



# **PROJETO DE GRADUAÇÃO**

**Avaliação microestrutural e  
propriedades mecânicas da liga Al-0,8%Nb  
conformada mecanicamente.**

Por,  
**Laio Neiva Rodrigues**

**Brasília, 27 de Junho de 2019.**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
Faculdade de Tecnologia  
Departamento de Engenharia Mecânica

## PROJETO DE GRADUAÇÃO

# **Avaliação microestrutural e propriedades mecânicas da liga Al-0,8%Nb conformada mecanicamente.**

POR,

**Laio Neiva Rodrigues**

Relatório submetido como requisito parcial para obtenção  
do grau de Engenheiro Mecânico.

### **Banca Examinadora**

Prof. Daniel Monteiro Rosa, UnB/ ENM (Orientador)

---

Prof. Alysson Martins Almeida Silva, UnB/ ENM

---

Eng. Mestre Maycol Moreira Coutinho

---

Brasília, 27 de Junho de 2019.

---

## RESUMO

O trabalho apresentado a seguir foi realizado com o intuito de estudar e avaliar a deformação na liga Al-0,8%Nb solidificada de forma unidirecional vertical ascendente com regime transiente de transferência de calor e correlacionar com as propriedades mecânicas. A liga foi solidificada utilizando um dispositivo de solidificação unidirecional ascendente constituído por uma lingoteira instrumentada com termopares posicionados em função da chapa molde e um sistema de arrefecimento. A conformação mecânica se deu por laminação a frio, utilizando um laminador de perfil para fabricação de barras de modo que foi possível reduzir a área da seção transversal em até 80%, com passes de laminação com redução máxima de 15% entre um e outro. Foram realizados procedimentos metalográficos com o objetivo de se obter as micrografias, a partir dessas foi possível por meio da norma ASTM E112-96 auferir parâmetros microestruturais como diâmetro médio de grão e densidade de grãos por unidade de área. Foram realizados ensaios de microdureza e de excitação por impulso com o objetivo de ser obter resultados de propriedades mecânicas (microdureza e módulo elástico dinâmico), em que foi possível observar um aumento desses conforme as amostras se aproximam da base do molde, também ocorreu um aumento da microdureza com a evolução da deformação plástica, de forma que o corpo de prova com a maior diferença em relação ao valor de microdureza evoluiu de 40,75 HV antes da laminação para 62,42 HV após todos os seis passes de laminação. Um tratamento térmico de recozimento foi realizado de modo a promover mecanismos como recuperação e recristalização com o objetivo de proporcionar a redução ou eliminação dos efeitos causados pela deformação, de modo que foi possível observar uma redução da microdureza para valores próximos à do material quando ainda não conformados mecanicamente, a maior redução devido ao tratamento térmico de recozimento se deu do valor 60,20 HV para 39,38 HV.

---

## ABSTRACT

The following work was performed with the purpose of studying and evaluating the deformation in the Al-0.8%Nb alloy solidified in ascending vertical unidirectional way with transient heat transfer regime and correlate with the mechanical properties. The alloy was solidified using an upward unidirectional solidifying device consisting of an ingot mold instrumented with thermocouples positioned as a function of the mold plate and a cooling system. The mechanical forming was done by cold rolling using a profile mill for bar making so that it was possible to reduce the cross section area by up to 80% with rolling passes with a maximum reduction of 15% between one and the other. Metallographic procedures were performed with the purpose of obtaining the micrographs, from these it was possible by means of the ASTM E112-96 standard to obtain microstructural parameters such as average grain diameter and grain density per unit area. Microhardness and impulse excitation tests were performed in order to obtain results of mechanical properties (microhardness and dynamic elastic modulus), in which it was possible to observe an increase of these as they approach the base of the mold, also an increase occurred with the evolution of plastic deformation, so that the specimen with greater microhardness value differentiation evolved from 40,75 HV to 62,42 HV. An annealing heat treatment was performed in order to promote mechanisms such as recovery and recrystallization with the objective of reducing or eliminating the effects caused by the deformation, so that it was possible to observe a reduction of the hardness to values close to that of the material when not yet mechanically shaped, the largest reduction due to the heat treatment of annealing was from 60.20 HV to 39.38 HV.

# SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	<b>vi</b>
<b>LISTA DE TABELAS</b> .....	<b>vii</b>
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>1</b>
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS .....	1
1.2 OBJETIVO .....	2
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>3</b>
2.1 CONSIDERAÇÕES SOBRE OS ELEMENTOS .....	3
2.1.1 Alumínio.....	3
2.1.2 Ligas de Alumínio .....	4
2.1.3 Nióbio.....	6
2.1.4 Ligas de alumínio-nióbio.....	6
2.2 SOLIDIFICAÇÃO: ASPECTOS GERAIS .....	7
2.2.1 Parâmetros Térmicos de Solidificação .....	8
2.2.2 Solidificação Unidirecional .....	10
2.2.3 Macro e microestrutura de solidificação .....	13
2.3 ENCRUAMENTO .....	16
2.4 CONFORMAÇÃO MECÂNICA .....	17
2.4.1 Influência da temperatura em processos de conformação mecânica de metais .....	18
2.4.2 Processos de conformação mecânica de metais e microestrutura.....	19
2.4.3 Laminação .....	20
2.5 RECUPERAÇÃO, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃOS .....	21
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>24</b>
3.1 MATERIAL.....	24
3.2 PROCESSO DE LAMINAÇÃO.....	26
3.3 METALOGRAFIA PARA MICROESTRUTURA .....	26
3.4 ENSAIO DE MICRODUREZA .....	28
3.5 CARACTERIZAÇÃO DOS MÓDULOS ELÁSTICOS E AMORTECIMENTOS .....	29
3.6 TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO .....	30
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>32</b>
4.1 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA – LAMINAÇÃO .....	32
4.2 MICROESTRUTURAS DA LIGA Al-0,8Nb .....	32
4.3 PARÂMETROS MICROESTRUTURAIS.....	39
4.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS: MICRODUREZA VICKERS E MÓDULOS ELÁSTICOS DINÂMICOS.....	40
4.5 TRATAMENTO TÉRMICO: RECOZIMENTO .....	43
<b>5 CONCLUSÃO</b> .....	<b>48</b>
<b>6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>49</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Diagrama de uma célula de redução para alumínio primário (ABAL, 2012).....	4
Figura 2. Diagrama de fases Al-Nb (FILHO, 2005). .....	7
Figura 3. Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal (GARCIA,2007)....	8
Figura 4. Elemento de referência representativo do sistema metal/molde (DANTAS, 2014). .....	9
Figura 5. Modos de transferência de calor para cada trecho (resistência) do sistema durante a solidificação unidirecional adaptado de (KAKITANI, 2017). .....	10
Figura 6. Representação esquemática do dispositivo experimental utilizado para a solidificação unidirecional ascendente refrigerado à água (GOMES, 2012).....	12
Figura 7. Macro e microestruturas de solidificação adaptado de (COUTINHO, 2018).....	12
Figura 8. Macro e microestruturas de solidificação adaptado de (SILVA, 2017).....	13
Figura 9. Macro e microestruturas de solidificação adaptado de (CARVALHO, 2016).....	13
Figura 10. Representação de uma liga solidificada unidirecionalmente, mostrando as estruturas coquilhada, colunar e equiaxial (GOULART, 2010). .....	14
Figura 11. Representação esquemática da formação das estruturas de solidificação: SRC: Super-resfriamento; VL: Velocidade da Isoterma liquidus; GL: Gradiente Térmico; C0: Concentração de Solutos (GOULART, 2010).....	15
Figura 12. Esquema representativo de uma microestrutura dendrítica: espaçamentos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) (CHOUDHARY et al., 2017).....	16
Figura 13. Concentração de discordâncias em região adjacente a um contorno de grão (SCHAKELFORD, 2000). .....	16
Figura 14. Variação das propriedades mecânicas e função da deformação a frio (DIETER, 1976). ....	17
Figura 15. A hierarquia da microestrutura em um metal policristalino deformando por deslizamento. As várias características são mostradas em escala crescente: (a) Discordâncias, (b) Contornos das discordâncias, (c) Bandas de deformação e transição dentro de um grão, (d) Bandas de cisalhamento em escala de grão adaptado de (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004). .....	20
Figura 16. Cilindro de laminação duo com caneluras (HELMAN, 2012). .....	21
Figura 17. Diagrama esquemático dos principais estágios no recozimento: (a) estado encruado, (b) recuperado, (c) parcialmente recristalizado, (d) totalmente recristalizado, (e) crescimento de grão, (f) crescimento anormal de grão (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004).....	23
Figura 18. Fluxograma das atividades desenvolvidas no procedimento experimental. ....	24
Figura 19. Detalhamento do corte do lingote para obtenção das amostras para laminação adaptado de (SILVA, 2017). .....	25
Figura 20. a) Laminador (b) Rolo com perfil .....	26
Figura 21. Imagem representativa das linhas de referência para a realização do procedimento. ....	28
Figura 22. Equações relacionando tamanho de grão ASTM (G) com parâmetros microestruturais (ASTM E112-96). .....	28
Figura 23. Tabela para correlação do tamanho de grão ASTM (G) com parâmetros microestruturais. 28	28
Figura 24. Aparelho para ensaio de microdureza .....	29
Figura 25. Aparelho Sonelastic .....	29
Figura 26. Forno tipo mufla. ....	30
Figura 27. Evolução microestrutural ocasionada pela laminação do CP1.....	33
Figura 28. Evolução microestrutural ocasionada pela laminação do CP2.....	35
Figura 29. Evolução microestrutural ocasionada pela laminação do CP3.....	37
Figura 30. Evolução microestrutural ocasionado pela laminação do CP4. ....	38
Figura 31. Curvas de encruamento. ....	41
Figura 32. Diferença microestrutural em relação à superfície.....	42
Figura 33. Valores do módulo de elasticidade dinâmico pela posição em relação a base do molde.....	43
Figura 34. Evolução da microestrutura sujeita ao tratamento térmico de recozimento dos corpos de prova 5 e 6. ....	44
Figura 35. Evolução da microestrutura sujeita ao tratamento térmico de recozimento dos corpos de prova 5 e 6. ....	46
Figura 36. Curva de microdureza por tempo de recozimento. ....	46

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Propriedades físicas do alumínio (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012).....	3
Tabela 2. Propriedades mecânicas do alumínio (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012). .....	3
Tabela 3. Equações experimentais das variáveis térmicas (SILVA, 2017). .....	25
Tabela 4. Processamento mecânico - laminação a frio.....	32
Tabela 5. Parâmetros microestruturais para os diferentes corpos de prova e graus de deformação.....	39
Tabela 6. Evolução dos valores de microdureza. ....	40
Tabela 7. Microdureza na superfície dos corpos de prova. ....	41
Tabela 8. Módulo de elasticidade dinâmico. ....	42
Tabela 9. Evolução da microdureza para diferentes tempos de recozimento.....	47

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

Os processos de conformação mecânica são extremamente importantes para a indústria metalúrgica de modo que tem por objetivo transformar o lingote, com microestrutura bruta resultante da solidificação em produtos semielaborados com dimensões mais próximas do produto final. Também é utilizada conformação mecânica para aumentar a resistência mecânica de ligas não tratáveis termicamente através da distribuição dos microconstituintes, refinamento dos grãos e a introdução de tensão de endurecimento. Na indústria o processo de conformação mais utilizado é a laminação de modo que gera semimanufaturados com diversas aplicações em setores como transportes, construção civil, embalagens e bens de consumo. O processo de laminação é um processo de conformação mecânica que consiste na redução da seção transversal por compressão do metal, por meio da passagem entre dois cilindros com eixos paralelos que giram em torno de si mesmos (HELMAN, 2012).

O resultado de processos feitos após a solidificação do material como tratamentos térmicos e conformação mecânica serão afetados pela microestrutura inicial. De modo que a macro e microestrutura resultantes da solidificação são diretamente ligados aos parâmetros termodinâmicos envolvidos na solidificação e dessa forma afetam de forma direta as propriedades mecânicas e químicas do produto que são dependentes de variáveis como tamanho de grão, espaçamento dendríticos, composições químicas das fases, segregação e porosidades (GARCIA, 2011).

Os processos de conformação mecânica deformam o material armazenando energia no material principalmente na forma de discordâncias fazendo com que o metal passe para a condição de encruado. Desse modo processos de tratamento térmico (recozimento) são utilizados para acelerar a dissipação da energia provocando a recuperação, recristalização e crescimento de grãos no material. Na recuperação a estrutura praticamente mantém sua identidade modificando a densidade e distribuição de defeitos. Na recristalização a orientação do cristal do material é alterada pela passagem de contornos de alto ângulo pela estrutura deformada. Esses mecanismos diminuem as tensões residuais e o encruamento das ligas como resultado da ativação dos processos de restauração da estrutura (ESPÓSITO, 2006; CATORCENO, 2013).

O alumínio é o segundo elemento metálico mais abundante da crosta terrestre. É um metal jovem em escala industrial, entretanto é considerado o mais importante dos não ferrosos. Possuindo um elevado consumo anual só ficando atrás do ferro/aço. Possui uma grande adequabilidade técnica em aplicações de engenharia, arquitetura e indústria em que essa variedade está relacionada com suas características físico-químicas como baixo peso específico, resistência a corrosão, alta condutibilidade elétrica/térmica e infinita reciclagem. O alumínio pode combinar-se com a maioria dos metais de engenharia formando



ligas. As propriedades do alumínio dependem da microestrutura de solidificação, tratamentos térmicos e processos de conformação (ABAL, 2012; MARTINS, 2008).

As maiores jazidas de nióbio encontram-se no Brasil correspondendo por mais de 98%. É um metal usado principalmente na composição de ligas metálicas com altas propriedades mecânicas destinadas à produção de automóveis, oleodutos e turbinas de avião, entre outros. O nióbio na forma de óxido pode ser usado como semicondutor. Dessa forma as ligas Al-Nb são importantes sistemas binários resistentes a corrosão e altas temperaturas que se mostram bastante promissores para substituir as ligas à base de Ni (COUTINHO, 2015; ZHU et al., 2008).

## 1.2 OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo principal a avaliação da microestrutura e propriedades mecânicas da liga Al-0,8%Nb solidificada de forma unidirecional ascendente após ser conformada mecanicamente.

Para obtenção do objetivo geral proposto, foram necessários a realização dos seguintes objetivos específicos:

- Revisão bibliográfica acerca dos elementos (Alumínio e Nióbio) e ligas oriundas desses, solidificação unidirecional ascendente, macroestrutura e microestrutura e as relações dessas com o processo de solidificação e propriedades mecânicas, processos de conformação mecânica com ênfase no processo de laminação, tratamento térmico de recozimento e os efeitos no material deformado.
- Realização da conformação mecânica de corpos de prova da liga Al-0,8%Nb por meio da deformação a frio e posteriormente a execução de um tratamento térmico de recozimento com o objetivo de proporcionar a redução ou eliminação dos efeitos causados pela deformação mecânica.
- Caracterização experimental dos parâmetros microestruturais por meio de técnicas metalográficas e microscopia óptica das ligas deformadas.
- Avaliação das propriedades mecânicas por meio de ensaios mecânicos de microdureza Vickers e ensaios de excitação por impulso, e evolução da microdureza conforme a conformação mecânica e o tratamento térmico de recozimento.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 CONSIDERAÇÕES SOBRE OS ELEMENTOS

#### 2.1.1 Alumínio

O alumínio é o segundo elemento metálico mais abundante da crosta terrestre representando 8,1% da sua composição, o metal é encontrado na forma de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ), mas apesar de ser extremamente importante na indústria moderna é o metal mais jovem em escala industrial sendo produzido comercialmente há cerca de 150 anos. O alumínio segue o ferro/aço entre os metais de maior consumo anual sendo considerado o mais importante dos não ferrosos. A variedade de usos do alumínio está relacionada com suas características físico-químicas, com destaque para seu baixo peso específico, comparado com outros metais de grande consumo, resistência à corrosão, alta condutibilidade elétrica/térmica e infinita reciclagem. Essas particularidades das propriedades resultam em uma adequabilidade técnica para um campo extraordinário de aplicações em engenharia, arquitetura e indústria (ABAL, 2012). As propriedades físicas e mecânicas do alumínio estão presentes nas Tabelas 1 e 2.

