, 2018, p. 56–58, 85–87.

GOULART, P. R. **Variáveis térmicas de solidificação, microestrutura e propriedades mecânicas de ligas hipoeutéticas Al-Si**. Dissertação Mestrado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2005.

GOULART, P.R. *et al.* The effects of cell spacing and distribution of intermetallic fibers on the mechanical properties of hypoeutectic Al-Fe alloys. **Materials Chemistry and Physics**, 2010, v. 119, p. 272-278.

GOUVEIA, G. L. **Análise da microestrutura, parâmetros térmicos e de propriedades mecânicas na solidificação de ligas com alto teor de cobre Al-(x)%Cu-7%Si**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos, 2019.

GULLIVER, G.H. J. **Inst. Met.**, 1913, v. 9, p. 120-157.

GÜNDÜZ, M.; ÇADIRLI, E. Directional solidification of aluminium-copper alloys, **Materials Science and Engineering: A**, 2002, v. 327, Issue 2, p. 167-185, ISSN 0921-5093. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01649-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01649-5). Acesso em: 01 jun. 2022.

GUNNINK, J.W. *et al.* **Glare technology development 1997–2000**. Applied Composite Materials, 2002, 9(4), p. 201-219.

HE, C. *et al.* **Relationship between cooling rate, microstructure evolution, and performance improvement of an Al-Cu alloy prepared using different methods**. Mater. Res. Express, 2020, n. 7, p. 116501.

HERTZBERG, R. W. **Lemkey and JA ford**: Trans. Met. Soc. AIME, 1965, v. 233, p. 334

HÖTZER, J. *et al.* Influence of growth velocity variations on the pattern formation during the directional solidification of ternary eutectic Al-Ag-Cu. **Acta Materialia**, 2017, v.136, p.335-346.

HUNT, J. D. **Solidification and casting of metals**. The Metals Society, London, 2001.

HUNT, J.D.; LU, S.Z. **Numerical modeling of cellular array growth**: spacing and structure predictions, Metallurgical and Materials Transactions A. 1996, v. 27A, p. 611-623.

KAIRY, S. K *et al.* Simultaneous improvement in corrosion resistance and hardness of a model 2xxx series Al-Cu alloy with the microstructural variation caused by Sc and Zr additions. **Corrosion Science**, 2019, v. 158. 108095, ISSN 0010-938X. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108095>. Acesso em: 30 fev. 2023.

KAYA, H., *et al.* Variation of microindentation hardness with solidification and microstructure parameters in the Al based alloys. **Applied Surface Science**. 2008, v. 255, p. 3071-3078.

KAYGISIZ, Y.; MARASLI, N. Directional solidification of Al–Cu–Si–Mg quaternary eutectic alloy, **Journal of Alloys and Compounds**, 2017, v. 721, p. 764-771. ISSN 0925-8388.

KAKITANI, R. *et al.* Transient directional solidification of a eutectic Al-Si-Ni alloy: macrostructure, microstructure, dendritic growth and hardness. **Materialia**, 2019, v. 7, p. 100358.

KARAKULAK M. *et al.* Effect of heat treatment conditions on microstructure and wear behaviour of Al₄Cu₂Ni₂Mg alloy. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 2013, v. 23, Issue 7, p. 1898-1904. ISSN 1003-6326. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(13\)62675-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(13)62675-8). Acesso em: 05 maio. 2023.

KARAKÖSE, E.; KESKIN, M. Morphological characteristic of the conventional and melt-spun Al-10Ni-5.6Cu (in wt.%) alloy. **Materials Characterization**, 2009, v. 60, p. 1569-1577.

KARAKÖSE, E.; KESKIN, M. Structural investigations of mechanical properties of Al based rapidly solidified alloys. **Materials & Design**, 2011, v. 32, n. 10, p. 4970-4979, ISSN 0261-3069, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.05.042>.

KREITH, F.; BOHN, M.S. **Principles of heat transfer**. 6th Edition, Brooks/Cole, 2000.

KURZ, W.; FISHER, J. D. **Fundamentals of solidification**. Switzerland: Trans Tech Publications Ltd., 1981 / 1984 / 1986 / 1989 /1992, p. 85-90.

LI, Y. *et al.* Quantitative comparison of three ni-containing phases to the elevated-temperature properties of Al–Si piston alloys. **Materials Science and Engineering: A**, 2010.

LI, K. *et al.* **Microstructure and mechanical behavior of quaternary eutectic $\alpha + \theta + Q + \text{Si}$ clusters in As-Cast Al-Mg-Si-Cu alloys**. Materials (Basel). Sep. 2023. 6;16(18):6091. DOI: 10.3390/ma16186091. PMID: 37763370; PMCID: PMC10532811.

LIANG S. S. *et al.* Enhanced thermal-stability of AlCuMg alloy by multiple microalloying segregation of Mg/Si solute, **Materials Science and Engineering: A**, 2022, v. 831. 142235, ISSN 0921-5093. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142235>. Acesso em: 11 out. 2023.

LIMA, J. *et al.* Microstructural evolution during unsteady-state horizontal solidification of Al-Si-Mg (356) alloy. **Trans. Nonferrous Met. Soc. China**. 2018, n. 28, p. 1073-1083.

