



## ANÁLISE DA ADIÇÃO DE Ni NOS PARÂMETROS TÉRMICOS E NA MICROESTRUTURA DA LIGA TERNÁRIA AL-7%Si-1%Mg

Pâmella R. D. de Freitas<sup>1\*</sup>, Hudson R. P. Diniz<sup>1</sup>, Crystopher C. de Brito<sup>3</sup>, Cássio A. S. Pinto<sup>2</sup>, Noé Cheung<sup>2</sup>, Amauri Garcia<sup>2</sup> e Bismarck L. Silva<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, UFRN, 59078-970, Natal-RN.

<sup>2</sup> Departamento de Engenharia de Manufatura e Materiais, Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, 13083-860, Campinas - SP.

<sup>3</sup> Departamento de Engenharia Aeronáutica, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP, 13876750 - São João da Boa Vista, SP.

\*[pamella.freitas.065@ufrn.edu.br](mailto:pamella.freitas.065@ufrn.edu.br)

### RESUMO

Ligas do sistema Al-Si-Mg são aplicadas nas indústrias aeronáutica, automobilística e também como fundidos estruturais, por características como boa resistência mecânica e ductilidade a temperatura ambiente, boa fluidez e baixo número de defeitos oriundos do processo de solidificação, além de serem base de composição química para ligas das séries 3xx.x de fundição. Contudo, essas ligas apresentam redução significativa da resistência mecânica em altas temperaturas ( $T > 0,4T_F$ ). É neste ponto que o níquel se torna um elemento de liga promissor, pois quando adicionado em ligas de Al promove aumento e estabilidade da resistência mecânica. Neste contexto, o presente estudo visa analisar a influência de 2%Ni (em peso) nos parâmetros térmicos e microestrutura da liga ternária Al-7%Si-1%Mg solidificada direcionalmente em regime transiente de fluxo calor. A metodologia experimental inclui o uso de um dispositivo de solidificação direcional ascendente refrigerado a água para obtenção dos lingotes e respectivas amostras transversais e longitudinais; determinação das variáveis térmicas de solidificação (velocidade da isoterma liquidus- $V_L$  e taxa de resfriamento  $\dot{T}_L$ ); técnicas de caracterização microestrutural como microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-x (DRX); e aplicação de métodos de medição dos espaçamentos microestruturais ( $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$ ). A microestrutura da liga Al-7%Si-1%Mg foi constituída por uma matriz dendrítica rica em Al ( $\alpha$ -Al) circundada pelo eutético ternário Si+Mg<sub>2</sub>Si+ $\pi$ -AlMgFeSi. No caso da liga Al-7%Si-1%Mg-2%Ni, o intermetálico Ni<sub>3</sub>Al também está presente nas regiões eutéticas. A adição de Ni promoveu um refinamento do arranjo dendrítico na liga ternária Al-Si-Mg, principalmente para as ramificações secundárias ( $\lambda_2$ ). As evoluções de  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  com  $\dot{T}_L$  e  $V_L$ , respectivamente, foram descritas pelos mesmos expoentes experimentais, -0,55 e -2/3, para as ligas Al-7%Si-1%Mg e Al-7%Si-1%Mg-2%Ni.

**Palavras-chave:** Solidificação; Ligas Al-Si-Mg-Ni; Parâmetros térmicos; Microestrutura.

### INTRODUÇÃO

Ligas Al-Si-Mg são amplamente utilizadas na indústria automobilística e aeroespacial, por possuírem boa fluidez, boa resistência à corrosão e excelente relação resistência/peso<sup>(1,2,3)</sup>. As ligas Al-Si-Mg possuem alta rigidez específica, boa conformabilidade, boa resistência à

corrosão e boa soldabilidade <sup>(4)</sup>. As ligas Al-7%Si-X%Mg, por possuírem propriedades mecânicas de pouca aplicação estrutural, necessitam de tratamentos térmicos posteriores para obter propriedades mecânicas desejáveis <sup>(1,2,5)</sup>. Formando a base das séries 6xxx e 3xx.x de ligas de alumínio, o sistema Al-Mg-Si com teores de Mg entre 0,6% - 1,2% e Si 0,4% - 1,3% são tratáveis termicamente. O Mg é adicionado com frequência nas ligas Al-Si com o intuito de aumentar a resistência mecânica, que ocorre em função da formação de precipitados Mg<sub>2</sub>Si <sup>(1,2,6,7)</sup>.