Tabela 1. Propriedades físicas do alumínio (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012).

Propriedades Físicas					
Ponto de Fusão	Massa Específica	Coefficiente de Dilatação Térmico	Condutibilidade Elétrica	Condutibilidade Térmica	Refletividade
660° C	2,70 g/cm <sup>3</sup>	23.10 <sup>-6</sup>	61%IACS	0,53 Cal/cm/°C	80%

Tabela 2. Propriedades mecânicas do alumínio (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL), 2012).

Propriedades Mecânicas			
Limite de Resistência a Tração	Limite de escoamento	Módulo de elasticidade	Tensão de fadiga
48 MPa	12,7 Mpa	70 GPa	25% a 50% da tensão de ruptura

O alumínio foi descoberto no ano de 1809 por Sir Humphrey Davy, entretanto foi isolado pela primeira vez em 1825 por H. C. Oersted. As primeiras aplicações do metal foram limitadas a trabalhos suntuosos como, estatuetas e placas decorativas devido ao custo elevado de produção. Mais tarde (1886) foi desenvolvido um processo industrial econômico de redução representado na Figura 1. Neste ano, dois cientistas trabalhando independentemente, Charles Martin Hall, nos Estados Unidos, e Paul Louis Héroult, na França, inventaram o mesmo procedimento eletrolítico

para reduzir a alumina em alumínio. O procedimento ficou conhecido como Hall-Héroult, o processo consome cerca de 14,8 kWh (média brasileira) para a produção de um quilo de alumínio primário e é o que se usa atualmente (ABAL, 2012).

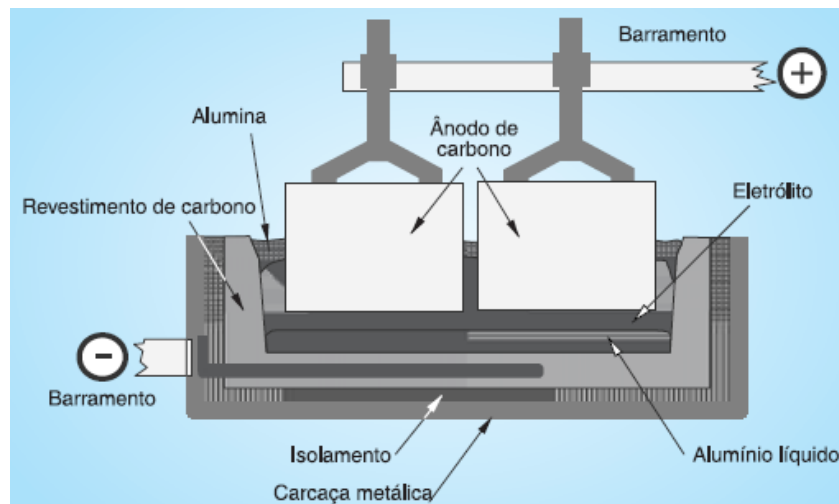


Figura 1- Diagrama de uma célula de redução para alumínio primário (ABAL, 2012).

Atualmente os maiores produtores mundiais de alumínio são Estados Unidos e Canadá, de modo que esses dependem exclusivamente da importação devido ao fato de não possuírem jazidas de bauxita em seu território. A obtenção do alumínio é feita a partir da bauxita esse que é o minério industrial mais importante para a produção de alumínio com um teor de óxido de alumínio entre 35% a 45% (ABAL, 2012).

O Brasil ocupa a 2ª posição no ranking mundial em produção do minério e possui a terceira maior reserva de bauxita do mundo cujo potencial é de 2,5 bilhões de toneladas, concentrada a maior parte na região Norte do país (estado do Pará), as quais tem como principal concessionária a empresa Mineração Rio do Norte S.A. - MRN. Podem ser encontradas também no Sudeste na região de Poços de Caldas (MG) e Cataguases (MG). A reserva abundante aliada a um alto potencial de geração de energia elétrica, que é insumo primordial para obtenção do alumínio primário coloca o Brasil na posição de sexto maior produtor de alumínio do mundo e o quarto na produção de alumina (VIEIRA e MAZZOLENIS, 2000; ANUÁRIO ESTATÍSTICO, 2007).

### 2.1.2 Ligas de Alumínio

O fato do alumínio poder combinar-se com a maioria dos metais de engenharia, chamados de elementos de liga, fazem com que sejam produzidas ligas de alumínio e obter características tecnológicas ajustadas à uma aplicação específica (ABAL, 2012).

O desenvolvimento de ligas de alumínio tem como um de seus principais objetivos a obtenção de ligas com maior resistência mecânica sem prejudicar outras propriedades. Para se alcançar esse objetivo, têm-se combinado composições químicas inéditas, novos tratamentos térmicos e ensaios

mecânicos e, conseqüentemente, a sua influência nas propriedades dessas novas ligas (ASKELAND e PHULÉ, 2008).

De uma forma geral, os métodos mais comuns utilizados para aumento de resistência mecânica são:

- Ligas não tratáveis termicamente: o ganho de resistência mecânica se dá por meio de constituintes de segunda fase, elementos de liga em solução sólida e trabalho mecânico por deformação a frio.
- Ligas tratáveis termicamente: o mecanismo de endurecimento é resultado da dissolução de elementos de liga em uma solução sólida, com a posterior precipitação.

Na literatura, encontra-se, em grande quantidade, pesquisas relacionadas aos dois tópicos mencionados. Por outro lado, há poucos trabalhos que correlacionam microestruturas, resultantes de processos de solidificação, e de conformação mecânica com as propriedades mecânicas, fazendo com que se torne um nicho a ser explorado (DUARTE, 2016).

As propriedades das ligas de alumínio dependem da complexa interação entre a composição química e a microestrutura desenvolvida durante a solidificação, os tratamentos térmicos e, para ligas de trabalho mecânico, do processo de deformação (MARTINS, 2008).

A designação do sistema de nomenclatura das ligas de alumínio não está internacionalmente padronizada, de modo que muitos países têm desenvolvido e publicado seus próprios padrões. O sistema mais amplamente reconhecido é o desenvolvido pela *Aluminum Association*, que divide as ligas em famílias por um sistema de quatro dígitos (DAVIS, 1993).

- 1xxx - Alumínio comercialmente puro
- 2xxx - Ligas nas quais o cobre é o principal elemento ligante, além de outros elementos como o magnésio, principalmente.
- 3xxx - Ligas nas quais o manganês é o principal elemento ligante.
- 4xxx - Ligas nas quais o silício é o principal elemento ligante.
- 5xxx - Ligas nas quais o magnésio é o principal elemento ligante.
- 6xxx - Ligas nas quais o magnésio e o silício são os principais elementos ligantes.
- 7xxx - Ligas nas quais o zinco é o principal elemento ligante, mas outros elementos como cobre, magnésio, cromo e zircônio podem ser especificados.
- 8xxx - Ligas que incluem algumas composições como estanho e lítio, caracterizando composições diversas.
- 9xxx - Reservado para uso futuro.

### 2.1.3 Nióbio

No ano de 1801 o elemento de número 41 foi descoberto pelo químico inglês Charles Hatchett quando analisava uma amostra de columbita. O nome dado ao elemento foi columbium, no ano seguinte o químico Anders Gustaf Ekeberg relatou a uma revista francesa a descoberta de um elemento que nomeou de tântalo. Em 1809 William Hyde Wollaston responsável pelos elementos ródio e paládio erroneamente anunciou que columbium e tântalo eram idênticos. Anos mais tarde Heinrich Rose estabeleceu que os minérios de tântalo continham um segundo elemento batizado como nióbio que corresponde na mitologia grega a filha de tântalo. Em 1950 149 anos após a descoberta de Hatchett, a União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC) adotou o nióbio como nome oficial (COUTINHO, 2015).

Os minerais ricos em nióbio são columbita, tantalita e pirocloro. As maiores jazidas de nióbio encontram-se no Brasil na forma de pirocloro respondendo no ano de 2009 por mais de 98% do total mundial, seguido pelo Canadá com pouco mais de 1%. As principais jazidas encontram-se em Araxá e Tapira, no estado de Minas Gerais, correspondendo a 75% do total nacional.

Nióbio foi aplicado pela primeira vez como material na indústria em 1933 para estabilizar aços inoxidáveis contra corrosão intergranular. Nos anos 60 pesquisas mostram que o nióbio possui propriedades microligantes que promovem melhorias na resistência do aço. Por volta de 1970 começou a ser utilizado em diversas aplicações tecnológicas como tratamentos térmicos a altas temperaturas em superligas. É um elemento pertencente ao grupo dos metais refratários devido ao seu alto ponto de fusão, é muito resistente a corrosão. Nos últimos anos o nióbio faz com que modernos projetos estruturais sejam mais eficientes, e ajuda a solucionar os complexos desafios da engenharia é empregado em automóveis, turbinas de avião, gasodutos, tomógrafos, na indústria aeroespacial, bélica e nuclear, superligas e supercondutores (COUTINHO, 2015).

### 2.1.4 Ligas de alumínio-nióbio

Metais refratários como o nióbio são cada vez mais aplicados em uma variedade de indústrias, como a indústria de processos químicos, de dispositivos médicos e até a aeroespacial. Em que pesquisas mostram que a adição de elementos microligantes como o Nb mesmo em baixas concentrações resultam em microestruturas mais refinadas que modificam as propriedades mecânicas da liga (GAO et al., 2018; GHATEI KALASHAMI et al., 2017).

As ligas de Al-Nb são um importante sistema binário. Ligas a base de Al-Nb são resistentes a corrosão e altas temperaturas. As ligas a base de Nb mostram uma grande promessa de substituir as ligas à base de Ni, de modo que essas chegaram a um limite de temperatura de aproximadamente 1050 ° (ZHU et al., 2008).

O diagrama de fases alumínio-nióbio é mostrado na Figura 2. Três fases intermediárias são encontradas neste sistema; duas delas, AlNb<sub>2</sub> e Al<sub>3</sub>Nb, entram em processo de fusão a 1800 °C e

1750 °C, respectivamente. A terceira fase, AlNb<sub>3</sub>, decompõe-se a 2120 °C. O composto AlNb<sub>3</sub> ganhou importância prática, devido a esta fase e correspondentes ligas ternárias apresentarem propriedades de supercondutividade elétrica (FILHO, 2005).

A combinação do alumínio e Nióbio é promissora para a aplicação de capacitores. De modo que o nióbio é um potencial substituto em relação ao tântalo na industrial de capacitores com vantagens no aumento da constante dielétrica. A adição do nióbio e alumínio à ligas de titânio gera uma combinação de fases que gera uma microestrutura com valores mais altos de resistência a tração (SÁ et al., 2006; OLIVEIRA, 1998).

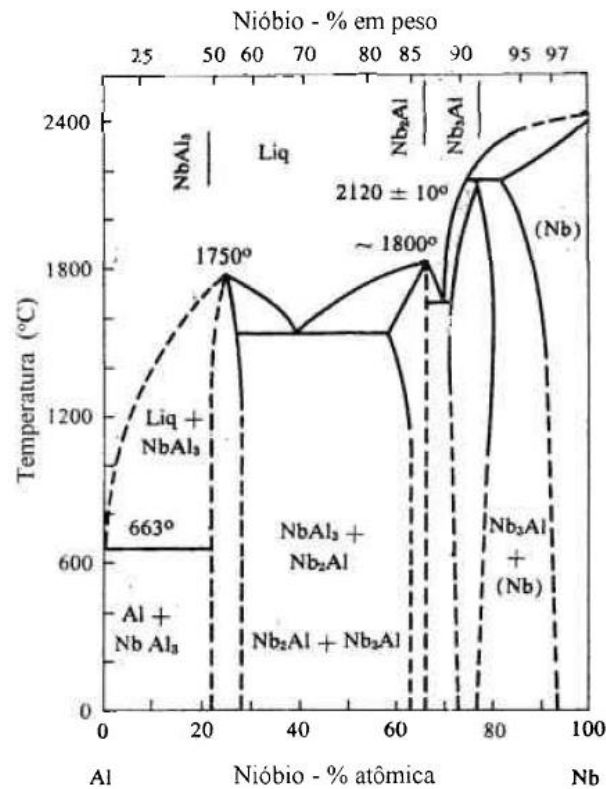


Figura 2. Diagrama de fases Al-Nb (FILHO, 2005).

## 2.2 SOLIDIFICAÇÃO: ASPECTOS GERAIS

A solidificação das ligas metálicas pode ser considerada a transformação da fase líquida para a fase sólida acompanhado do decréscimo de temperatura e liberação de energia na forma de calor na busca por um nível energético de maior estabilidade. A transformação líquido/sólido libera calor latente em uma fronteira móvel que separa as duas fases de propriedades termo físicas distintas logo se dá a nucleação e o crescimento de partículas da fase sólida no interior da fase líquida, para ocorrer a solidificação são necessários dois passos: nucleação que pode ser heterogênea ou homogênea e crescimento do núcleo. A Figura 3 apresenta o encadeamento dos fenômenos ocorridos durante a solidificação de um metal (SANTOS, 2006).

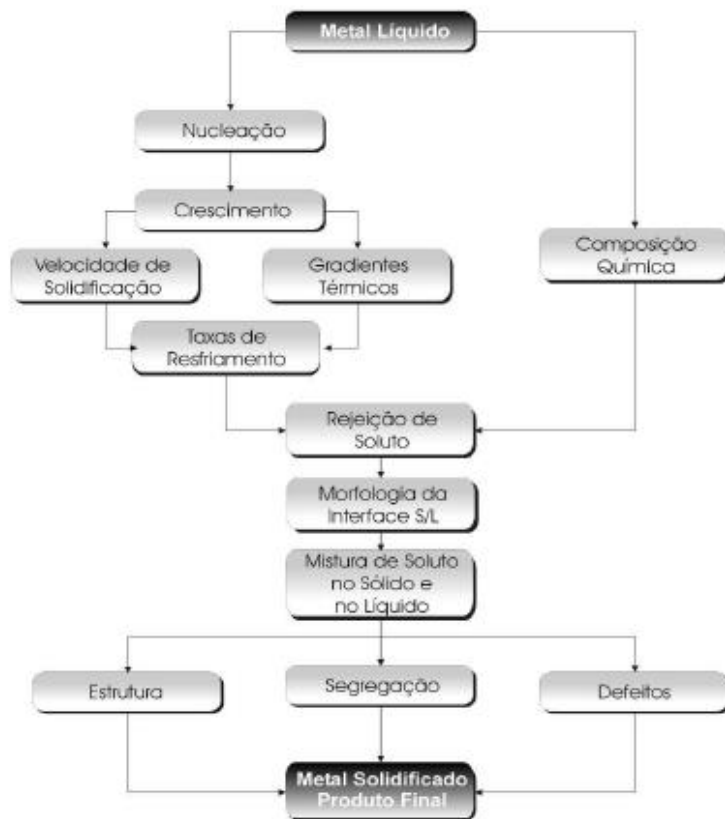


Figura 3. Encadeamento de fatores e eventos durante a solidificação de um metal (GARCIA,2007).