LU, S-S. *et al.* **Development and applications of aluminum alloys for aerospace industry**. **journal of materials research and technology**, 2023, v. 27, p. 944-983. ISSN 2238-7854. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.09.274>. Acesso em: 02 fev. 2024.

MALEK, B. *et al.* Fatigue behavior of 2618-T851 aluminum alloy under uniaxial and multiaxial loadings. **International Journal of Fatigue**. 2020, v. 131. 105322, ISSN 0142-1123, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.105322>.

MARINO, M.; SABATINI, R. **Advanced lightweight aircraft design configurations for green operations**. In: Proceedings of the Practical Responses to Climate Change (PRCC 2014), 2014, p. 1–9. Disponível em: <https://doi.org/10.13140/2.1.4231.8405>. Acesso em: 09 mar. 2023.

MAURICE, L.; LEE, D. **Assessing current scientific knowledge, uncertainties and gaps in quantifying climate change, noise and air quality aviation impacts, final report of the international civil aviation organization (ICAO) committee on aviation and environmental protection (CAEP) workshop**. Washington DC and Manchester: US Federal Aviation Administration and Manchester Metropolitan University, 2009.

MOLLARD, F. R.; FLEMINGS, M. C. **Growth of composites from the melt**. PT. 2. AIME MET SOC TRANS, 1967, v. 239, n. 10.

MOUTINHO, D. J. C. **Análise da evolução microestrutural e da formação de macrosegregação e microporosidade na solidificação unidirecional transitória de ligas ternárias Al-Cu-Si**. Tese de Doutorado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2012.

MOURITZ, A. P. **Introduction to aerospace materials** - May 23, 2012. Paperback ISBN: 9781855739468.

MÜLLER, A. **Solidificação e análise térmica dos metais**. Porto Alegre: Editora da Universidade/UFRGS, 2002.

MURR, Lawrence E. **Handbook of materials structures, properties, processing, and performance**. Switzerland: Springer International Publishing, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-3-319-01815-7_24. Acesso em: 21 jul. 2022.

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, 2017, v. 22, n. 1, e11774.

NGAN, **Modern physical metallurgy** (Eighth Edition) In: SMALLMAN. R. E.; NGAN, A. H. W. **Chapter 3 – solidification**. Editor (s): R.E. Smallman, A.H.W., Butterworth-Heinemann, 2014, p. 93-119b. ISBN 9780080982045. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098204-5.00003-1>. Acesso em: 05 ago. 2022.

OHNO, A. **Solidificação dos metais**, Livraria Ciência e Tecnologia. Editora Ltda, São Paulo, 1988.

OLIVEIRA, R. *et al.* **Effect of squeeze casting on microhardness and microstructure of Al-3Cu-xSi alloy**. Materials Research, 2019, v. 22, p. 2-9.

OSÓRIO, W.R. *et al.* **Effect of silicon content on microstructure and electrochemical behavior of hypoeutectic Al–Si alloys**. Materials Letters. 2008, v. 62, n. 3, p. 365-369.

OSÓRIO, W.R. *et al.* The Correlation between Electrochemical Corrosion Resistance and Mechanical Strength of as-cast Al-Cu and Al-Si Alloys. **International Journal of Electrochemical Science**. 2011, v. 6, p. 6275-6289.

PADILHA, A. F., SICILIANO F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

PAIXÃO, J. L. **Efeito de microadições de Zn na microestrutura, citotoxicidade e propriedades mecânicas de ligas eutéticas Sn-Cu e Sn-Ni**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), Natal, 2023.

PARK, E. S. Calculation and applications phase equilibria. principles solidification. 5.11.2017. **Spring**. Office: 33-313. Disponível em: https://ocw.snu.ac.kr/sites/default/files/NOTE/9_Solidification_051017.pdf/. Acesso em: 15 out. 2023.

POUGET, G; SIGLI, C. **Thermal stability of Al-Cu-Mg alloys**. Materials Science Forum. Trans Tech Publications, Ltd., June, 2014.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. **Phase transformations in metals and alloys**. 2º ed., revised; Publisher, CRC Press, 1992; ISBN, 0748757414, 9780748757411.

PRASAD, N. E.; WANHILL, R. J. (Eds.) **Aerospace materials and material technologies**; Springer: Singapore, 2017.

QI, Z. *et al.* **Microstructure and mechanical properties of double-wire + arc additively manufactured Al-Cu-Mg alloys**. J. Mater. Process. Technol. 2018, n. 255, p. 347–353.

RAPPAZ, M.; BOETTINGER W. J. On dendritic solidification of multicomponent alloys with unequal liquid diffusion coefficients. **Acta Materialia**, 1999, v. 47, ISSUE 11, p. 3205-3219. ISSN 1359-6454. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00188-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00188-3). Acesso em: 04 abr. 2023.

REYES, R. V. *et al.* **Relationships between some microstructural features and tensile mechanical properties of a directionally solidified hypereutectic Al-15Si-1.5Mg alloy**. In: Conference of Metallurgists. COM 2 - Vancouver. Conference of Metallurgists, 2017. Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum.