Os sistemas Al-Mg<sub>2</sub>Si-Si-Al<sub>3</sub>Ni são amplamente estudados para ligas quaternárias Al-Mg-Si-Ni, não havendo surgimento de novas fases quando comparados com os sistemas binários e quaternários. A adição de Ni em ligas à base de Al promove ganhos de resistência a altas temperaturas e diminuição do coeficiente de expansão térmica. Quando se usa teores de níquel entre 4% e 10% (em peso), são observadas boa ductilidade, elevadas resistência à tração, resistência ao desgaste, resistência à corrosão e dureza <sup>(8)</sup>.

Neste contexto, este trabalho objetiva estudar o efeito da adição de 2%Ni (em peso) na microestrutura e dureza da liga ternária Al-7%Si-1%Mg solidificada direcionalmente em regime transiente de fluxo de calor em um dispositivo refrigerado à água e molde de aço carbono. Foram realizadas correlações experimentais entre parâmetros térmicos e microestruturais.

## MATERIAIS E MÉTODOS

A liga Al-7%Si-1%Mg-2%Ni foi solidificada em um dispositivo de solidificação vertical ascendente refrigerado à água. Esta etapa contou com a colaboração do Grupo de Pesquisa em Solidificação (GPS) do Departamento de Engenharia de Materiais e Manufatura da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Os metais comercialmente puros (Al, Si, Mg e Ni-Tabela 1) foram fundidos e em um cadinho de SiC, o líquido foi homogeneizado por agitação mecânica, e os gases retirado com a injeção de gás argônio, a fim de obter a composição química desejada. Em seguida, a liga foi vertida na lingoteira de AISI 310 bipartida acoplada a uma chapa molde de aço AISI 1020. Maiores detalhes sobre o processo de solidificação podem ser vistos em Silva <sup>(5)</sup> e Kakitani <sup>(9)</sup>. Para o registro da evolução da temperatura no tempo durante a solidificação, foram utilizados termopares tipo K em posições específicas na lingoteira, permitindo, posteriormente, que tais dados fossem utilizados para o cálculo das variáveis térmicas como taxa de resfriamento e velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*.

Tabela 1. Composição química dos metais comercialmente puros.

Metal	Al	Si	Mg	Cu	Fe	Pb	Zn	Ni	Co
Al	Restante	0.006	0.0011	0.01	0.073	0.006	0.005	-	-
Si	0.109	Restante	-	-	0.316	-	-	-	-
Ni	-	-	-	-	0.004	0.002		Restante	0.017
Mg-Al	6.981	0.246	Restante	0.115	0.001	-	0.631	-	-

A caracterização microestrutural foi realizada em amostras retiradas das seções transversais e longitudinais, em relação à interface de crescimento. Por fim, depois de limpas e secas, as amostras foram atacadas por imersão com o mesmo reagente Keller (2ml HF (48%), 3ml HCl (conc.), 5ml HNO<sub>3</sub> (conc.) e 190 ml H<sub>2</sub>O). O registro das microestruturas foi feito com auxílio de um microscópio óptico (MO) da marca Nikon modelo Eclipse MA2000. A partir destas imagens, os espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ), terciários ( $\lambda_3$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) foram quantificados. Os valores de  $\lambda_1$  foram medidos segundo o método do triângulo <sup>(10)</sup>, enquanto os espaçamentos  $\lambda_3$  e  $\lambda_2$  foram medidos pelo método do intercepto <sup>(11)</sup>. Realizou-se

pelo menos 40 medições para cada posição selecionada, sendo ao final utilizada as médias dos valores e seus respectivos intervalos de dispersão.