Para se alcançar a fase de maior estabilidade termodinâmica deve ocorrer um agrupamento de átomos formando arranjos com ordenação cristalina de curto alcance. Esses arranjos serão os embriões que irão originar os grãos do material. Para sua sobrevivência terão um formato aproximado de esferas para minimizar a energia livre que aumenta conforme a área superficial cresce (KAKITANI, 2017).

Como dito anteriormente o processo de solidificação consiste na nucleação e o posterior crescimento. Essa pode ser homogênea ou heterogênea, de modo que a primeira ocorre de forma completamente aleatória, no caso da nucleação heterogênea, existem regiões na matriz que favorecem o aparecimento dos precipitados e a reação é de forma mais rápida. Regiões de contornos de grãos, discordâncias, inclusões entre outros, são preferenciais para a formação de precipitados (GARCIA, 2007).

### 2.2.1 Parâmetros Térmicos de Solidificação

Tanto a macroestrutura quanto as microestruturas resultantes da solidificação são diretamente ligadas aos parâmetros termodinâmicos envolvidos na solidificação e afetam diretamente as propriedades mecânicas e químicas do produto que são dependentes de variáveis como tamanho de grão, espaçamentos dendríticos, espaçamentos lamelares ou fibrosos, heterogeneidade da composição química, do tamanho, forma e distribuições das inclusões e da porosidade formada. Tratamento térmico, laminação, forjamento e outros processos de conformação mecânica podem ser





denominada transferência newtoniana (Figura 5) de modo que pode destacar a transferência newtoniana na interface metal/molde, por conta da superfície do molde, molhabilidade parcial do líquido no molde e contração do metal quando solidificado, o contato entre o metal sólido e a parede do molde não é perfeito possuindo um gap entre o metal e o molde onde se encontram gases aprisionados (KAKITANI, 2017).

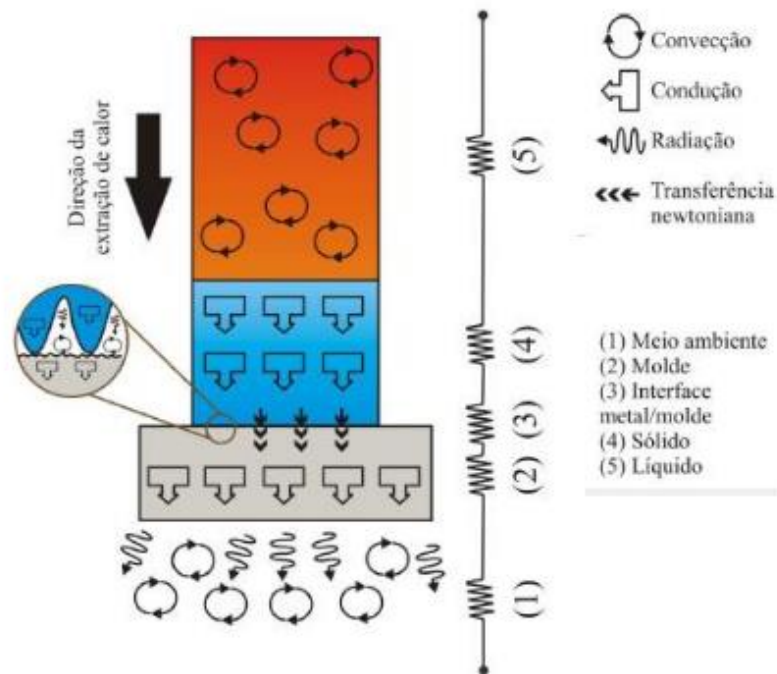


Figura 5. Modos de transferência de calor para cada trecho (resistência) do sistema durante a solidificação unidirecional adaptado de (KAKITANI, 2017).

O inverso dessa resistência é conhecido como coeficiente de transferência de calor metal/molde ( $h_i$ ). A resistência térmica na interface metal/molde varia com o tempo e para moldes refrigerados pode ser apresentada na forma de um coeficiente global de transferência de calor ( $h_g$ ) que incorpora as resistências térmicas metal/molde, da espessura do molde refrigerado e do fluido de refrigeração. A partir da caracterização dos perfis transitórios dos coeficientes de transferência de calor ao longo da solidificação, é possível a determinação das velocidades de deslocamento da isoterma *liquidus*, dos gradientes térmicos e das taxas de resfriamento ao longo do processo (GOMES, 2012).

## 2.2.2 Solidificação Unidirecional

A análise do processo de solidificação unidirecional envolve o conhecimento da distribuição de temperatura no sistema metal/molde e a determinação da cinética apresentada durante a transformação. Essas em conjunto com as técnicas de caracterização de macroestruturas, microestruturas e de análise de segregação de solutos permite avaliar a influência dos parâmetros térmicos envolvidos nos processos dos produtos gerados e, dessa forma permitindo inter-relacionar

aspectos de operação com características da microestrutura e de propriedades finais como resistência mecânica, à fadiga e ao desgaste fornecendo ferramentas de programação prévia do produto (DUARTE, 2016).

Os dispositivos de solidificação unidirecional podem ser do tipo horizontal ou vertical. A solidificação unidirecional vertical, em condições transitórias, pode ser estudada considerando a direção do fluxo de calor extraído e o sentido de avanço da frente de solidificação que pode ser ascendente ou descendente (ROSA, 2007).

### **2.2.2.1 Solidificação unidirecional vertical ascendente em regime transiente**

O dispositivo para a solidificação unidirecional vertical ascendente foi projetado para receber o metal líquido em um molde cilíndrico e a solidificação iniciar-se através do acionamento da água de refrigeração na parte inferior do molde. Essa configuração possibilita que a extração de calor necessária para a transformação do líquido em sólido ocorra de forma vertical e de baixo para cima (DUARTE, 2016).

Um conjunto de termopares inseridos dentro do molde, em diferentes posições a partir da base refrigerada, permite o registro da evolução térmica durante todo o processo, que será utilizado posteriormente para a determinação dos parâmetros térmicos da solidificação. Com a solidificação evoluindo em sentido contrário ao da ação da gravidade, o peso próprio do lingote atua no sentido de favorecer o contato térmico com a base refrigerada (ROSA, 2007; DUARTE 2016).

Pelo fato do perfil de temperaturas ser crescente em direção ao topo do lingote e o líquido com maior densidade estar próximo à fronteira sólido/líquido não ocorrem correntes de convecção por diferenças de temperatura ou de densidade. Dessa forma essa variável não é levada em consideração pelo fato da transferência de calor ser essencialmente por condução térmica (COUTINHO, 2018; ROSA, 2007).

O dispositivo representado na Figura 6 conta com os seguintes componentes: (1) Aquisição de dados via computador e software de aquisição de dados; (2) Material refratário isolante (camada cerâmica); (3) Resistências elétricas (sistema de aquecimento); (4) Lingoteira bipartida; (5) Termosensores (termopares); (6) Registrador de dados térmicos; (7) Base extratora de calor (câmara de refrigeração); (8) Rotâmetro; (9) Controlador de potência do forno; (10) Metal líquido.

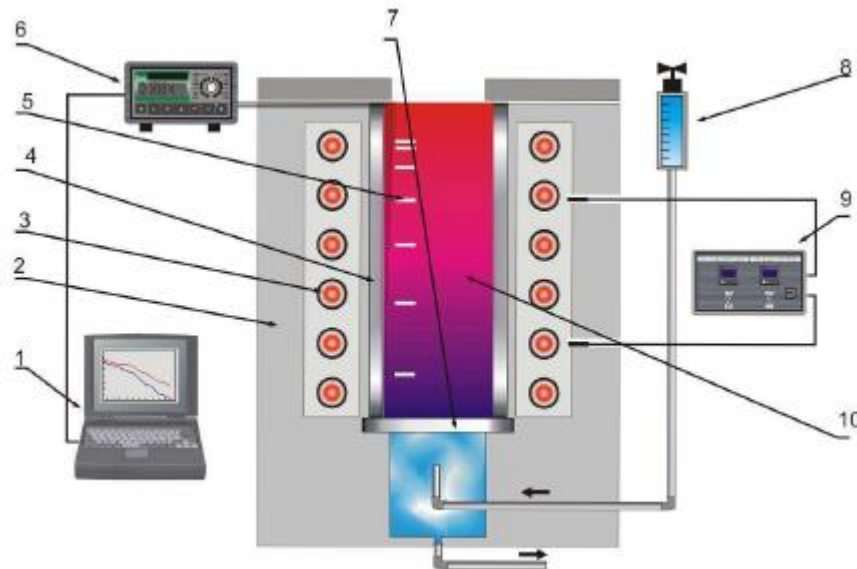


Figura 6. Representação esquemática do dispositivo experimental utilizado para a solidificação unidirecional ascendente refrigerado à água (GOMES, 2012).

A solidificação unidirecional ascendente favorece uma micro e macroestrutura característica, de modo que essas estão diretamente ligadas aos parâmetros termodinâmicos envolvidos na solidificação e afetam diretamente a propriedade mecânica e química do produto. A microestrutura muda para diferentes posições no lingote esse comportamento pode ser observado nas Figuras 7, 8 e 9 e são demonstradas pelas seguintes literaturas: Caracterização microestrutural e mecânica de ligas diluídas de alumínio-nióbio; Correlação entre as propriedades mecânicas e microestruturais da liga Al0,4%Nb em diferentes condições de solidificação; A influência do cobre nas microestruturas e propriedades mecânicas de uma liga Al-2%Ni solidificadas com fluxo de calor unidirecional e transiente (SILVA, 2017; COUTINHO, 2018; CARVALHO, 2016).

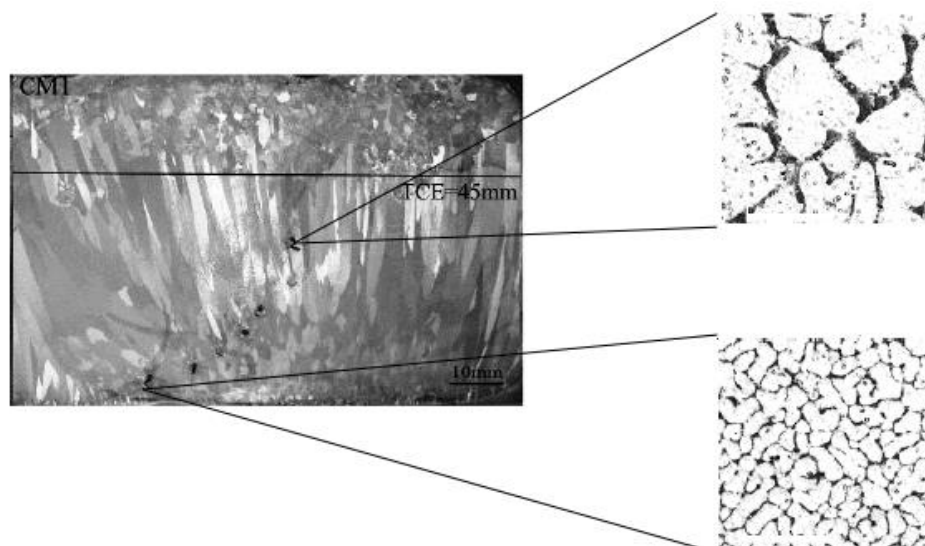


Figura 7. Macro e microestruturas de solidificação adaptado de (COUTINHO, 2018).

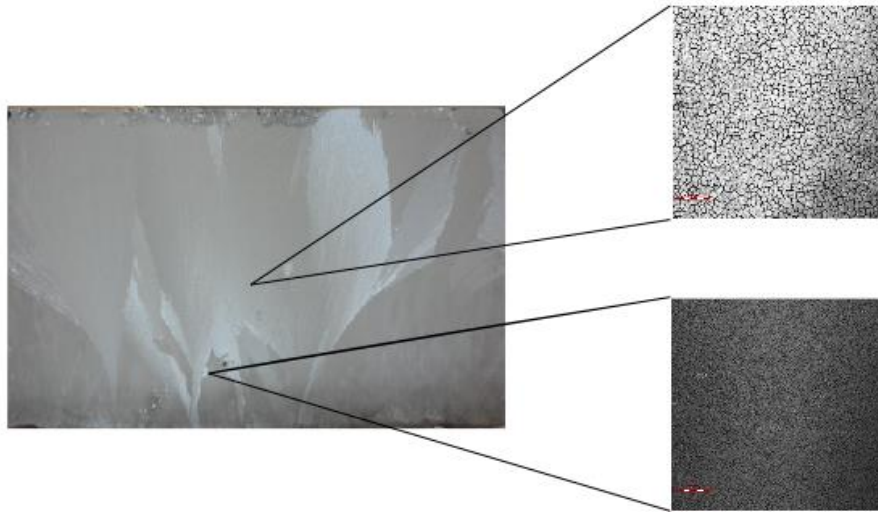


Figura 8. Macro e microestruturas de solidificação adaptado de (SILVA, 2017).

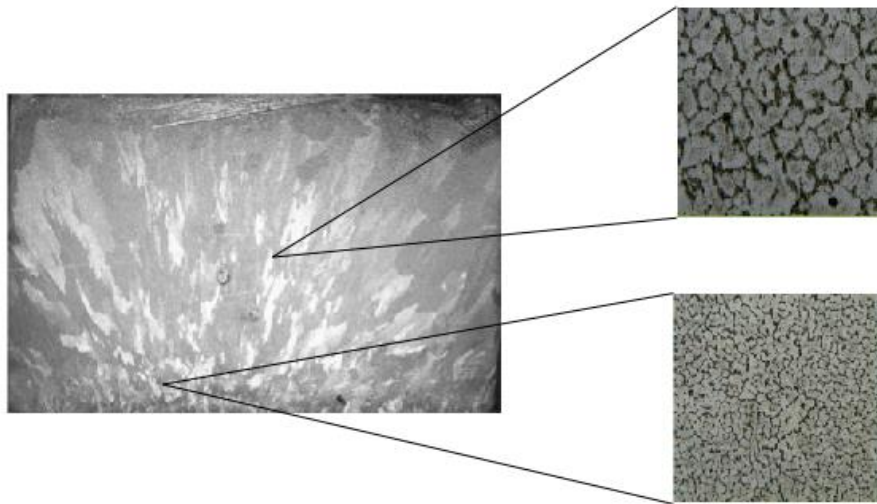


Figura 9. Macro e microestruturas de solidificação adaptado de (CARVALHO, 2016).

## 2.2.3 Macro e microestrutura de solidificação

### 2.2.3.1 Macroestrutura

A solidificação de ligas metálicas processa-se a partir da formação no líquido, de núcleos sólidos que em condições termodinâmicas favoráveis, crescem dando origem aos grãos cristalinos que definirão a macroestrutura da peça. A macroestrutura de um metal dessa forma é caracterizada pelas dimensões, orientação, forma e distribuição de seus grãos cristalinos (GOULART, 2010).