ROCHA, O. F. L. da. **Análise teórico-experimental da transição celular/dendrítica e da evolução da morfologia dendrítica na solidificação unidirecional em condições de fluxo de calor transitório**. Tese de Doutorado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, p. 167, 2003.

ROCHA, O. L. *et al.* **Correlation between thermal parameters, primary dendrite arm spacing and microhardness on a directionally solidified ternary Al-6wt%Cu-8wt%Si alloy**. Defect and Diffusion Forum, 2015, v. 365, p. 136-141.

RODRIGUES, A. V. **Correlações entre microestruturas de solidificação e resistências mecânica e à corrosão de ligas Al-Cu-Ni**. Tese de Doutorado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2017.

RODRIGUES, A. V. *et al.* Two-phase dendrite and bimodal structure in an Al-Cu-Ni alloy: their roles in hardness. **Journal of Materials Engineering and Performance**, 2022 v. 31, n. 5, p. 3704-3715.

ROSA, D. M. **Estruturas celulares, transição celular/dendrítica e estruturas dendríticas na solidificação unidirecional transitória**. Tese de Doutorado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2007.

RUQAYA, A. A. *et al.* **effect of precipitation hardening on mechanical properties of dissimilar friction stir welded AA2024 - T3 to AA7075 - T73 aluminum alloys**, 2015. Disponível em: DOI:10.13140/RG.2.1.1840.6486. Acesso em: 08 jun. 2023.

SANTOS, G. A. *et al.* Effects of directional solidification on hardness and microstructure in Al-3wt.%Cu-1wt.%Li alloy. IOP Conference Series: **Materials Science and Engineering**, 2022, v. 1222, p. 1-5.

SCHEIL, E. Z. **Metallk.**, 1942, v. 34, p. 70-72.

SEPTIMIO, R. S. **Estudo das ligas dos sistemas Bi-Zn e Zn-Al-Bi para aplicações tecnológicas**. Tese de Doutorado. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2017.

SHAH, A.W. *et al.* **Investigating the influence of Mg content variations on microstructures, heat-treatment, and mechanical properties of Al-Cu-Mg alloys**. **Materials**, 2023, n. 16, p. 4384. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma16124384>. Acesso em: 07 out. 2023.

SILVA, B. L. *et al.* Correlation between dendrite arm spacing and microhardness during unsteady-state directional solidification of Al-Ni Alloys. **Philosophical magazine letters**, 2011, v. 91, n. 5, p. 337-343.

SILVA, B. L. **Correlações entre parâmetros microestruturais, parâmetros térmicos e resistência mecânica de ligas Sn-Bi e Sn-Bi-(Cu, Ag)**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos - SP, 2016.

SILVA, C. da. *et al.* **Dendritic spacing and macrosegregation affecting microhardness of an Al-Si-Mg alloy solidified under unsteady state conditions**. **Materials Research**, 2019, v. 22, n. suppl. 1, p. e20190390.

SIQUEIRA, C.A. *et al.* Solidification thermal parameters affecting the columnar-to-equiaxed transition. **Metall Mater Trans A** 33, 2107-2118 (2002). <https://doi.org/10.1007/s11661-002-0042-4>.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. Porto Alegre: AMGH. 5ª ed, 2012.

STARKE, E. A.; STALEY, J. T. **Application of modern aluminum alloys to aircraft, progress in aerospace sciences**. 1996, v. 32, ISSUES 2-3, p. 131-172. ISSN 0376-0421. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0376-0421\(95\)00004-6](https://doi.org/10.1016/0376-0421(95)00004-6). Acesso em: 05 ago. 2022.

STOJANOVIC, B. *et al.* Application of aluminum and aluminum alloys in engineering. Applied Engineering Letters: **Journal of Engineering and Applied Sciences**, 2018, v. 3, n. 2, p. 52-62.

TANG H-P. *et al.* Effect of cooling rate on microstructure and mechanical properties of an Al-5.0Mg-3.0Zn-1.0Cu cast alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 2019, v. 801, p. 596-608. ISSN 0925-8388. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.002>. Acesso em: 18 mar. 2023.

TAO, J. **Surface composition and corrosion behavior of an Al-Cu alloy**. Chemical Physics [physics.chem-ph]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2016. English. ffNNT: 2016PA066159ff. fftel-01412882.

TIRYAKIOGLU, M. **A simple model to estimate solidification time-dendrite arm spacing relationships in cast aluminum alloys with two major alloying additions: application to the Al-Si-Cu system metall.** Mater. 2009, Trans. A., n. 50, p. 3030-3032.

TOSCHI, S. *et al.* **Effect of Zr addition on overaging and tensile behavior of 2618 aluminum alloy.** Metals, 2019, n. 9, p. 130.

TRIVEDI, R. **Interdendritic spacing: part ii. a comparison of theory and experiment metall.** 1984, Trans., 15A, p. 977.

VARGEL, C. *et al.* **Corrosion of aluminum.** Consulting Engineer, Member of the Commission of Experts within the International Chamber of Commerce Paris/France Elsevier, 2004. Disponível em: <http://www.corrosion-aluminium.com>. Acesso em: 15 maio. 2022.