As fases constituintes da microestrutura foram identificadas por análises por difração de raios-x. Foram analisadas quatro amostras das posições 5 mm, 15 mm, 30 mm, 50 mm e 90 mm. Foi utilizado um difratômetro Shimadzu modelo XRD-700 com faixa ângulo de 15° a 90° e velocidade de varredura Rietveld (1°/min).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir dos perfis térmicos (variação de temperatura no tempo) para a liga Al-7%Si-1%Mg-2%Ni (% em peso), foi possível o cálculo da velocidade de avanço da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ) e da taxa de resfriamento ( $\dot{T}_L$ ) em cada posição (P) ao longo do lingote a partir da interface metal/molde, conforme mostra a Figura 1. Para efeito comparativo, foram inseridas equações experimentais da liga ternária Al-7%Si-1%Mg reportada por Silva <sup>(5)</sup>. Nota-se uma diminuição gradual tanto de  $V_L$  quanto de  $\dot{T}_L$  com a posição. Tal redução estar associada às camadas sólidas que são progressivamente criadas, funcionando como resistências térmicas ao longo do lingote Al-Si-Mg-Ni.

A taxa de resfriamento variou de 61,55 °C/s (P=3,7 mm) a 0,67 °C/s (P=100,8 mm), enquanto a velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* apresentou uma faixa de 1,65 mm/s (P=3,7 mm) a 0,32 mm/s (P=100,8 mm). Apesar da similaridade das curvas experimentais para taxa de resfriamento (Figura 1b), nota-se que o Ni favoreceu ao aumento da  $\dot{T}_L$  na posição mais próxima da base refrigerada, indicando valores próximos da liga ternária Al-Si-Mg para o restante das posições ao longo do lingote Al-7%Si-1%Mg-2%Ni. Este comportamento pode ser explicado de acordo com Kakitani <sup>(6)</sup> devido a afinidade química entre o Ni e o Fe que parece melhorar a molhabilidade da liga/molde. As faixas de  $\dot{T}_L$  e  $V_L$  para a liga ternária Al-7%Si-1%Mg foram de 47,45 °C/s (3mm) a 0,90 °C/s (P=90 mm), e 2,50 mm/s (P=3 mm) a 0,30 mm/s (P=85 mm), respectivamente.

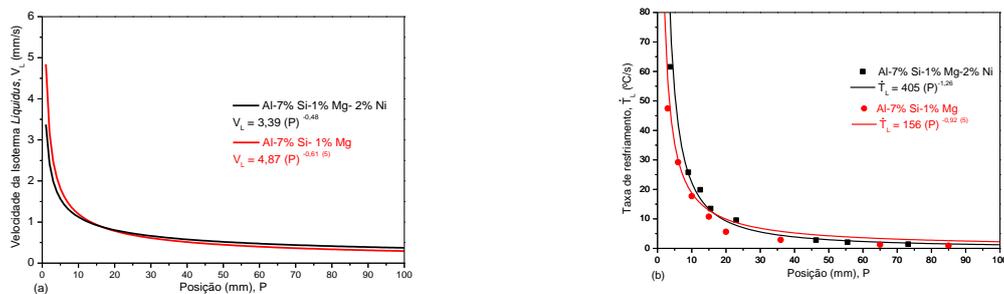


Figura 1: Evoluções da (a) velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus*- $V_L$  e da (b) taxa de resfriamento- $\dot{T}_L$  em função da posição ao longo do lingote Al-7%Si-1%Mg-2%Ni.

As microestruturas transversais e longitudinais obtidas por microscopia óptica para a liga modificada com Ni são exibidas na Figura 2, juntamente com os valores dos espaçamentos dendríticos primário ( $\lambda_1$ ), secundário ( $\lambda_2$ ) e terciário ( $\lambda_3$ ) associados aos parâmetros térmicos  $\dot{T}_L$  e  $V_L$  nas posições 15mm e 90mm a partir da interface metal/molde. Observou-se microestruturas completamente dendríticas, com a matriz rica em Al (regiões mais claras) (5,10,13,14,15,16,17), circundada por duas estruturas eutéticas (regiões mais escuras): *i.* ternária Si + Mg<sub>2</sub>Si +  $\beta$ -AlFeSi; *ii.* binária:  $\alpha$ -Al+Al<sub>3</sub>Ni. Nas posições iniciais, próximas da base refrigerada, as microestruturas são mais refinadas devido aos maiores valores de taxas de resfriamento ( $\dot{T}_L$ )

e velocidades da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), ao passo que nas posições mais distantes, o inverso acontece <sup>(5,7,10,13,14,15,18,19)</sup>.