A solidificação é caracterizada por uma ampla variedade de microestruturas. A estrutura mais comum é a dendrítica que pode apresentar morfologia colunar ou equiaxial. A estrutura é chamada de colunar quando o crescimento dos grãos parte da superfície do molde é preferencialmente orientado em uma direção próxima ao fluxo de calor, enquanto os grãos

equiaxiais crescem em todas as direções espaciais, levando a um material com propriedades mecânicas mais isotrópicas e um campo de composição mais homogênea que o de uma estrutura colunar. Dependendo da aplicação, um tipo de grão é preferido e assim favorecido, para motores de automóveis prefere-se grãos equiaxiais e grãos colunares para lâminas de turbina (COUTINHO, 2018; REINHART et al., 2005).

A macroestrutura é composta de três zonas. Estas são a zona coquilhada (observada nas proximidades das paredes do molde), a zona colunar (composta de grãos alongados cujo crescimento é preferencialmente orientado em uma direção próxima ao fluxo de calor), a zona equiaxial (localizada na parte central em que os grãos crescem em todas as direções espaciais). Todas as quatro zonas podem ou não estar presentes em um caso particular e são mostradas na Figura 10 (CARVALHO et al., 2014).

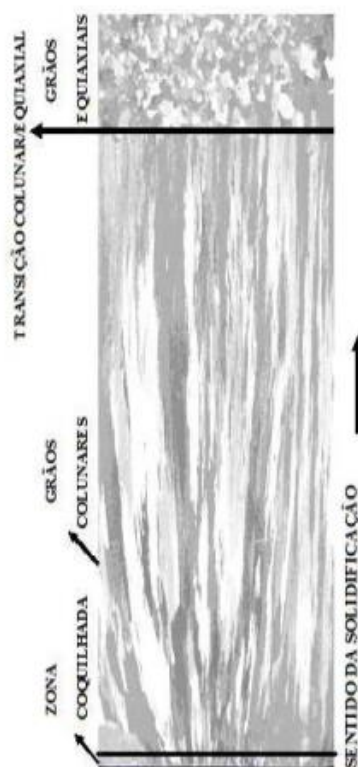


Figura 10. Representação de uma liga solidificada unidirecionalmente, mostrando as estruturas coquilhada, colunar e equiaxial (GOULART, 2010).

### 2.2.3.2 Microestrutura

No processo de solidificação a forma da interface entre o sólido e o líquido (S/L) estão diretamente relacionadas com as microestruturas. A rejeição do soluto ou do solvente na interface sólido/líquido durante o processo de solidificação gera um gradiente térmico do perfil de temperaturas liquidus que dá origem a um fenômeno que favorece a nucleação, conhecido na literatura como super-resfriamento constitucional (SRC) (GARCIA, 2007; NASCIMENTO, 2011; ROSA, 2004).

A solidificação é regida por duas condições: a de equilíbrio e fora de equilíbrio. Na primeira condição o avanço da fronteira (S/L) é lento o suficiente para que o soluto rejeitado seja homogeneizado ao volume do líquido pelo processo de difusão e movimentação do líquido. Nessas condições que são típicas de metais puros a interface permanece plana. Caso a solidificação ocorra fora de equilíbrio, a velocidade de deslocamento da interface (S/L) é alta o que provoca uma distribuição não uniforme no líquido à frente da interface, originando instabilidade (NASCIMENTO, 2011; CARVALHO, 2016).

Dependendo do valor do SRC ocorrem instabilidades na interface (S/L), originando diferentes morfologias: plana, celular e dendrítica como mostrado na Figura 11. Quando uma liga binária diluída é solidificada com uma pequena quantidade de SRC a interface desenvolve uma morfologia celular. Com o aumento do grau de super-resfriamento constitucional as instabilidades se intensificam e dessa forma surgem braços secundários que caracterizam a rede dendrítica. As distâncias entre os centros das células (intercelulares) e de ramificações (interdendríticos) são utilizados para determinar os efeitos das condições de solidificação sobre a microestrutura formada (ROSA, 2004).

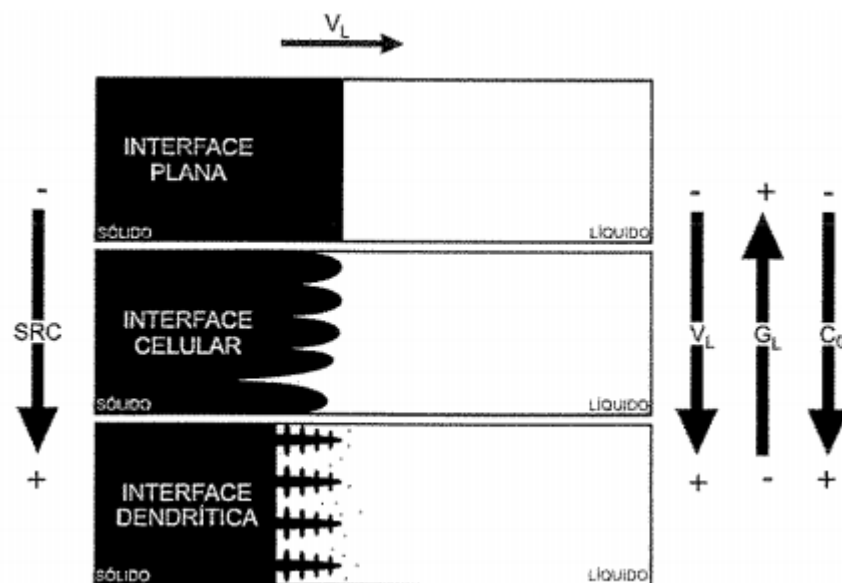


Figura 11. Representação esquemática da formação das estruturas de solidificação: SRC: Super-resfriamento;  $V_L$ : Velocidade da Isotherma liquidus;  $G_L$ : Gradiente Térmico;  $C_0$ : Concentração de Solute (GOULART, 2010).

Com isso estruturas completamente dendríticas apresentam parâmetros estruturais denominados espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) como mostrado na Figura 12. As características de microestrutura, produtos segregados, porosidade e contornos de grão constituem o arranjo estrutural responsável pelas características mecânicas da liga (COUTINHO, 2018).

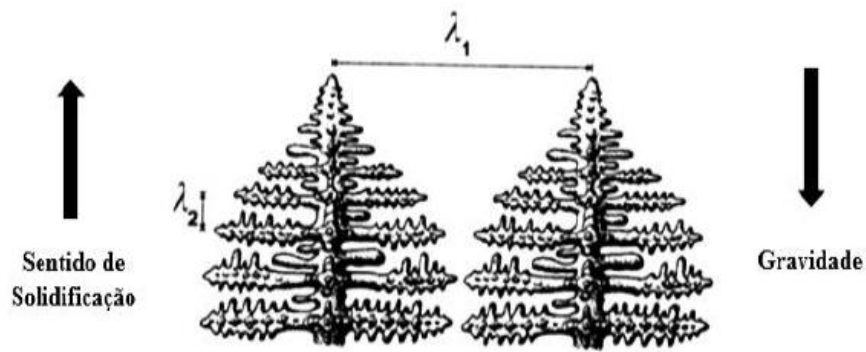


Figura 12. Esquema representativo de uma microestrutura dendrítica: espaçamentos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) (CHOUDHARY et al., 2017).

### 2.3 ENCRUAMENTO

Um metal quando deformado plasticamente a frio absorve parte da energia utilizada na deformação, de modo que essa é “retida” na forma de energia dos defeitos da rede cristalina fazendo com que o metal passe para a condição de encruado. Todo material cristalino possui uma quantidade de discordâncias desde o processo de solidificação de maneira que com a deformação plástica essa quantidade de defeitos aumenta (LOBATO, 2016).

O impedimento da livre movimentação das discordâncias devido a sua própria interação ou com outros obstáculos, como solutos e contornos de grãos gera uma necessidade de energia cada vez maior para que ocorra essa movimentação, e conseqüentemente a deformação plástica é acompanhada por uma demanda maior de tensão para deformar o material (CALLISTER, 2016). A Figura 13 ilustra a concentração de discordâncias observada em microscópio eletrônico de transmissão (TEM), em uma região adjacente a um contorno de grão.

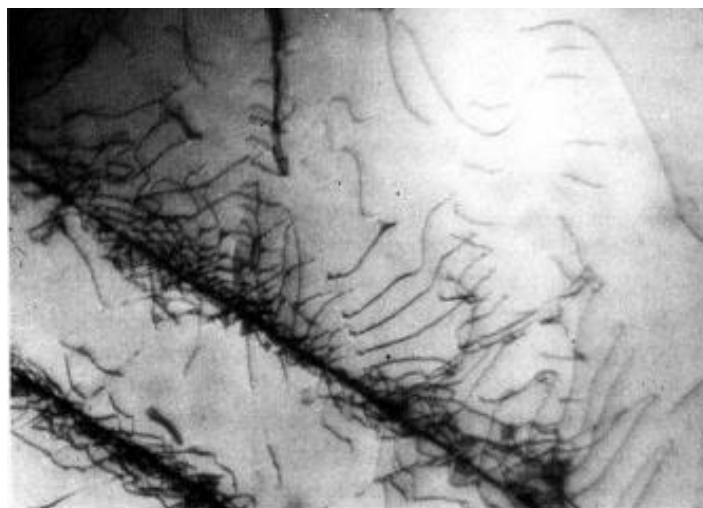


Figura 13. Concentração de discordâncias em região adjacente a um contorno de grão (SCHAKELFORD, 2000).

O aumento do encruamento é atribuído principalmente ao aumento da densidade de discordância e a assimetria dos contornos de baixo ângulo. O aumento do número de discordâncias é decorrente de vários obstáculos à sua livre movimentação, como outras discordâncias, contornos de grão e de subgrão, átomos de soluto, partículas de segunda fase e filmes superficiais (GONÇALVES, 2003).

A Figura 14 apresenta a variação das propriedades mecânicas de um material metálico, quando trabalhado a frio. Pode-se observar que há um aumento do limite de escoamento e resistência a tração e uma queda acentuada da ductilidade (estricção e alongamento).

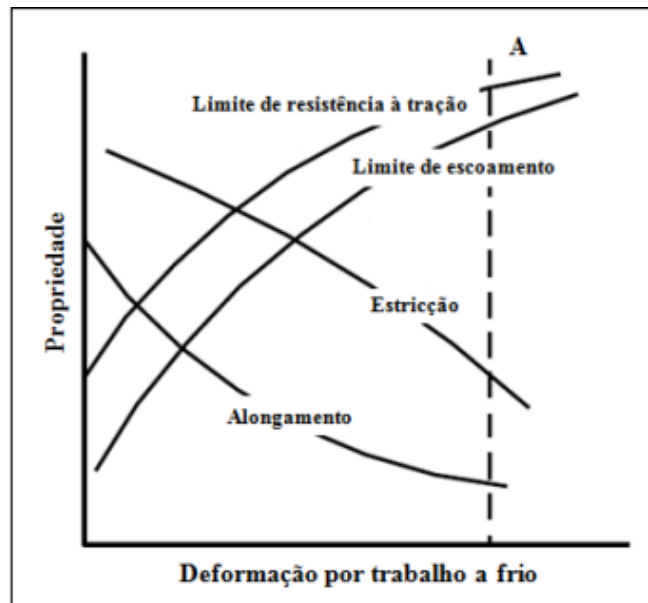


Figura 14. Variação das propriedades mecânicas e função da deformação a frio (DIETER, 1976).

## 2.4 CONFORMAÇÃO MECÂNICA

A área da engenharia denominada em termos gerais “conformação mecânica” tem por objetivo a análise do processo de fabricação de peças por meio da deformação plástica. Os processos de conformação mecânica são nos quais as modificações de forma são provocadas pela aplicação de tensões externas (BRESCIANI, 1997; HELMAN, 2012).

Os processos mecânicos são constituídos pelos processos de conformação plástica, para os quais as tensões aplicadas são geralmente inferiores ao limite de resistência à ruptura do material, e pelos processos de conformação por usinagem, para os quais as tensões aplicadas são sempre superiores ao limite mencionado, sendo a forma final, portanto, obtida por retirada de material (BRESCIANI, 1997).

A importância dos metais na tecnologia moderna deve-se, em grande parte, à facilidade com que eles podem ser formados em formas úteis. A conformação mecânica para a produção de peças metálicas inclui um grande número de processos, que de acordo com o tipo de esforços aplicados, podem ser classificados por algumas categorias, a saber:



- processos de compressão direta
- processos de compressão indireta
- processos de tração
- processos de dobramento
- processos de cisalhamento

As operações de conformação têm pelo menos dois objetivos. O primeiro é produzir alguma forma desejada (blocos, placas, tarugos, fio-máquina entre outros) e o segundo é modificar as propriedades dos materiais através da distribuição dos microconstituintes, refinamento dos grãos e a introdução de tensão de endurecimento.

#### **2.4.1 Influência da temperatura em processos de conformação mecânica de metais**

Em função da temperatura e do material utilizado a conformação mecânica pode ser classificada como trabalho a frio, a morno e a quente. De modo que cada um desses fornecerá características especiais ao material e à peça obtida. Essas temperaturas podem variar desde a temperatura ambiente até temperaturas próximas ao ponto de fusão (HELMAN, 2012). No que diz respeito a temperatura de deformação em relação da temperatura de fusão do material objeto do processamento, os processos conformação classificam-se da seguinte forma:

- Trabalho mecânico a quente, quando o material é deformado em uma temperatura acima de  $0,5T_f$  a estrutura ao ser deformada poderá experimentar os fenômenos de recuperação ou recristalização dinâmica seguida de recuperação ou recristalização estática.
- Trabalho mecânico a morno, quando o material é deformado em uma temperatura no intervalo entre  $0,2T_f$  e  $0,5T_f$  a estrutura ao ser deformada poderá experimentar somente o fenômeno de recuperação.
- Trabalho mecânico a frio, quando o material é deformado em uma temperatura abaixo de  $0,2T_f$  a estrutura deformada não experimentará nenhum fenômeno de restauração (recuperação ou recristalização).

Trabalho a quente é definido como deformação sob condições de temperatura e taxa de deformação fazendo com que ocorra um processo de recuperação e recristalização simultâneo com a deformação. Enquanto o trabalho a frio é a deformação realizada sob condições em que os processos de recuperação não são eficazes, de modo que o material é endurecido por encruamento (DIETER, 1981).

No trabalho a quente, o encruamento e a estrutura distorcida dos grãos produzidas pela deformação são eliminados muito rapidamente pela formação de novos grãos como resultado da recristalização. É possível conseguir deformações muito maiores no trabalho a quente pelo fato dos processos de recuperação acompanharem a deformação. O trabalho a quente ocorre com uma tensão

essencialmente constante de modo que com o aumento da temperatura a tensão de escoamento plástico diminui e dessa forma a energia necessária para a deformação é menor para o trabalho a quente em relação ao frio. Para o trabalho a frio não é possível grandes deformações sem causar fraturas ao material. Em que é possível realizar tratamentos térmicos como o recozimento para aliviar os efeitos do encruamento (DIETER, 1981).