VIANA, T. G. *et al.* **Caracterização do fechamento de trinca de fadiga numa liga Al 7475 pré-deformada e com shot peening.** Revista Matéria, 2005, v. 10, n. 3, p. 454-462.

VIDA, T. A. **Solidificação unidirecional de ligas Zn-Mg: evolução microestrutural, propriedades mecânicas e resistência à corrosão.** Tese de Doutorado. Faculdade de Engenharia Mecânica. Universidade de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2017.

VISIONI, R. M.; CANALLE, J. B. G. **Como Santos Dumont inventou o avião.** Rev. Bras. Ensino Física. [online], 2009, v. 31, n. 3, p. 3605.1-3605.6.

WANG, L. *et al.* **Aluminium die casting alloys: alloy composition, microstructure, and properties-performance relationships.** International Materials Reviews 40, n. 6, 1995.

WANG, L. *et al.* **Effects of melt cooling rate on the microstructure and mechanical properties of Al-Cu alloy.** Mater Res Express 6:116507, 2019. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.1088/2053-1591/ab44eb>. Acesso em: 01. set. 2022.

WANG, J. *et al.* Combined effect of ag and mg additions on localized corrosion behavior of Al-Cu alloys with high Cu content. **J. of Materials Engineering and Performers**, 2020, n. 29, 6108–6117. Disponível em: <https://doi-org.ez87.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s11665-020-05072-6>. Acesso em: 23 abr. 2022.

WANG, Y. *et al.* Laser powder bed fusion of Zr-modified Al-Cu-Mg alloy: processability and elevated-temperature mechanical properties. **Journal of Materials Science & Technology**, 2023, v. 136, p. 223-235. ISSN 1005-0302. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.07.027>. Acesso em: 02 out. 2023.

WIERSZBINISKA, M.; SIENIAWSKI, J. Microstructural changes to AlCu₆Ni₁ alloy after prolonged annealing at elevated temperature. **Journal of Microscopy**, 2010, n. 237, p. 516-520.

WOLYNEC, S. **Técnicas eletroquímicas em corrosão**. São Paulo: EDUSP, 2003.

XAVIER, M.G.C. *et al.* Directional solidification of a Sn-0.2 Ni solder alloy in water-cooled copper and steel molds: related effects on the matrix micromorphology, nature of intermetallics and tensile properties. **Journal of Alloys and Compounds**, 2017, v. 723, p. 1039-1052.

YANG, Z.; *et al.* Towards high mechanical performance Al-Cu-Mg-Fe-Ni alloy: influence of composition, solution treatment and aged process on microstructural evolution and mechanical properties. **Journal of Materials Research and Technology**, 2023, v. 23, p. 2054-2064. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.01.166>. Acesso em: 05 nov. 2023.

ZHANG, Y. *et al.* **Solid-solution phase formation rules for multi-component alloys**. Adv. Eng. Mater. 2008, n. 10, 534–538.

ZHANG, L. N. *et al.* **Effect of scandium and silicon on microstructural evolution of Al-Mg-Cu alloys**. J. Chin. Soc. Rare Earths, 2008, n. 26, p. 661-665.

ZHANG, X.F.; ZHAO, J.Z. Dendritic microstructure formation in a directionally solidified Al-11.6Cu-0.85Mg alloy. **Journal of Crystal Growth**, 2014, v. 391, p. 52-58.

ZHANG, M. *et al.* **Assessment method of fuel consumption and emissions of aircraft during taxiing on airport surface under given meteorological conditions**. Sustainability 11(21):6110, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/su11216110>. Acesso em: 17 jul. 2022

ZHAO, G. W. *et al.* Influence of the composition on the solidification path, microstructure evolution and mechanical properties of Al-Cu-Mg alloys. **J. of Materi Eng and Performer** 28, 6980–6992, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11665-019-04409-0>. Acesso em: 04 jan. 2023.

ZHU, M. F. *et al.* Computational modeling of microstructure evolution in solidification of aluminum alloys. **Metal Mater Trans B** 38, 517–524, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11663-007-9052-3>. Acesso em: 21 ago. 2022.

ZHU, L. *et al.* **Light-weighting in aerospace component and system design**. Propuls Power Res 7(2):103–119 Childs PRN, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jprr.2018.04.001>. Acesso em: 15 out. 2022.

ZOLOTOREVSKY; V.S. *et al.* **Casting aluminum alloys**. Elsevier Ltd., Amsterdam, 2007.

ANEXO A – “Estudo Bibliométrico das Ligas Al-Cu-Mg-Cu-(Ni)”



VII Workshop da Pós-Graduação em Engenharia
Unesp, Campus de Guaratinguetá, São Paulo, Brasil



Estudo Bibliométrico da produção científica mundial sobre o desenvolvimento de ligas fundidas de Al-Cu-Mg-(Ni) na base de dados Web of Science.