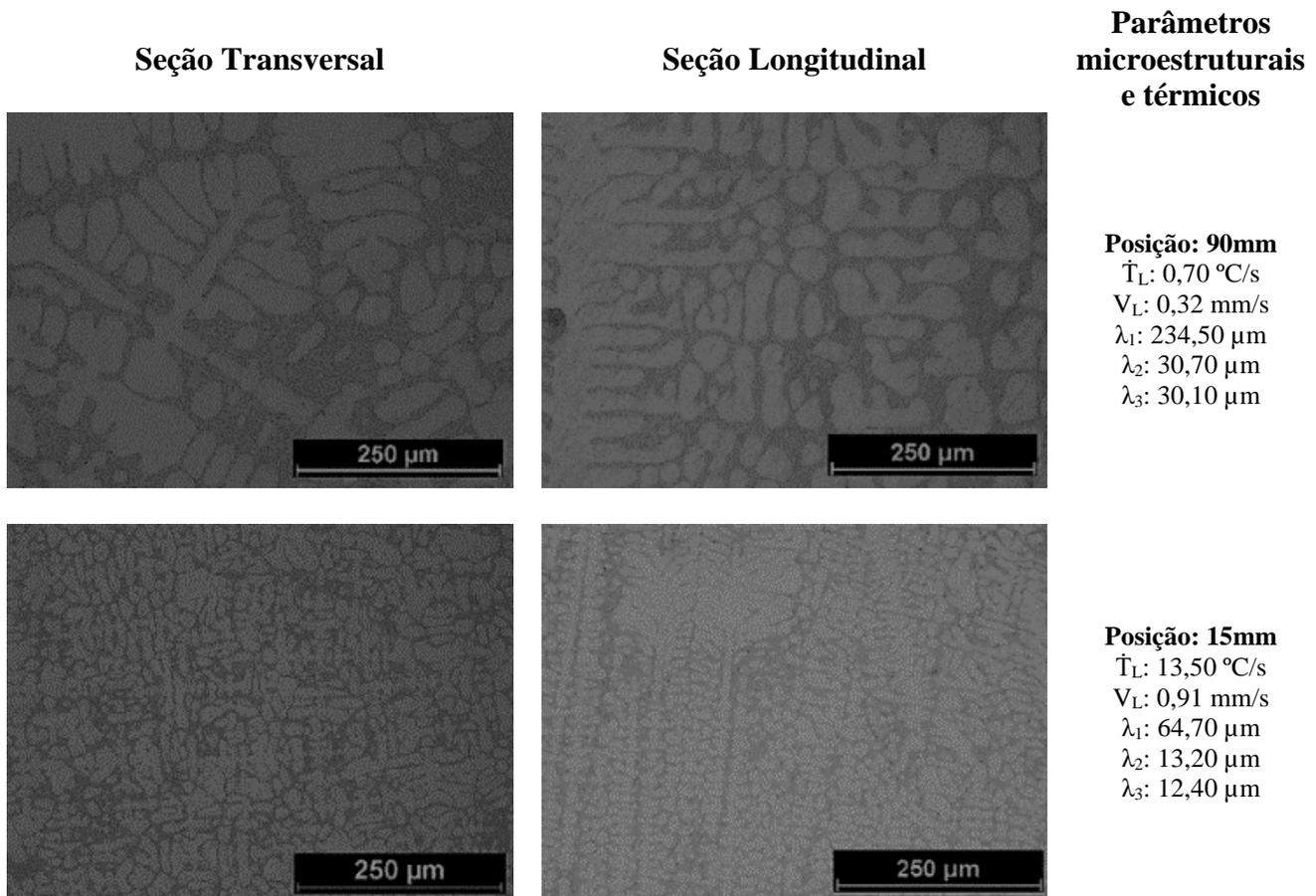


Figura 2: Microestruturas das seções transversais e longitudinais da liga Al-7%Si-1%Mg-2%Ni, com seus respectivos valores de parâmetros térmicos ( $\dot{T}_L$  e  $V_L$ ) e espaçamentos dendríticos ( $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$ ,  $\lambda_3$ ).