Ao realizar processos de trabalho mecânico a frio em um metal, este pode passar para condição de encruado. Tal fato gera deformação na rede cristalina do material, a qual é proporcional a força aplicada para a deformação plástica ocorrendo uma maior deformação quanto maior a força aplicada. A laminação a frio pode combinar sequências de reduções alternados com sequências de tratamentos de recozimento intermediários com o intuito de diminuir a formação de trincas (CHIAVERINI, 1987).

#### **2.4.2 Processos de conformação mecânica de metais e microestrutura**

A microestrutura de um metal sofre sucessivas mudanças durante a deformação plástica, a primeira delas é a mudança no formato dos grãos, que após esforços de compressão, se tornam mais alongados e também aumentam consideravelmente a área total dos contornos de grão. Há um aumento contínuo das discordâncias durante a deformação que interagem entre si formando subestruturas mais complexas (OLIVEIRA, 2009).

A microestrutura desenvolvida devido a deformação plástica depende de sua estrutura cristalina, da temperatura e da deformação aplicada, da composição química, modo e taxa de deformação e a energia de defeito de empilhamento (EDE). A microestrutura sofre diversas modificações durante o processo de deformação plástica. De modo que a principal é o aumento da densidade de discordâncias no material. Esse aumento fornece o potencial energético para a ocorrência dos fenômenos de recuperação e/ou recristalização (LINS, 2005).

Com o aumento da tensão são geradas discordâncias de modo a aumentar a área total dos contornos de grão com o avanço da deformação. A orientação cristalográfica dos grãos tende a se alinhar em torno da direção da tensão aplicada. Aparece também, em nível microscópico, uma estrutura interna dentro dos grãos. Metais de alta ou moderada energia de falha de empilhamento, como ligas de alumínio deformam por deslizamento. Na maioria dos casos, a deformação é heterogênea, e porque os cristais geralmente mudam de orientação durante a deformação. Regiões com diferentes orientações são desenvolvidas dentro dos grãos de forma que existe uma hierarquia na microestrutura como mostrado na Figura 15 (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004).

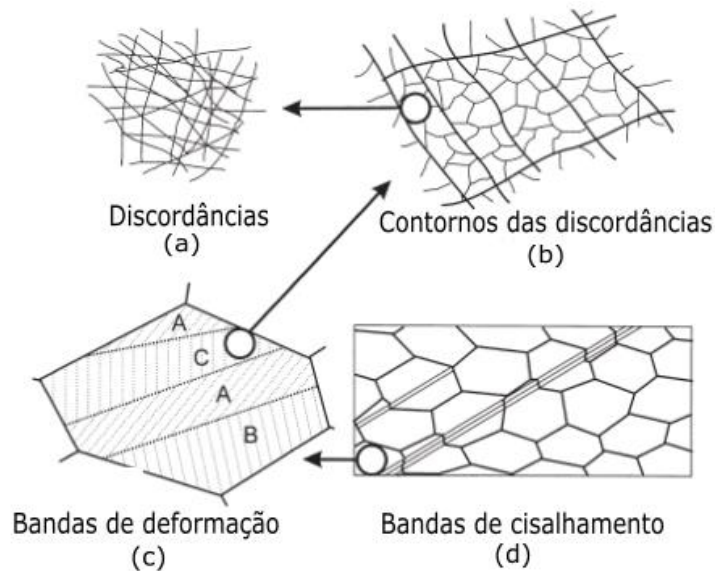


Figura 15. A hierarquia da microestrutura em um metal policristalino deformando por deslizamento. As várias características são mostradas em escala crescente: (a) Discórdâncias, (b) Contornos das discórdâncias, (c) Bandas de deformação e transição dentro de um grão, (d) Bandas de cisalhamento em escala de grão adaptado de (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004).

O material contendo defeitos é termodinamicamente instável, de modo que com a deformação plástica há uma forte tendência destes defeitos se concentrarem junto aos contornos de grão e nas chamadas heterogeneidades de deformação (bandas de deformação e de cisalhamento). Esses locais possuem uma alta energia e dessa forma são preferenciais para a nucleação de novos grãos (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004).

### 2.4.3 Laminação

Neste processo de conformação mecânica o metal é forçado a passar entre dois cilindros girando em sentido oposto com a mesma velocidade superficial, distanciados entre si a uma distância menor que o valor da espessura da peça a ser deformada, de forma a reduzir a área de uma seção transversal e conseqüentemente alongar o material (CHIAVERINI, 1986; HELMAN, 2012).

A laminação é um processo de conformação mecânica executado por compressão direta, sem retirada do material com o objetivo de obter deformação plástica no metal conformado. Nesse processo o material é submetido a altas tensões compressivas devido ao pensamento dos rolos e tensões cisalhantes superficiais resultantes da fricção entre os rolos e o material. Pode ser dividido em relação a temperatura de trabalho, em laminação a quente ou a frio (DIETER, 1981).

É o processo de deformação plástica mais utilizado, pelo fato de apresentar alta produção e possibilidade de controle dimensional do produto acabado bastante preciso. A laminação tem como objetivo básico dar forma ao material, melhorar a estrutura interna, propriedades mecânicas e qualidade superficial (DIETER, 1981).

Existem variadas disposições de cilindros de laminação. O mais simples é constituído por dois cilindros de eixos horizontais, colocados verticalmente um sobre o outro. Este tipo de equipamento é chamado de laminador duo que pode ser reversível ou não. Além desse existem o laminador trio, Sendzimir, universal, planetário e outros (HELMAN, 2012).

No processo de laminação raramente consegue-se reduzir a área almejada em um só passe. Desse modo o equipamento deve submeter o material a uma sequência de passes, no caso de o equipamento apresentar somente um conjunto de cilindros isso pode ser conseguido variando a distância entre os cilindros de trabalho ou mantendo a distância fixa e modificando o diâmetro do cilindro ao longo de seu comprimento apresentando reentrâncias, também chamadas caneluras como mostrado na Figura 16 (HELMAN, 2012).

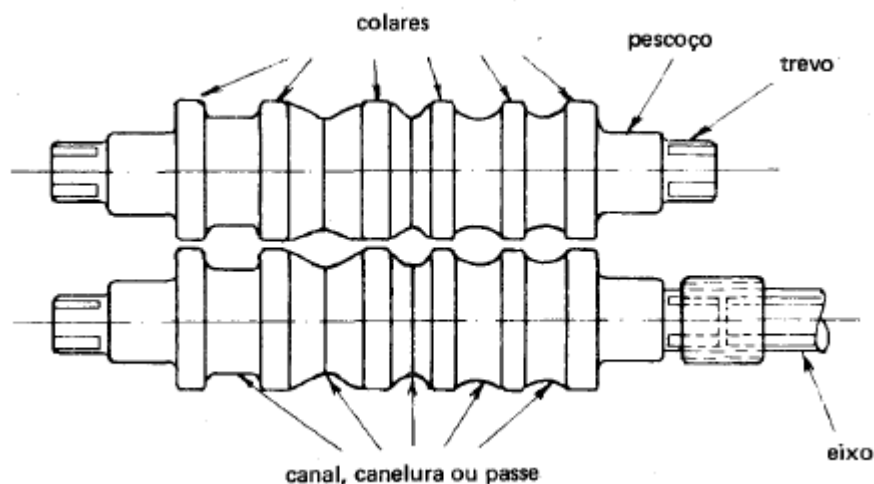


Figura 16. Cilindro de laminação duo com caneluras (HELMAN, 2012).

## 2.5 RECUPERAÇÃO, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃOS

Após a liga ser submetida a deformação, se formam e acumulam defeitos com altas energias, termicamente instáveis na microestrutura (bandas de cisalhamento, discordâncias, maclas e subgrãos). Pode-se eliminar parte dos defeitos por recozimento diminuindo a energia interna através dos processos de recuperação e recristalização. De modo que esses diminuem as tensões residuais e o encruamento das ligas como resultado da ativação dos processos de restauração da estrutura (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004)

A recuperação é o conjunto de processos que leva à diminuição da quantidade de defeitos microestruturais sem que haja a migração de contornos de alto ângulo. Essas mudanças indicam uma restauração parcial das propriedades a valores anteriores ao processo de deformação. Isso acontece por alteração da densidade e redistribuição dos defeitos cristalinos em que esse remove os defeitos pontiformes e rearranja as discordâncias para formação de contornos de baixo ângulo de modo a minimizar a energia (CATORCENO, 2013).

Durante o recozimento o principal processo é o crescimento de subgrãos que acontece mediante migração de contornos de baixo ângulo. De modo que esses processos se dão pelo escorregamento das discordâncias, sendo assim a recuperação depende da natureza do metal. Ligas com alta EDE são mais susceptível a recuperação que ligas com baixa EDE, de modo que metais com baixa Energia de Defeito de Empilhamento tendem a formar uma distribuição mais homogênea das discordâncias, entretanto tem menor mobilidade e que as discordâncias têm mais dificuldade de se aniquilarem pois estão afastadas entre si. Já materiais com alta EDE possuem uma distribuição de discordâncias bastante associadas entre si fazendo com que tenham maior mobilidade e facilitando aniquilação das discordâncias de sinais opostos (LINS, 2005; ESPÓSITO, 2006)

As mudanças microestruturais provocadas na liga são sutis e acontecem em pequena escala. Em que a microestrutura observada por microscópio óptico normalmente não revela muita mudança. Sendo assim a recuperação pode ser medida indiretamente por técnicas de grandeza/tamanho, como por exemplo pelo acompanhamento de propriedades físicas e mecânicas (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004).

Já na recristalização a energia armazenada devido à prévia deformação gera a formação e migração dos contornos de grão de alto ângulo eliminando dessa forma os defeitos cristalinos. A recristalização cria mudanças microestruturais como mudança do tamanho de grão e na textura como consequência da nucleação e do crescimento de novos grãos que podem ser observadas em microscópio óptico. Se o grau de deformação prévia é insuficiente, a recristalização não ocorre, sendo assim para maiores graus de deformação aumenta-se a velocidade de nucleação e a temperatura de recristalização é menor (HATCH, 1984; CATORCENO, 2013).

A recristalização de uma microestrutura que foi deformada plasticamente recebe o nome de recristalização primária, de modo que ocorre principalmente nos contornos e grão deformados em que o crescimento dos novos grãos livres de deformação ocorre a partir de núcleos que aumentam de tamanho até substituir completamente o grão de origem. A recristalização secundária é o processo de crescimento rápido e exagerado de grãos maiores à custa dos menores que pode ocorrer no material totalmente recristalizado (CATORCENO, 2013; LINS, 2005).

A recristalização é função do tempo e temperatura, essa pode ser mais rápida e intensa dependendo dessas duas variáveis. A temperatura de recristalização é a temperatura mínima necessária para garantir uma completa recristalização no tempo de 1 (uma) hora. Essa temperatura de recristalização é empiricamente definida dentro de um intervalo, como estando de 30% a 60% do valor da temperatura absoluta de fusão (K) do material (SANTOS, 2010).

A Figura 17 apresenta as modificações microestruturais observadas nos grãos de um material policristalino desde a deformação até o crescimento dos grãos.

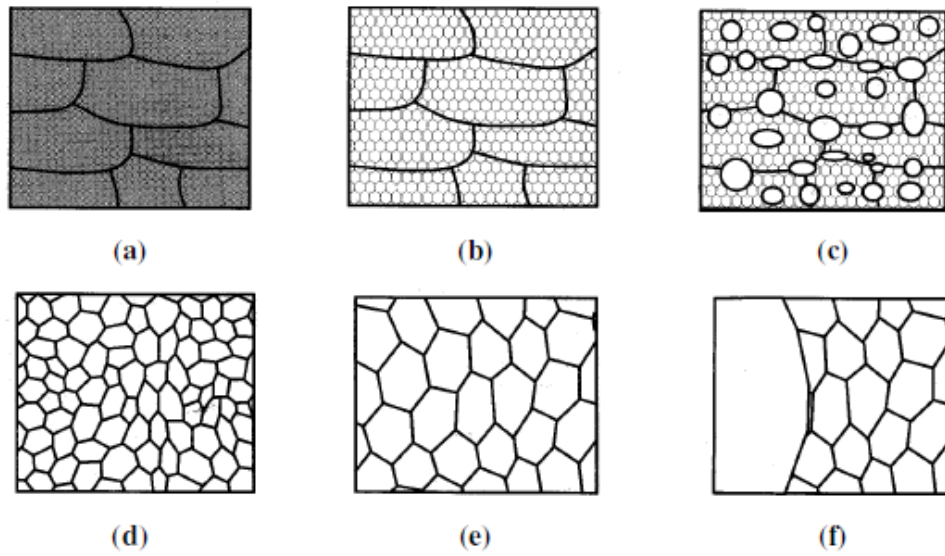


Figura 17. Diagrama esquemático dos principais estágios no recozimento: (a) estado encruado, (b) recuperado, (c) parcialmente recristalizado, (d) totalmente recristalizado, (e) crescimento de grão, (f) crescimento anormal de grão (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004).

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o estudo da deformação da liga Al-0,8Nb, empregou-se uma metodologia que envolveu a realização de experimentos e tratamento dos dados obtidos, descrevendo as etapas para a conformação do material por meio da laminação a frio, tratamento térmico de recozimento com a finalidade de reduzir os efeitos causados pela deformação, ensaios para correlacionar os efeitos da laminação com as propriedades mecânicas e análise da microestrutura. O fluxograma correspondente é apresentado na Figura 18.

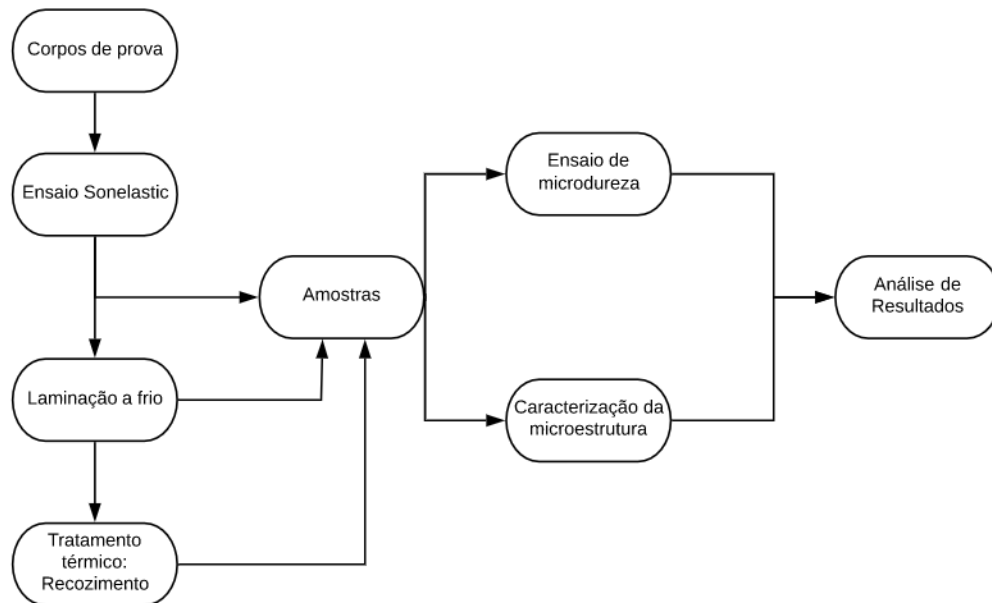


Figura 18. Fluxograma das atividades desenvolvidas no procedimento experimental.