^a UNESP - Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá (FEG)

Av. Dr. Ariberto Pereira da Cunha, 333 - Pedregulho, CEP: 12516-410. Guaratinguetá, SP - Brasil

^b UNESP - Faculdade de Engenharia de São João da Boa Vista (FESJ)

Av. Prof.^a Isette Correa Fontão, 505 - Jardim das Flores, CEP: 13876-750. São João da Boa Vista, SP - Brasil

*e-mail: joyce.ranay@unesp.br

Resumo. Para a construção de componentes estruturais são levados em considerações parâmetros relacionados a processos de solidificação/fabricação, morfologia atribuídas às propriedades físico-químicas e aplicações a longo alcance às áreas que estão em constante evolução no aprimoramento de seus produtos, assim faz-se necessária a busca por conteúdos acadêmicos que forneçam informações importantes sobre dado material. A depender da liga de interesse existe uma forte tendência de que haja um intervalo de estudos entre uma publicação e outra tornando maiores as exigências de validação das pesquisas. Assim sendo, o intuito deste estudo é realizar a síntese de uma análise bibliométrica da produção científica mundial sobre o desenvolvimento de ligas fundidas de Al-Cu-Mg-(Ni) na área de Materiais, Metalurgia e Manufatura a partir dos indicadores bibliométricos, artigos científicos publicados em periódicos indexados na base de dados Web of Science (WoS) utilizando uma ferramenta de construção e visualização de redes bibliométricas: VOSviewer. Para a coleta de dados, foram analisados 160 artigos das ligas de Al-Cu-Mg e 6 artigos de ligas Al-Cu-Mg-Ni dos últimos 20 anos (2003 a 2023). O esforço realizado à pesquisa justifica-se pela carência de conteúdos científicos que mais se aproximam da temática do projeto e que em perspectivas para futuros possam vislumbrar maiores demandas no âmbito acadêmico e industrial. A interpretação dos dados identificou que, apesar do expressivo crescimento em publicações científicas, essencialmente, para o sistema ternário Al-Cu-Mg existe a necessidade de contribuir com mais conteúdo acerca da influência do Ni na liga e/ou multicomponentes na área de solidificação.

Palavras-chave: Ligas Al-Cu-Mg-(Ni); Solidificação; Ciência e Tecnologia; Bibliometria.

1. INTRODUÇÃO

A contante evolução na pesquisa, desenvolvimento e inovação (PD & I) de materiais metálicos são expressivos no cenário atual do Brasil e do mundo. O principal objetivo de parte desse desenvolvimento é suprir a demanda dos setores industriais, infraestrutura e de transporte. A Ciência e Tecnologia (C&T) exerce uma forte influência às nações uma vez que esteja associado ao desenvolvimento econômico, político e cultural do país (SOARES, *et al.*, 2016), promovendo alto impacto na sociedade, principalmente, ao se revelar que a maior parte dos conteúdos científicos catalogados são produzidos por países desenvolvidos, que prontamente despendem de recursos à pesquisa. Na engenharia, estudos científicos são essenciais para a consolidação de uma tecnologia que, geralmente, agregam valor ao projeto e fundamentam todo um mecanismo intrínseco as propriedades dos materiais. A possibilidade de estimar e garantir a qualidade do produto advém do conhecimento de um adequado repositório de dados que, posteriormente, são atribuídos às devidas aplicações.

Assim, tendo em vista que ao longo dos anos houve um grande avanço na produção de publicações científicas devido a, principalmente, os desafios e urgência de mapear o conhecimento e gerar recursos alternativos, o desenvolvimento teórico e/ou experimental de trabalhos que evidenciam a importância e impactam áreas diversas, tornando os métodos de busca por referências bibliográficas mais sofisticados e, os dados acumulados e compartilhados globalmente de modo a contribuir com os campos de pesquisa.

A Análise Bibliométrica permite a exploração de conteúdos científicos nas plataformas acadêmicas: a regularidade, relevância e tendência de publicações, assim como o desempenho de artigos e periódicos, citações e colaborações, a especificidade da temática e existência em literatura, dentre tantas atribuições empenhadas pelos indicadores de pesquisa (DONTHU *et al.*, 2021).

As publicações científicas que expressam a influência dos metais de adição e compõem o material tornaram-se atrativos devido a melhoria de componentes estruturais e solicitações de serviço que exijam propriedades físico-químicas e superficiais de alto desempenho e longa vida útil. Durante a elaboração da revisão bibliográfica deste projeto foram encontrados poucos trabalhos acerca da liga estudada de Al-Cu-Mg-(Ni) solidificadas direcionalmente.

Os estudos teóricos e experimentais com vistas a contribuir para a área de Materiais com ênfase em Metalurgia e Manufatura avança de modo contínuo, ou seja, existe um desenvolvimento substancial e regular no qual se fundamenta no aprimoramento de propriedades físico-químicas que satisfaça o desempenho de componentes estruturais. Contudo, na temática de fusão e solidificação demanda maiores dados científicos acerca das correlações dos parâmetros da solidificação transitória, morfologia e as características finais de resistências mecânicas e à corrosão, assim verificou-se que na literatura há uma escassez de trabalhos que enfatizem essas variáveis que envolva a solidificação rápida em condições transientes de extração de calor. Nesse caso, são encontradas informações na literatura que explorem a correlação sobre as microestruturas e as propriedades mecânicas das ligas ternárias Al-Cu-Mg, mas carecem de publicações que abordem a influência da adição do Ni neste sistema.