A Figura 3 apresenta as evoluções dos espaçamentos dendríticos primário ( $\lambda_1$ ), terciário ( $\lambda_3$ ) e secundário ( $\lambda_2$ ) como função da taxa de resfriamento ( $\dot{T}_L$ ) e da velocidade de deslocamento da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), respectivamente, para a liga Al-7%Si-1%Mg-2%Ni. Cada ponto representa uma média de 40 medidas e as barras de erro são os valores máximos e mínimos. Os resultados de Silva <sup>(5)</sup> foram inseridos para efeito comparativo.

Nas Figuras 3(a) e 3(b) é possível observar que os expoentes -0,55 e -0,25 caracterizam as variações de  $\lambda_1$  e  $\lambda_3$  com  $\dot{T}_L$ , respectivamente, considerando ambas as ligas examinadas. De acordo com Garcia <sup>(20)</sup> este valor de -0,55 concorda com as observações de Bouchard e Kirkaldy <sup>(21)</sup> que expõem a equação do tipo  $\lambda_1 = \text{constante} (\dot{T}_L)^{-0,50}$ , que representa adequadamente os espaçamentos primários para solidificação em regime transitório. O expoente -0,55 tem sido largamente observado em outros trabalhos da literatura para ligas de Al <sup>(5,7,10,14,15,17,18,19,22)</sup>.

Na Figura 3(c) notou-se que o expoente -2/3 descreve a variação  $\lambda_2$  com  $V_L$  baseado no modelo de crescimento teórico proposto por Bouchard e Kirkaldy <sup>(7,10,13,14,19)</sup>. Este expoente também é verificado em outros trabalhos para ligas à base de Al <sup>(7,10,13,14,15,18,19,20)</sup>. A adição de 2%Ni não causou alterações na escala do arranjo dendrítico.

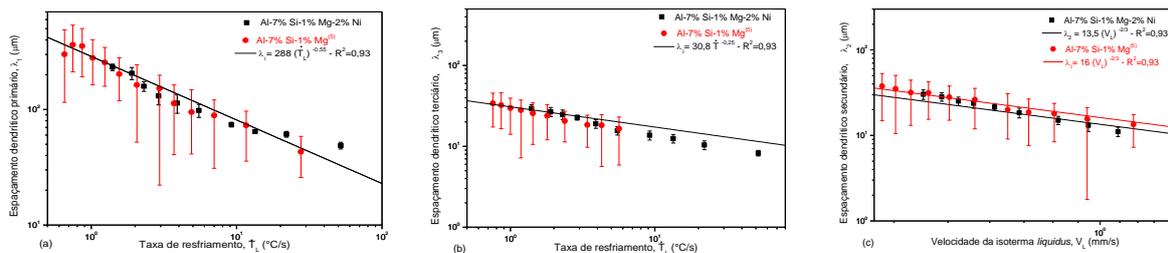


Figura 3: Evolução dos espaçamentos dendríticos (a) primário, (b) terciário e (c) secundário em função da taxa de resfriamento ( $\dot{T}_L$ ) e da velocidade da isoterma *liquidus* ( $V_L$ ), respectivamente, para a liga Al-7%Si-1%Mg-2%Ni.  $R^2$  é o coeficiente de correlação.

Para a identificação das fases formadas na liga foi realizada a análise de DRX. Foram analisadas as posições 5 mm, 15 mm, 30 mm, 50 mm e 90 mm a partir da interface metal/molde. A Figura 4 mostra que as fases identificadas foram  $\alpha$ -Al, Si,  $Mg_2Si$ ,  $Al_3Ni$  e  $\beta$ -AlFeSi. Silva<sup>(5)</sup> para uma liga Al-7%Si-1%Mg e Brito<sup>(7)</sup> para ligas Al-3%Mg, Al-6,5%Mg, Al-3%Mg-1%Si e Al-6,5%Mg-1%Si, também observaram a presença das fases  $\alpha$ -Al e  $Mg_2Si$ . Kakitani<sup>(10)</sup> reportou  $\alpha$ -Al e  $Al_3Ni$  para ligas Al-Ni solidificadas direcionalmente em regime transiente de fluxo de calor.