#### 3.1 MATERIAL

As amostras utilizadas no presente trabalho foram produzidas previamente na dissertação de mestrado “Caracterização microestrutural e mecânica de ligas diluídas de alumínio-nióbio” de José Ildon Saraiva Silva. A liga binária diluída Al-0,8%Nb foi produzida por solidificação unidirecional transiente utilizando para este fim um dispositivo de solidificação unidirecional vertical ascendente instrumentada com termopares posicionados em função da chapa molde e um sistema de arrefecimento com o objetivo de manter a chapa molde a uma temperatura de 25°.

SILVA (2017), por meio dos valores de temperatura pelo tempo obtidos pelos termopares determinou os parâmetros térmicos de solidificação, como taxa de resfriamento, a velocidade de deslocamento da isoterma liquidus e o gradiente térmico. No trabalho mencionado acima também foram feitas análises de diversas secções transversais ao longo do comprimento dos lingotes para a caracterização da microestrutura por meio da obtenção dos espaçamentos dendríticos primários ( $\lambda_1$ ) e secundários ( $\lambda_2$ ) para diferentes posições dos termopares. As equações experimentais das variáveis térmicas são mostradas na Tabela 3.

Tabela 3. Equações experimentais das variáveis térmicas (SILVA, 2017).

Posição da Isoterma <i>Liquidus</i>	$P_L = 2,716(t_L)^{0,856}$
Velocidade da Isoterma <i>Liquidus</i>	$V_L = 2,325(P_L)^{-0,144}$
Taxa de Resfriamento	$T_R = 13,14(P_L)^{-0,4}$
Gradiente Térmico	$G_L = 8,943(P_L)^{-0,426}$

Os corpos de prova utilizados neste trabalho foram cortados do lingote por meio de uma máquina modelo Secotom-15, fabricante STRUERS e o disco de corte utilizado foi de 0,8mm para materiais não ferrosos. Após isso foram usinados com refrigeração constante seguidos com lixa de granulometria 100, 220, 320, 400, 600 e 1200  $\mu$ mesh. As medidas definidas foram o diâmetro de 7,3 mm e comprimento de 88 mm. Os cortes foram realizados conforme modelo ilustrativo apresentado na Figura 19.



Figura 19. Detalhamento do corte do lingote para obtenção das amostras para laminação adaptado de (SILVA, 2017).



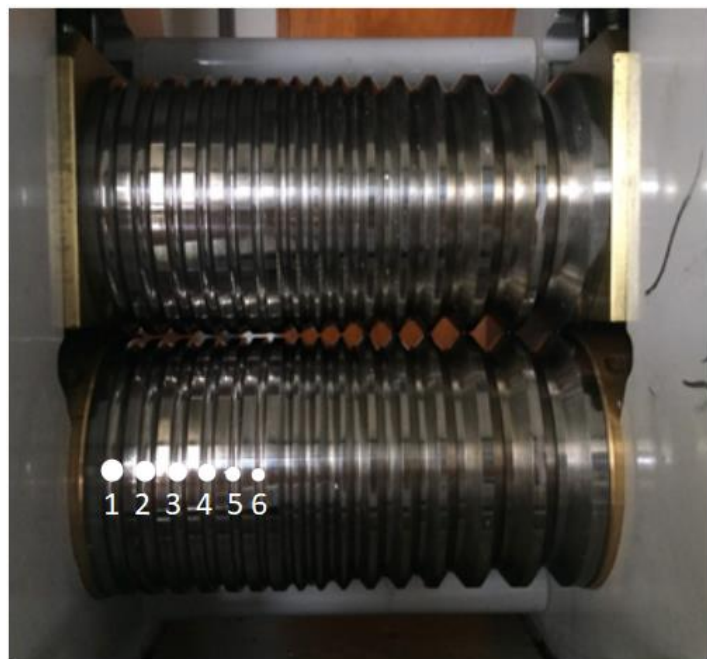
### 3.2 PROCESSO DE LAMINAÇÃO

A laminação a frio, efetuada na temperatura ambiente, foi realizada em um laminador duo elétrico modelo LE 180, fabricante Máquinas Coelho (Figura 20) localizado no prédio SG9 da Universidade de Brasília. As amostras possuíam um diâmetro de 7,3 mm e comprimento de 88 mm. Essas sofreram deformações de aproximadamente 10% a 15% em área para cada passe de laminação de fio redondo com larguras de 7.1, 6.4, 5.7, 5.0, 4.2 e 3.5 mm.

A direção da laminação é transversal ao fluxo de retirada de calor durante a solidificação do lingote, ou seja na direção longitudinal ao corpo de prova, de modo que as amostras foram retiradas de alturas crescentes em relação à chapa/molde da lingoteira. Após cada passe de laminação foram tomadas as dimensões do material e retiradas amostras para análise microestrutural e para ensaio de microdureza para a construção da curva de endurecimento para correlacionar com o encruamento. Pela análise microestrutural foi observado o tamanho e alongamento dos grãos e se existe a presença de trincas. Uma parte das amostras passaram por um tratamento térmico de recozimento (entre o terceiro e quarto passe de laminação) para uma posterior comparação com amostras para uma mesma posição do lingote.



(a)



(b)

Figura 20. a) Laminador (b) Rolo com perfil

### 3.3 METALOGRAFIA PARA MICROESTRUTURA

Antes da laminação foram retiradas amostras do material de modo a ser possível a realização da análise microestrutural e ensaio de microdureza da liga antes do processo de deformação. Em cada

passos de laminação também foram retiradas amostras do material que foram cortados na direção longitudinal do material pela máquina cut – off encontrada na oficina do prédio SG9 da Universidade de Brasília.

Após isso foi feito o embutimento a frio com resina acrílica em todas as amostras. Em seguida as amostras foram lixadas manualmente com lixa d'água com a sequência de granulometria 220, 400, 600, 800, 1200, 2500  $\mu$ mesh com a utilização de lixadeira rotativa Pantec. Durante a troca de cada lixa a amostra é rotacionada em 90° em relação às ranhuras provocadas pela lixa anterior. As amostras serão polidas posteriormente com o uso de pano de polimento metalográfico com alumina 0,5  $\mu$ m.

Após todos esses passos os contornos de grão da microestrutura foram revelados pelo ataque químico com um reagente a base de HF (solução de 48% HF), com um tempo de ataque de 20 segundos, seguidos de lavagem em água corrente (Metallography and Microstructures ASM, 1992). As amostras posteriormente foram analisadas com auxílio de microscópio ótico Olympus BX51, com aumento de 200x.

O processo de análise geométrica microestrutural para a obtenção dos diâmetros médios dos contornos de grão seguiram procedimentos recomendados pela norma ASTM E112-96 que tem como base o método de intersecção linear de contornos de grão, que estipula processos para definição de diâmetro médio de grão e densidade de grãos por unidade de área.

O método baseia-se na análise microestrutural a partir da contagem de intersecções entre linhas de referência de comprimento definido e contornos de grão revelados após ataque químico. As linhas são traçadas nas micrografias obtidas por meio de microscópio ótico para cada amostra considerada e percorrem toda extensão da imagem de acordo com o apresentado na Figura 21.

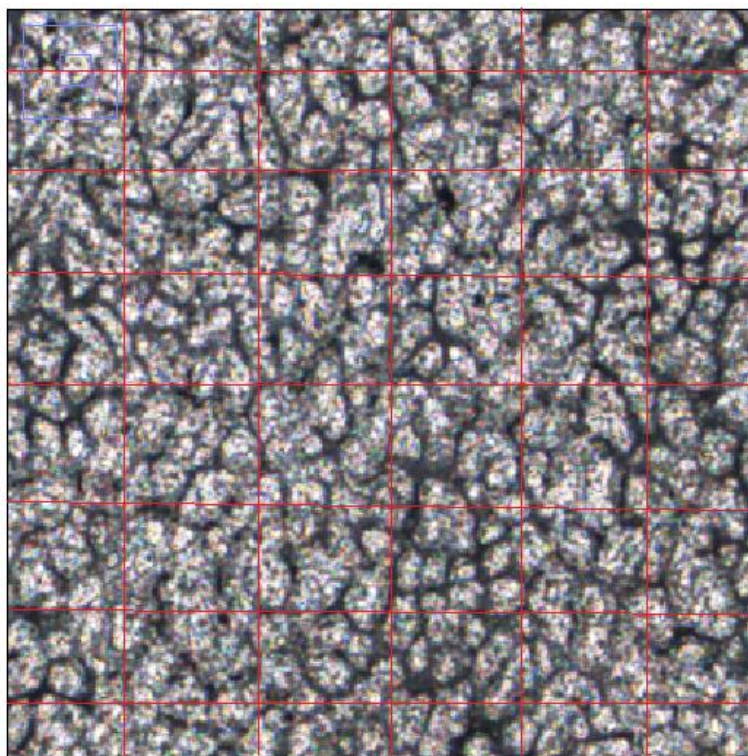


Figura 21. Imagem representativa das linhas de referência para a realização do procedimento.

O comprimento de cada linha é definido a partir do valor da escala na qual a micrografia foi obtida. A norma recomenda que sejam obtidas ao menos 50 intersecções para cada micrografia de modo a garantir um valor para o tamanho de grão que seja estatisticamente representativo.

O tamanho médio de grão ( $G$ ) se relaciona ao número de intersecções ( $P_L$ ) por unidade de comprimento (em mm) da linha de referência, dado pela equação destacada na Figura 22, da norma ASTM E112-96.

Equation	Units
$G = (3.321928 \log_{10} \bar{N}_A) - 2.954$	$\bar{N}_A$ in $\text{mm}^{-2}$
$G = (6.643856 \log_{10} N_L) - 3.288$	$N_L$ in $\text{mm}^{-1}$
$G = (6.643856 \log_{10} P_L) - 3.288$	$P_L$ in $\text{mm}^{-1}$
$G = (-6.643856 \log_{10} \bar{t}) - 3.288$	$\bar{t}$ in mm

Figura 22. Equações relacionando tamanho de grão ASTM ( $G$ ) com parâmetros microestruturais (ASTM E112-96).

Obtido o valor de  $G$ , por meio da tabela da norma ASTM E112-96 representada pela Figura 23 é possível obter os parâmetros microestruturais das amostras observadas por meio de interpolação.

**TABLE 4 Grain Size Relationships Computed for Uniform, Randomly Oriented, Equiaxed Grains**

Grain Size No. $G$	$\bar{N}_A$ Grains/Unit Area		$\bar{A}$ Average Grain Area		$\bar{d}$ Average Diameter		$\bar{t}$ Mean Intercept		$\bar{N}_L$ No./mm
	No./in. <sup>2</sup> at 100X	No./mm <sup>2</sup> at 1X	mm <sup>2</sup>	μm <sup>2</sup>	mm	μm	mm	μm	
00	0.25	3.88	0.2581	258064	0.5080	508.0	0.4525	452.5	2.21
0	0.50	7.75	0.1290	129032	0.3592	359.2	0.3200	320.0	3.12
0.5	0.71	10.96	0.0912	91239	0.3021	302.1	0.2691	269.1	3.72
1.0	1.00	15.50	0.0645	64516	0.2540	254.0	0.2263	226.3	4.42
1.5	1.41	21.92	0.0456	45620	0.2136	213.6	0.1903	190.3	5.26
2.0	2.00	31.00	0.0323	32258	0.1796	179.6	0.1600	160.0	6.25
2.5	2.83	43.84	0.0228	22810	0.1510	151.0	0.1345	134.5	7.43
3.0	4.00	62.00	0.0161	16129	0.1270	127.0	0.1131	113.1	8.84
3.5	5.66	87.68	0.0114	11405	0.1068	106.8	0.0951	95.1	10.51
4.0	8.00	124.00	0.00806	8065	0.0898	89.8	0.0800	80.0	12.50
4.5	11.31	175.36	0.00570	5703	0.0755	75.5	0.0673	67.3	14.87
5.0	16.00	248.00	0.00403	4032	0.0635	63.5	0.0566	56.6	17.68
5.5	22.63	350.73	0.00285	2851	0.0534	53.4	0.0476	47.6	21.02
6.0	32.00	496.00	0.00202	2016	0.0449	44.9	0.0400	40.0	25.00
6.5	45.25	701.45	0.00143	1426	0.0378	37.8	0.0336	33.6	29.73
7.0	64.00	992.00	0.00101	1008	0.0318	31.8	0.0283	28.3	35.36
7.5	90.51	1402.9	0.00071	713	0.0267	26.7	0.0238	23.8	42.04
8.0	128.00	1984.0	0.00050	504	0.0225	22.5	0.0200	20.0	50.00
8.5	181.02	2805.8	0.00036	356	0.0189	18.9	0.0168	16.8	59.46
9.0	256.00	3968.0	0.00025	252	0.0159	15.9	0.0141	14.1	70.71
9.5	362.04	5611.6	0.00018	178	0.0133	13.3	0.0119	11.9	84.09
10.0	512.00	7936.0	0.00013	126	0.0112	11.2	0.0100	10.0	100.00
10.5	724.08	11223.2	0.000089	89.1	0.0094	9.4	0.0084	8.4	118.9
11.0	1024.00	15872.0	0.000063	63.0	0.0079	7.9	0.0071	7.1	141.4
11.5	1448.15	22446.4	0.000045	44.6	0.0067	6.7	0.0060	5.9	168.2
12.0	2048.00	31744.1	0.000032	31.5	0.0056	5.6	0.0050	5.0	200.0
12.5	2896.31	44892.9	0.000022	22.3	0.0047	4.7	0.0042	4.2	237.8
13.0	4096.00	63488.1	0.000016	15.8	0.0040	4.0	0.0035	3.5	282.8
13.5	5792.62	89785.8	0.000011	11.1	0.0033	3.3	0.0030	3.0	336.4
14.0	8192.00	126976.3	0.000008	7.9	0.0028	2.8	0.0025	2.5	400.0

Figura 23. Tabela para correlação do tamanho de grão ASTM ( $G$ ) com parâmetros microestruturais.

### 3.4 ENSAIO DE MICRODUREZA

A microdureza Vickers se baseia na resistência que o material oferece à penetração de uma pirâmide de diamante de base quadrada e ângulo entre faces de 136°, sob uma determinada carga, o seu valor é dado pelo quociente da carga aplicada pela área de impressão deixada no material.

O ensaio foi realizado segundo os procedimentos de preparação e análise da norma ABNT NBR NM ISO 6507-1:2008. O equipamento utilizado foi o microdurômetro modelo DuraScan 20, da fabricante EmcoTest (Figura 24). De modo que amostras metalograficamente preparadas foram

sujeitas à 5 endentações suficientemente espaçadas de modo a não interferirem mutualmente, a carga utilizada foi de 50 gf com tempo de aplicação total de 15 s. Os valores de microdureza foram obtidos através da média juntamente com os desvios padrões amostrais (COUTINHO, 2018).



Figura 24. Aparelho para ensaio de microdureza

### 3.5 CARACTERIZAÇÃO DOS MÓDULOS ELÁSTICOS E AMORTECIMENTOS

Após cada passe de laminação é possível obter o módulo elástico e coeficiente de amortecimento por meio de um ensaio não destrutivo utilizando uma técnica de excitação por impulso normatizado pela ASTM-E1876. Serão utilizados para isso o sistema *Sonelastic* da empresa ATCP Engenharia Física (Figura 25), balança analítica e um paquímetro digital.