Embora a literatura científica aborde diversos processos de solidificação, é crucial que a comunidade científica localize artigos científicos que analisem e discutam ligas multicomponentes, como a Al-Cu-Mg-(Ni). Isso se deve ao potencial de aplicação dessas ligas e à necessidade de estabelecer referências e revisões bibliográficas que possam orientar pesquisas futuras.

2. MÉTODO DE PESQUISA

O estudo bibliométrico é um método que visa a exploração de um vasto repertório de dados científicos catalogados, sendo uma ferramenta fundamental para listar inúmeros conteúdos em ciência e tecnologia, bem como a avaliação do elevado impacto nas pesquisas. Dessa forma, é possível verificar a influência de países, instituições e cientistas em relação às pesquisas científicas e que justifica o emprego da análise a rigor quantitativo, futuramente agregando competências em publicações de referência e na literatura.

Então, com o objetivo de analisar a produção acadêmica dos estudos sobre o desenvolvimento de ligas fundidas de Al-Cu-Mg-(Ni) optou-se pelo uso da análise bibliométrica, aplicando técnicas estatísticas, ou seja, ferramentas que permitam a avaliação do progresso científico por meio dos campos de estudos a partir das contagens de autorias, citações e coautorias, afiliações, patentes etc., possibilitando a identificação de aspectos relevantes à pesquisa (**ZUPIC e CATER, 2015**).

A *Web of Science* é uma das principais bases multidisciplinar indexadora de dados bibliográficos para análise de variáveis/critérios de pesquisa quando comparado ao Scopus (**MONGEON e PAUL-HUS, 2016**). No presente estudo foram utilizados dados de produção científica baseada em artigos publicados em periódicos indexados na base de dados *Web of Science* da área do conhecimento de Materiais, Metalurgia e Manufatura. Assim, foi avaliado a relação entre autores, instituições, áreas do conhecimento e países dos artigos selecionados levando em consideração o refinamento de busca para seleção dos dados.

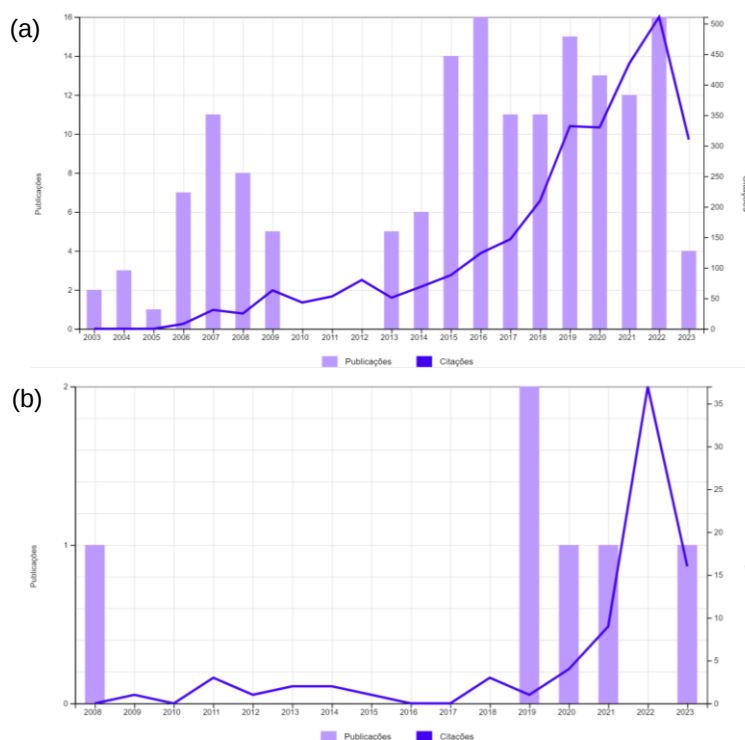
Nessa análise, foram considerados artigos ao redor do mundo com o refinamento em áreas multidisciplinares da Engenharia referentes a Ciência dos Materiais, Metalurgia, Mecânica e Manufatura e selecionados dentre 166 publicações científicas: 160 artigos para as ligas ternárias (Al-Cu-Mg) e 6 artigos das ligas quaternárias (Al-Cu-Mg-Ni), sendo que a pesquisa foi realizada em agosto de 2023 abordando o período de 20 anos (2003-2023). Vale salientar que, essas amostras analisadas foram selecionadas após um refinamento preciso para obter uma porção de publicações referentes ao campo de estudo em questão. Das bases de dados que compõem a WoS, foram utilizadas Science Citation Index - Expanded (SCI); Social Science Citation (SSCI) e Conference Science Citation Index (CSCI). Nesse caso, a própria plataforma gera informações e gráficos acerca da evolução anual de publicação e citações, bem como as áreas de impacto.