De acordo com a Figura 4, as fases  $\beta$ -AlFeSi,  $Al_3Ni$  e  $Mg_2Si$  apresentaram uma tendência de menor fração da fase no início do lingote (5mm). Por outro lado, a fase Si exibiu uma ligeira tendência de crescimento da base até as posições do topo do lingote. Tais resultados podem estar associados aos perfis de macrossegregação dos elementos químicos e as taxas de resfriamento ao longo do lingote Al-Si-Mg-Ni, que afetam a quantidade, tamanho e morfologia das fases.

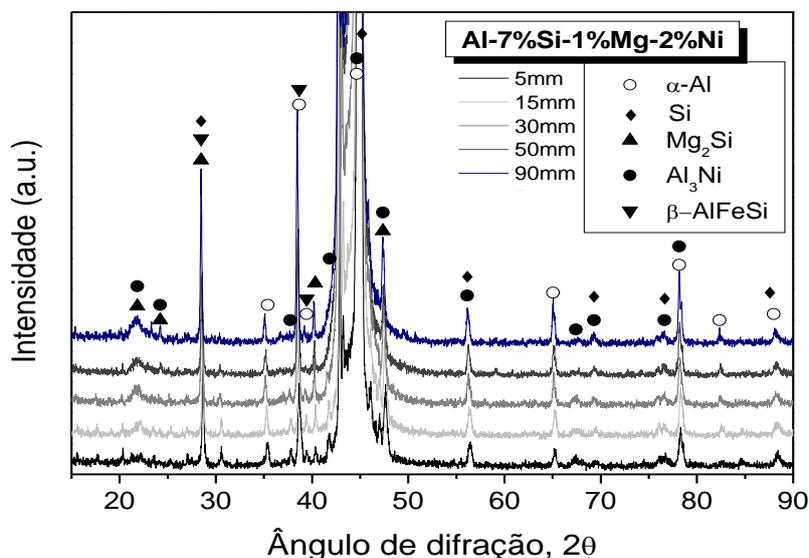


Figura 4: Difratomogramas de raios-X de diferentes posições ao longo do lingote Al-7%Si-1%Mg-2%Ni.

## CONCLUSÕES

Com base nos resultados para a liga Al-7%Si-1%Mg-2%Ni discutidos acima, conclui-se que:

- As caracterizações microestruturais da liga revelaram que a liga apresenta uma microestrutura completamente dendrítica com a matriz rica em Al circundada por duas estruturas eutéticas: Si +  $Mg_2Si$  +  $\beta$ -AlFeSi; e  $\alpha$ -Al+ $Al_3Ni$ ;

- Os parâmetros térmicos de solidificação como  $V_L$ ,  $\dot{T}_L$  e  $G_L$  diminuíram gradativamente com o aumento do distanciamento da interface metal/molde devido às resistências térmicas que

crecem e se formam no sentido ascendente durante a solidificação. O Ni não causou alterações na escala do arranjo;

- Os expoentes experimentais que caracterizaram a variação de  $\lambda_1$  e  $\lambda_3$  com  $\hat{T}_L$  são -0,55 e -0,25, respectivamente, enquanto o expoente -2/3 descreveu a evolução de  $\lambda_2$  com  $V_L$ .

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio financeiro fornecido pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES e ao Programa de Pós – Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM) da UFRN.