Figura 25. Aparelho Sonelastic

Esse ensaio é realizado por meio de uma linha de soluções em instrumentação conhecida como Sonelastic, baseado na técnica de excitação por impulso (TEI) fundamentado pelas frequências naturais de vibração. O funcionamento consiste na geração de impulsos no material por meio do impacto de um pino metálico, gerando sons característicos que dependem de suas propriedades elásticas, dimensões e massa. Esses sons são captados por um microfone e assim é possível determinar as frequências naturais do material e o decaimento da vibração, e conseqüentemente o módulo de elasticidade e o amortecimento do material.

O modo de aquisição utilizado será automático pela análise “Single Flexural” que exige o conhecimento apenas da frequência flexional e da razão de Poisson. O ensaio foi realizado 20 vezes para cada corpo de prova, evitando lugares com ruído excessivo que podem comprometer a análise da resposta acústica.

### 3.6 TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO

Foi feito um tratamento térmico de recozimento de forma a liberar a energia armazenada no material, principalmente na forma de discordâncias devido a deformação. Os mecanismos envolvidos na restauração da estrutura deformada são a recuperação e a recristalização. As amostras sujeitas ao tratamento térmico no forno tipo mufla, Quimis, modelo Q318S (Figura 26), localizado no prédio Infralab da Universidade de Brasília, foram deformadas até o terceiro passe de laminação, de modo à compara-las entre si devido ao tempo de recozimento à que foram submetidas diferente entre elas e também com a microestrutura sem o tratamento térmico.

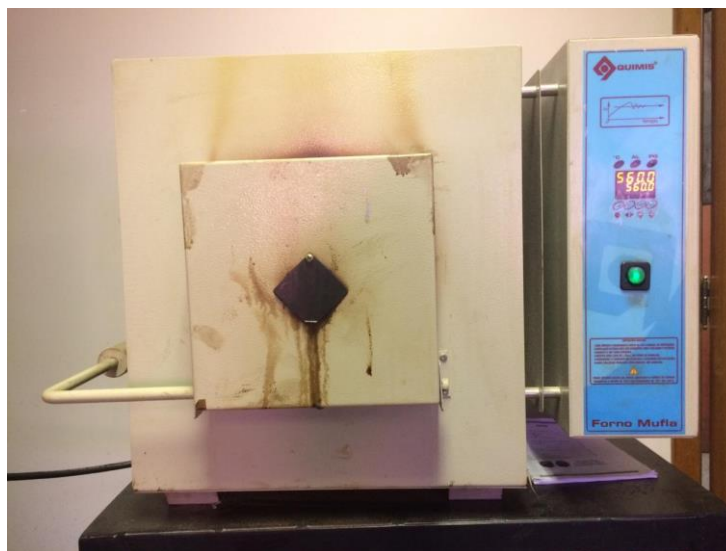


Figura 26. Forno tipo mufla.

A temperatura para ocorrer a recristalização é dependente do grau de deformação do material, de modo que quanto mais deformado o material menor a temperatura de recristalização. O tempo necessário para a recristalização completa é tanto menor quando maior a temperatura de recozimento em relação a de recristalização.

A ASM, vol. 4, 1991 indica que ligas de alumínio que podem ser aquecidas e resfriadas rapidamente, podem exceder a temperatura de 440 °C, também sugere que é importante que se garanta que a temperatura adequada seja alcançada em todas as partes do material, portanto é necessário um período de imersão de pelo menos 1 hora.

Dessa forma foi definida uma temperatura de 70 % da temperatura de fusão do material (645,8 °C) sendo aproximadamente 450 °C, de modo que após o aquecimento do material em uma rampa de 10°C/segundo por uma limitação do equipamento, as amostras foram sujeitas a diferentes tempos que variaram de 1', 10' e 100'. Transcorrido o tempo pré-determinado as amostras foram retiradas do forno e resfriadas em água.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA – LAMINAÇÃO

O processamento mecânico, ou deformação plástica a frio realizada nos corpos de prova da liga Al-0,8%Nb retirados do lingote de posições crescentes em relação à chapa molde, foram realizados nos diferentes passes para fio redondo do laminador, sendo feito de forma progressiva, de modo que a redução máxima em área atingida em relação à área inicial é de aproximadamente 80% como mostrado na Tabela 4.

Tabela 4. Processamento mecânico - laminação a frio

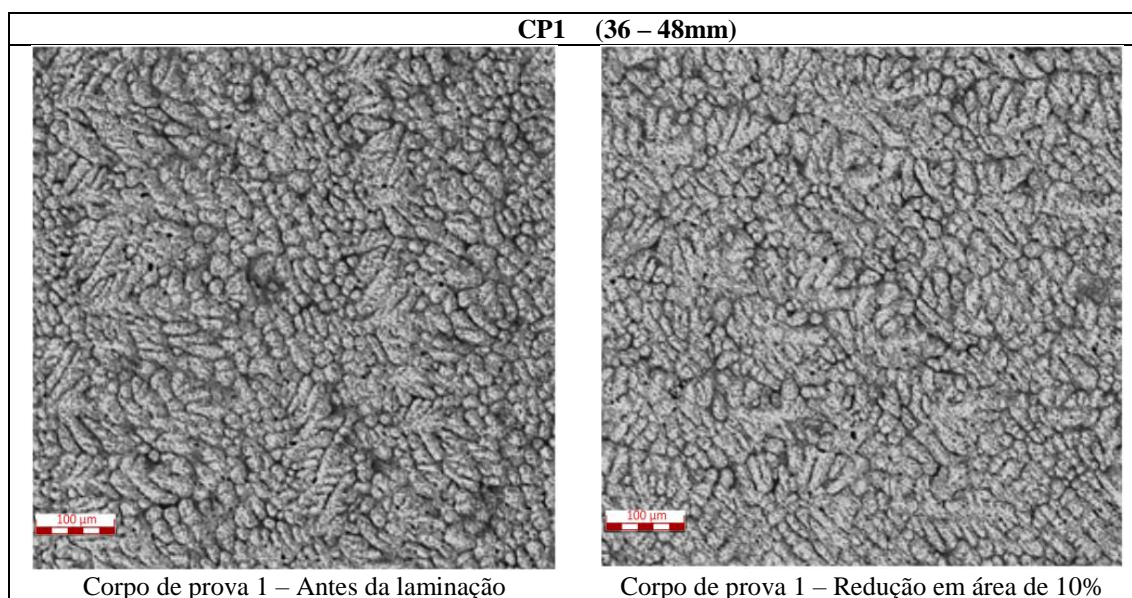
Passe de laminação	Bruta de fusão	1	2	3	4	5	6
Redução em área	0%	10%	25%	40%	55%	70%	80%
Área [mm <sup>2</sup> ]	42,9	38,1	32,1	25,1	19	13,3	8,9

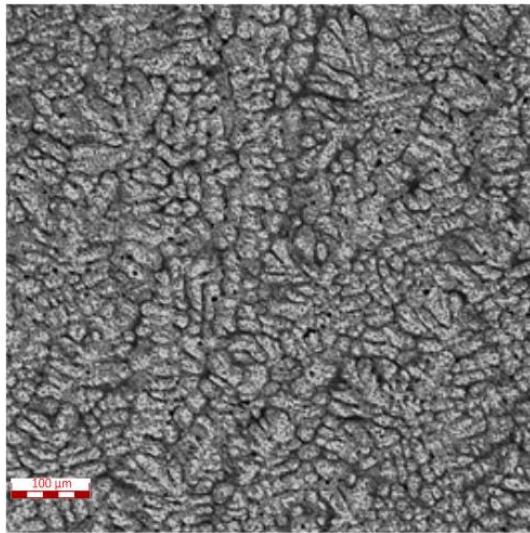
As micrografias obtidas por meio da Microscopia Ótica mostram os estudos realizados nas amostras da liga de alumínio Al-0,8%Nb, com deformação plástica (redução em área) em 10%, 25%, 40%, 55%, 70% e 80%.

### 4.2 MICROESTRUTURAS DA LIGA Al-0,8Nb

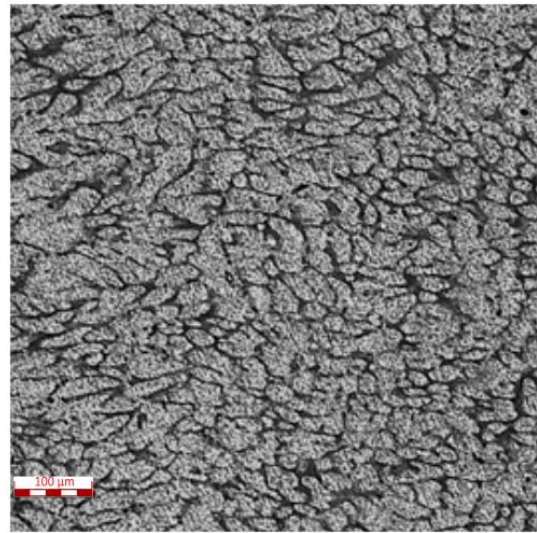
Foram obtidas amostras, para cada corpo de prova, antes da deformação plástica e após cada passe de laminação, na direção longitudinal, após ter sido realizado todo o procedimento de metalografia. Por meio do microscópio ótico Olympus BX51 foram registradas para o corpo de prova com posição mais distante do lingote, nomeado de “1”, as micrografias a seguir reproduzidas pela Figura 27.

Todas as imagens foram registradas com aumento de 200x a fim de estabelecer critérios comparativos. Posteriormente uma análise quantitativa foi feita utilizando-se o procedimento da interseção linear para a determinação do tamanho médio dos grãos.

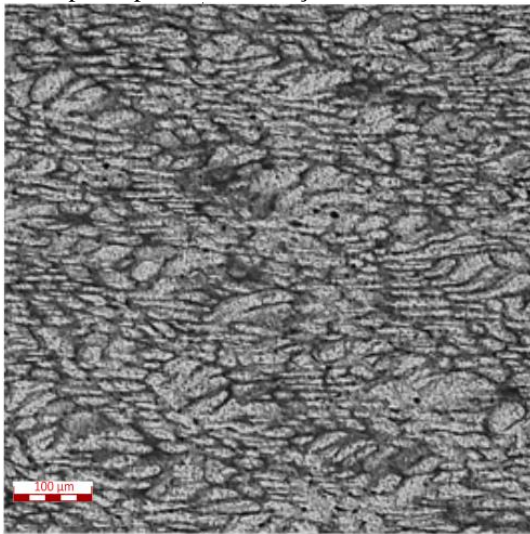




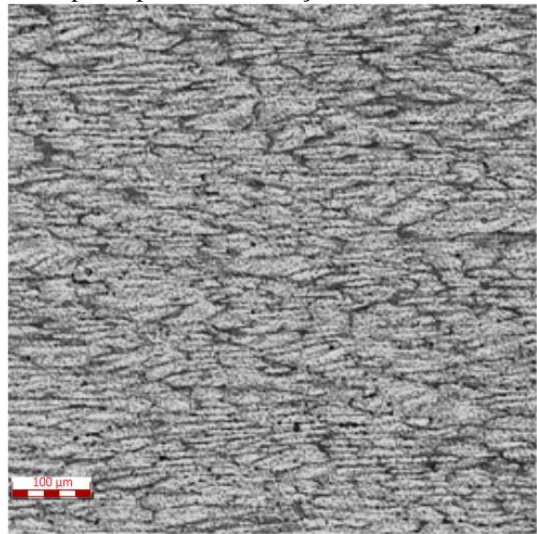
Corpo de prova 1 – Redução em área de 25%



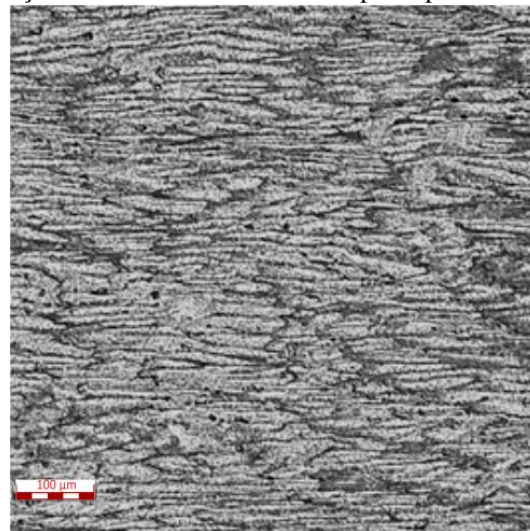
Corpo de prova 1 – Redução em área de 40%



Corpo de prova 1 – Redução em área de 55%



Corpo de prova 1 – Redução em área de 70%



Corpo de prova 1 – Redução em área de 80%

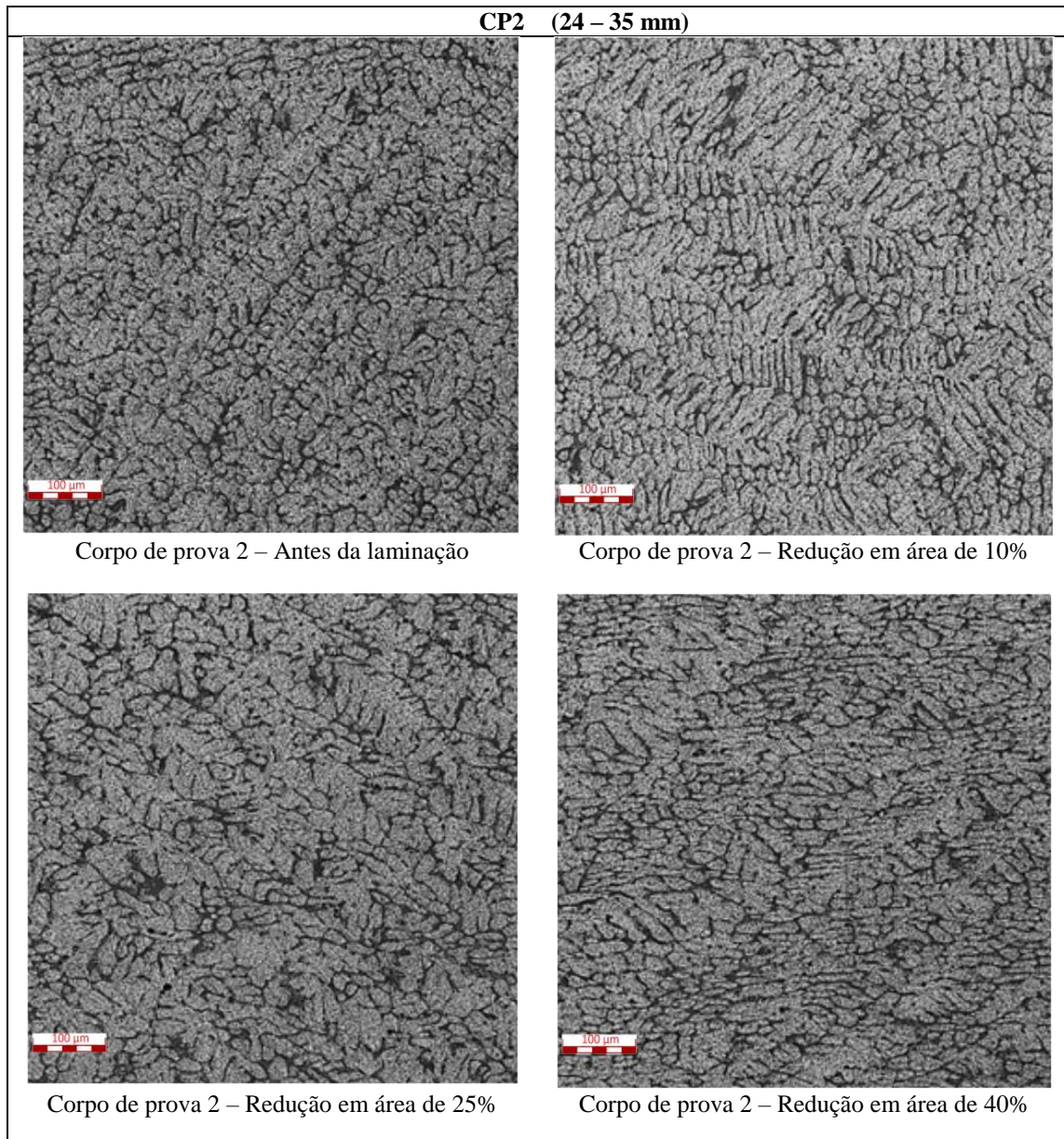
Figura 27. Evolução microestrutural ocasionada pela laminação do CP1.