Em seguida, os dados filtrados foram exportados da WoS e analisados a partir de um software bibliométrico VOSviewer (**VAN ECK e WALTMAN, 2014**), assim construindo e mapeando as informações em que são gerados gráficos e *insights* de pesquisa.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

De modo geral, o comportamento evolutivo da produção científica tende a aumentar devido as demandas de pesquisa e sendo proporcional à busca por referências, ou seja, as citações desses conteúdos, conforme expressado na Fig. 1 a seguir:

Fig. 1 – Evolução da produção científica e citações anual de artigos 2003 a 2023: (a) Al-Cu-Mg e (b) Al-Cu-Mg-Ni



Fonte: Web of Science (2023).

Os estágios evolucionários acerca do repositório de dados da WoS, conforme convencionado contém publicações a partir do ano de 2003 para as ligas de Al-Cu-Mg com uma certa frequência até 2009 e um *gap* de três anos com uma crescente máxima em 2022, então tornou a decair em 2023 de acordo com o comportamento apresentado na Fig. 1-a, enquanto a liga com a adição do Ni sequer teve uma abordagem nos primeiros cinco anos deste período fixado. Nesse caso, somente em 2008 há uma aparição significativa do sistema Al-Cu-Mg-Ni indicando um campo de pesquisa ainda em gradativo desenvolvimento correspondentes as publicações esparsadas e em média de até dois artigos por ano, pois apenas em 2018 foram reportados atividades e uma relevante progressão representado pela Fig. 1-b, sendo assim existe uma continuidade de estudos e elevada quantidade de citações, valendo-se para ambas as ligas expressados na Fig. 2-(a e b).

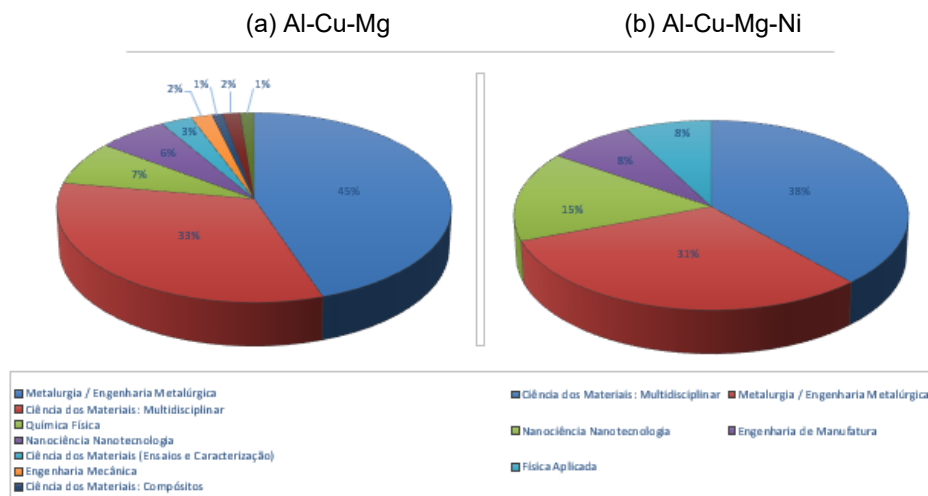
Fig. 2 – Análises quantitativa de citações em relação às publicações analisadas: (a) Al-Cu-Mg e (b) Al-Cu-Mg-Ni.

(a)	Publicações 160 Total De 1900 até 2023	Artigos que fizeram a citação 2,522 Analisar Total 2,466 Analisar Sem autocitações	Número de citações 2,910 Total 18.19 Média por item 2,823 Sem autocitações	31 H-index
(b)	Publicações 6 Total De 1900 até 2023	Artigos que fizeram a citação 80 Analisar Total 79 Analisar Sem autocitações	Número de citações 80 Total 13.33 Média por item 79 Sem autocitações	5 H-index

Fonte: Web of Science (2023).

No que diz respeito às principais áreas de pesquisa que desenvolvem as ligas de Al-Cu-Mg, há uma multidisciplinaridade das Engenharias que estão envolvidas nesses últimos estudos. Segundo a classificação da *Web of Science* e ilustrado pelas Fig. 3-(a e b), as principais áreas que mais produzem é a de Metalurgia / Engenharia Metalúrgica (143), seguida de Ciência dos Materiais: Multidisciplinar (105), Química Física (24), Nanociência e Nanotecnologia (20), Ciência dos Materiais (Ensaio e Caracterizações) (9), Engenharia Mecânica (6) e Ciência dos Materiais Compósitos (3) para ligas Al-Cu-Mg. Em ligas Al-Cu-Mg-Ni as únicas áreas que produzem são Ciência dos Materiais: Multidisciplinar (5), Metalurgia / Engenharia Metalúrgica (4), Nanociência e Nanotecnologia (2), Engenharia de Manufatura (1) e Física Aplicada (1).

Fig. 3 – Áreas de relevância que contém publicações acerca das amostras analisadas.



Fonte: Adaptada de *Web of Science* (2023).