## REFERÊNCIAS

1. GUTERRES, A.M.; OLIVEIRA, C.A.L.; SANTOS, C.A. Influência da composição química, porosidade e envelhecimento nas propriedades mecânicas de ligas Al-Si-Mg fundidas. *Tecnol. Metal. Mater. Min.*, vol.16, n3, p.316-324, 2019.
2. SEGUNDO, E.H.; Efeito dos Tratamentos de Solubilização e Precipitação sobre a Microestrutura das Ligas da Família 356 com Diferentes Teores de Magnésio. 2015, Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade do Estado de Santa Catarina, UDESC, Florianópolis.
3. SERRANO-MUNOZ, I. et al. Influence of surface and internal casting defects on the fatigue behaviour of A357-T6 cast aluminium alloy. *International Journal of Fatigue*. p. 1-20, 2015.
4. ECKERMANN, F.; SUTER, T.; UGGOWITZER, P. J.; AFSETH, A.; SCHMUTZ, P. The influence of MgSi particle reactivity and dissolution processes on corrosion in Al-Mg-Si alloys. *Electrochimica Acta.*, v. 54, p. 844-855, 2008.
5. SILVA, C. A. P. Análise do Teor de Magnésio sobre os Parâmetros Microestruturais de Ligas Al-7Si(-Mg) Solidificadas em Regime Transiente e Correlação com Propriedades Mecânicas. 2019, 108p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências de Materiais) – Universidade Federal de São Paulo, UNIFESP, São José dos Campos.
6. KAKITANI, Rafael et al. Transient directional solidification of a eutectic Al–Si–Ni alloy: Macrostructure, microstructure, dendritic growth and hardness. *Materialia*, v. 7, p. 100358, 2019.
7. BRITO, C. C. Parâmetros Térmicos e Microestruturais na Solidificação Transitória de Ligas AL-Mg e Al-Mg-Si e Correlações com Resistências Mecânica e à Corrosão. 2016, 205p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.
8. DUARTE, I.R. Estudo da Liga AlSi7Mg após Fundição e Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento. 2007 Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC, Florianópolis.
9. ZOLOTOREVSKY, V. S.; BELOV, N. A.; GLAZOFF, M. V. *Casting aluminum alloys*. Amsterdam: Elsevier, 2007.
10. KAKITANI, R. Solidificação Transitória das Ligas Al-11%Si e Eutética Al-11%SI-5%Ni: Parâmetros Térmicos Microestrutura e Propriedades Mecânicas. 2017, 127p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica – Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.
11. GUNDUZ, M.; ÇARDILI E. Directional solidification of aluminium-copper alloys, *Materials Science and Engineering A*, v. 327, n°2, p. 167-185, 2002.
12. McCARTNEY, D.G.; HUNT, J.D. Measurements of Cells and Primary Dendrite Arm Spacing in Directionally Solidified Aluminium Alloys. *Acta Metallurgica*, v. 29, p. 1851-1863, 1981.
13. GOULART, P. R. Variáveis Térmicas de Solidificação, Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Hipoeutéticas Al-Si. 2005, 124p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.
14. CANTÉ, M. V. Solidificação Transitória, Microestrutura e Propriedades de Ligas AL-NI. 2009, 204p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.

15. PERES, M. D. Desenvolvimento da Macroestrutura e da Microestrutura na Solidificação Unidirecional Transitória de Ligas Al-Si. 2005, 179p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.
16. RODRIGUES, J.R.P. Efeitos da Composição nos Parâmetros Térmicos e Estruturais de Ligas de Al-Mg Solidificadas Unidirecionalmente. 2007, 184P. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.
17. ROSA, D. M. Estruturas Celulares, Transição Celular/Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória. 2007. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.
18. CRUZ, K. A. S. Microestrutura de Solidificação, Resistências Mecânica e ao Desgaste de Ligas Al-Sn e Al-Si. 2008, 211p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.
19. SILVA, B. L. Correlações entre Parâmetros Microestruturais, Parâmetros Térmicos e Resistência Mecânica de Ligas Sn-Bi-(Cu,Ag). 2016, 206p. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de São Carlos, UFSCar, São Carlos.
20. GARCIA, A. Influência das variáveis térmicas de solidificação na formação da macroestrutura e da microestrutura e correlação com propriedades decorrentes. *Projeções*, v. 23, p. 13-32, 2005.
21. BOUCHARD, D.; KIRKALDY, J. S. Prediction of dendrite arm spacing in unsteady and steady-state heat flow of unidirectionally binary alloys. *Metallurgical and Materials Transaction B*, v. 28B, p. 651-633, 1997.
22. GOULART, P. R. Caracterização da Microestrutura de Solidificação de Ligas Al-Fe e Correlação com Propriedades Mecânicas. 2010, 178p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Campinas.