No decorrer das décadas um assunto frequente que permeia a comunidade científica são os problemas da pesquisa em países em desenvolvimento e, que para estimular um encorajamento por meio de mais recursos, infraestrutura, capacitação, minimização das inúmeras burocracias de projeto e suporte financeiro de instituições de ensino e pesquisa têm sido uma necessidade contínua (**VOSE e CERVellini, 1981**) e, que andam a pequenos passos, mas que nos países em que a cultura do desenvolvimento à Ciência e Tecnologia (C&T) são a base de sua economia essas são questões que não afetam seu avanço, pois há muito tempo optaram por favorecer a área científica. Em vista disso, os resultados refletem os principais países produtores de pesquisas na área das ligas Al-Cu-Mg-(Ni).

De acordo com a representação da Fig. 4-(a e b), os cinco países que mais reportaram trabalhos sobre as amostras analisadas (Al-Cu-Mg) e sendo referenciados de modo proporcional a quantidade de publicações são: China, Estados Unidos, Inglaterra, Canadá e Itália, mas vale mencionar que curiosamente a Alemanha, Índia e Nigéria que reportam uma menor quantidade de documentos têm um elevado índice no quesito de citações. Assim como no sistema Al-Cu-Mg-Ni, os únicos países que publicam sobre a liga são Inglaterra, Estados Unidos e Itália com a mesma quantidade de documentos, porém a Inglaterra é a mais citada em trabalhos e revisões bibliográficas, seguida pela Itália e por último os Estados Unidos. O que ambas as buscas têm em comum são os países mencionados que podem ser compreendidos como nações que mais produzem conhecimento, ao menos nesse nicho.

Na análise de coautoria entre países e que avaliam essas redes interdependentes no desenvolvimento e produção científica, a Fig. 4-a certifica a efetividade nos dados reportados visto que manifestes os nós mais significativos, ou seja, os clusters nos seguintes países: China, Estados Unidos, Inglaterra e Alemanha. Ademais, foi verificado que a Rússia, Turquia e Nigéria não tem afinidade com as nações envolvidas no primeiro grupo.

Na segunda amostra referente a Fig. 4-b, a atenção está voltada para os países que não se relacionam e reportaram publicações acerca da liga Al-Cu-Mg-Ni: Inglaterra e Itália, todavia não coloca em destaque os Estados Unidos, possivelmente, por estar inserido em um dos clusters apresentados.

Fig. 4 – Coautoria entre países de trabalhos sobre ligas: (a) Al-Cu-Mg e (b) Al-Cu-Mg-Ni.



Fonte: Elaborada pelos autores com o software VOSviewer (2023).

4. CONCLUSÕES

A análise da produção científica global sobre ligas no sistema Al-Cu-Mg-(Ni) revelou um aumento notável nas publicações sobre ligas ternárias, embora tenha ocorrido uma ligeira queda em 2023 em comparação com o ano anterior. Isso pode ser devido ao momento da análise, que foi realizada em agosto de 2023, e novos artigos podem surgir até o final do ano. A pesquisa também destacou que a liga Al-Cu-Mg-Ni está em estágio inicial de desenvolvimento, mas possui potencial, sugerindo a necessidade de estudos mais aprofundados. No entanto, a escassez de dados limita a pesquisa, mas oferece oportunidades para futuras publicações e contribuições para a literatura científica. É importante notar que não foram encontradas contribuições nacionais nesse campo, o que sugere uma oportunidade para o país se destacar na ciência e tecnologia. A pesquisa sobre essas ligas tem o potencial de introduzir novos materiais com propriedades específicas para diversos setores industriais.

5. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Grupo de Pesquisa em Estrutura, Manufatura e Materiais (GPEM²), ao suporte da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de Mestrado. Ao CNPQ pelo Projeto Processo 407871/2018-7.

6. REFERÊNCIAS

- DONTHU, N. et al. **How to Conduct a Bibliometric Analysis: An Overview and Guidelines** - Journal of Business Research, V. 133, 2021, p. 285-296. <https://doi.org/10.1016/j.jbusres.2021.04.070>.
- MONGEON, P.; PAUL-HUS, A. **The journal coverage of Web of Science and Scopus: a Comparative Analysis**. Scientometrics, 2016. vol. 106, n. 1, p. 213–228. <https://doi.org/10.1007/s11192-015-1765-5>.
- SEMLER, A. R. **Visualização de Redes Bibliométricas** (UFRGS/2019). Disponível em: <https://igeo.ufrgs.br/biblioteca/treinamentos/aulasensoriamento_17_06_19.pdf> Acesso: 18/08/2023.
- SOARES, P. B. et al. **Análise Bibliométrica da Produção Científica Brasileira sobre Tecnologia de Construção e Edificações na Base de Dados Web of Science**, Ambiente Construído, vol. 16, n. 1, p. 175-185, 2016.
- VAN ECK, N.J., & WALTMA, L. **Visualizing Bibliometric Networks**. In Y. Ding, R. Rousseau, D. 2014.
- VOSE P.B.; CERVellini, A. **Problems of Scientific Research in Developing Countries**. IAEA Bull, vol. 25 no. 2: 37-40, 1981.
- ZUPIC, I.; ČATER, T. **Bibliometric Methods in Management and Organization**. Organizational Research Methods, vol. 18, no. 3, 2015, p. 429–472. <https://doi.org/10.1177/1094428114562629>.