A partir da análise qualitativa das micrografias relativas ao corpo de prova 1, o qual é o mais distante em relação à interface metal/molde, pode-se concluir que os grãos são grosseiros e pouco



uniformes quando comparados com as micrografias dos corpos de prova CP3 e CP4, de modo que é possível observar grãos com diferentes tamanhos e formatos devido principalmente a diminuição dos valores de taxas de resfriamento e velocidades de transformação (velocidade da isoterma *liquidus*).

Com amostras obtidas pela deformação do corpo de prova 2, que está posicionado logo abaixo do 1, sendo assim um pouco mais próximo à chapa molde, foram obtidas as micrografias representadas pela Figura 28.



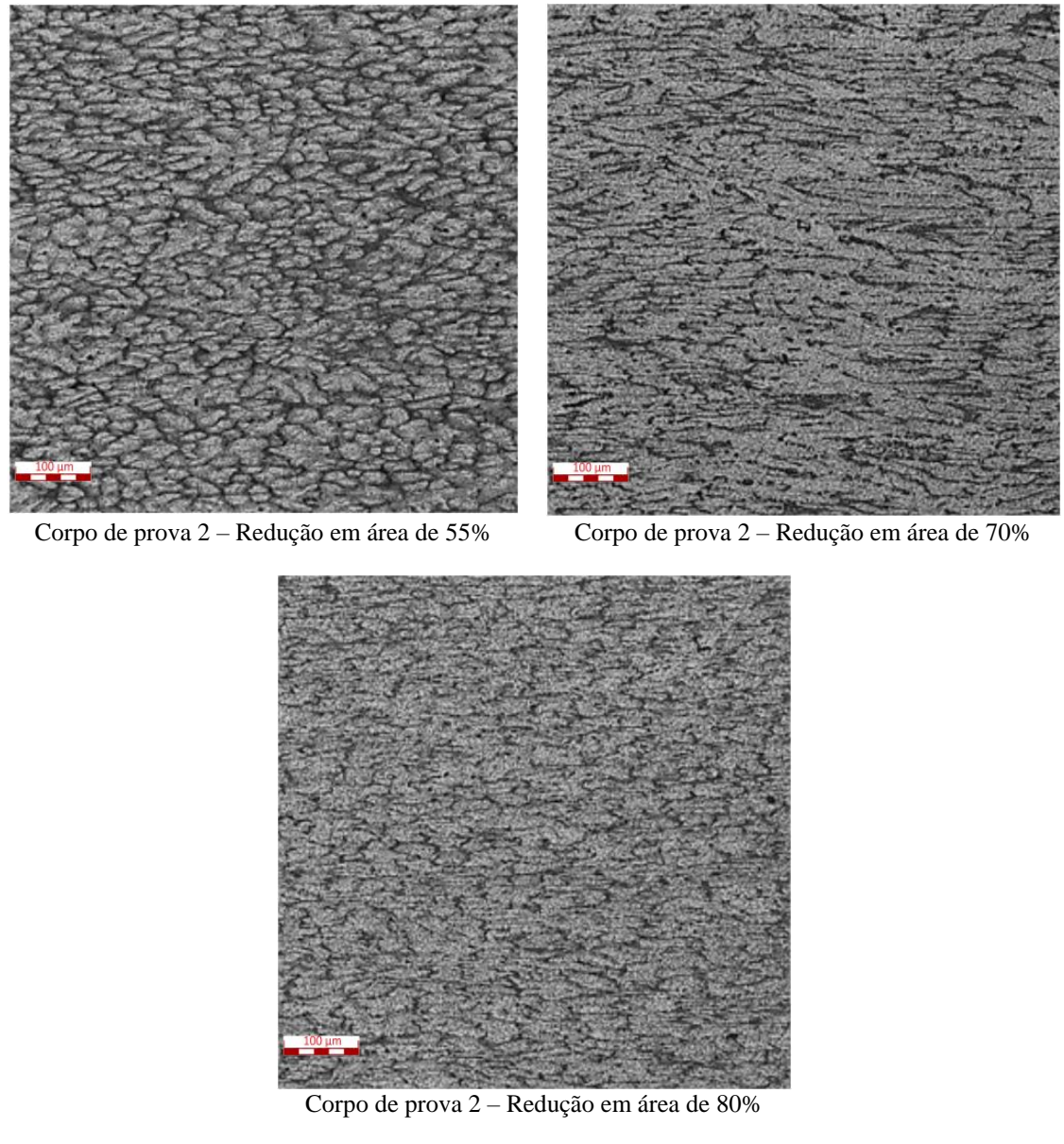
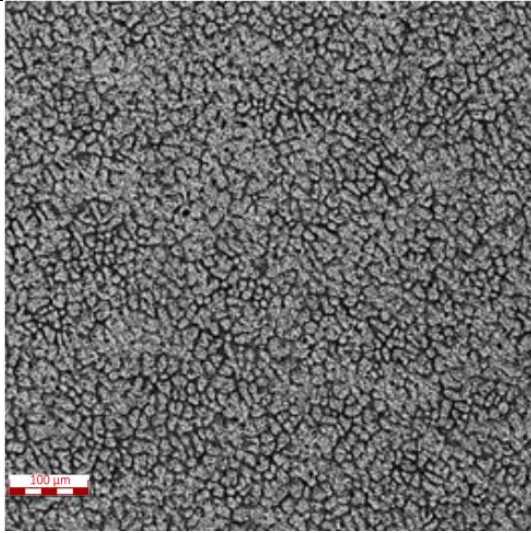


Figura 28. Evolução microestrutural ocasionada pela laminação do CP2.

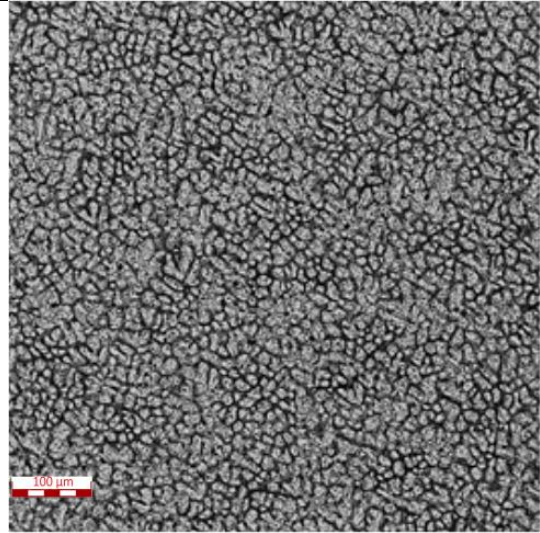
Semelhante ao observado no CP 1, os grãos presentes nas micrografias das amostras obtidas a partir do corpo de prova 2, são grosseiros e irregulares. É possível verificar como para as amostras anteriores que ocorre o alongamento dos grãos aumentando assim a área de seus contornos de grãos incorporando parte das discordâncias geradas durante a deformação e conseqüentemente alterando as propriedades mecânicas.

O terceiro grupo de amostras (Figura 29) representa a microestrutura da liga um pouco mais próxima à superfície de troca de calor, e conseqüentemente em decorrência das maiores velocidades e taxas de resfriamento, reflete um maior refinamento da microestrutura em relação às anteriores.

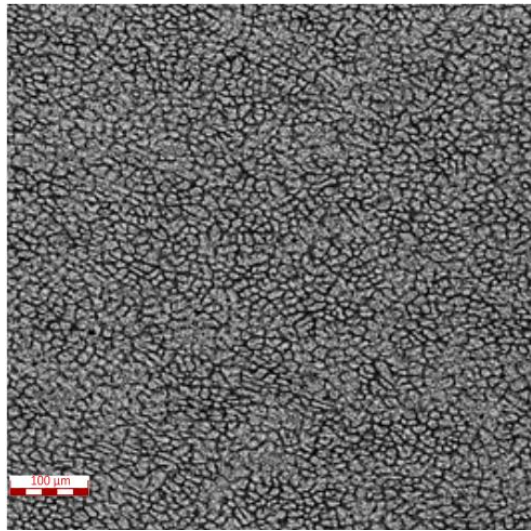
CP3 (12 – 23 mm)



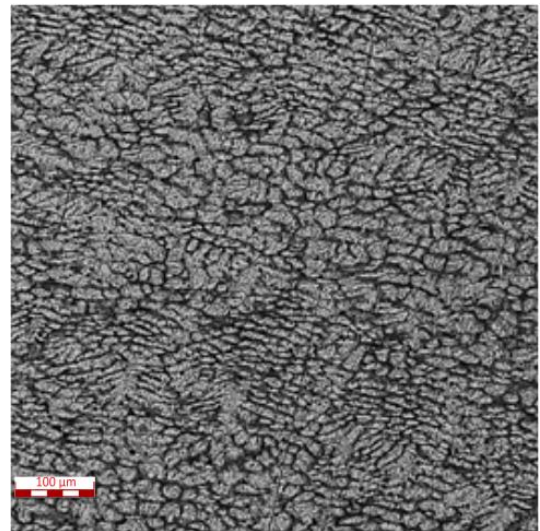
Corpo de prova 3 – Antes da laminação



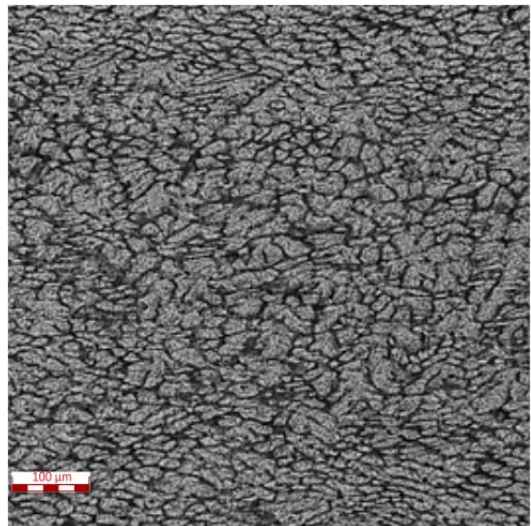
Corpo de prova 3 – Redução em área de 10%



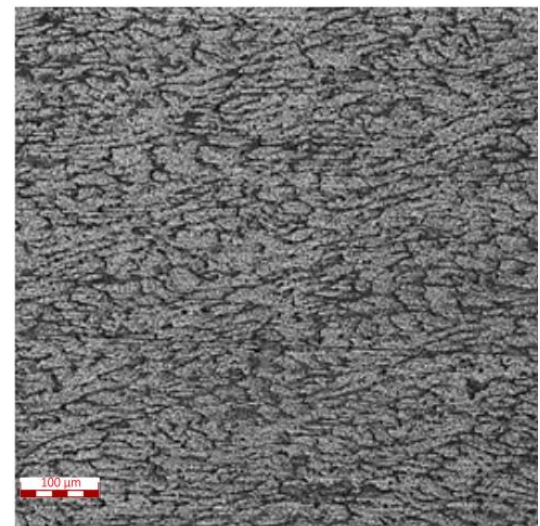
Corpo de prova 3 – Redução em área de 25%



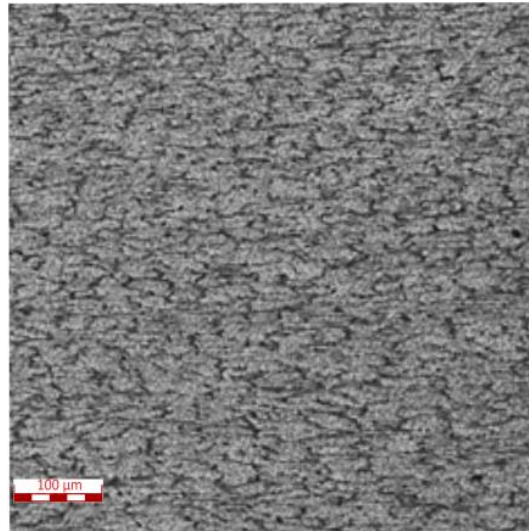
Corpo de prova 3 – Redução em área de 40%



Corpo de prova 3 – Redução em área de 55%



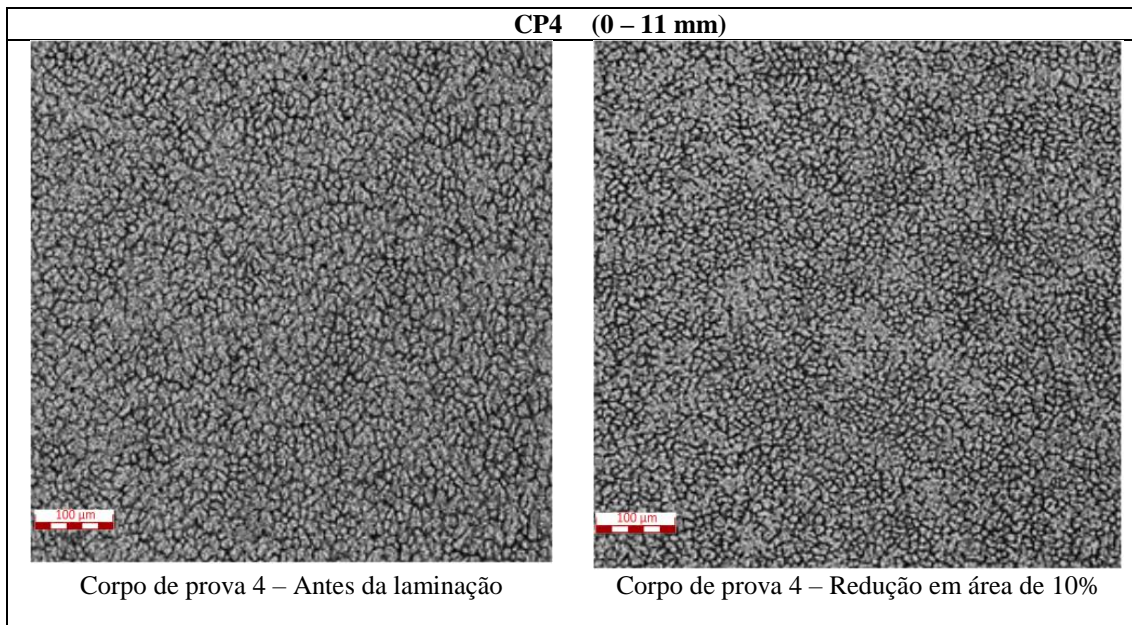
Corpo de prova 3 – Redução em área de 70%

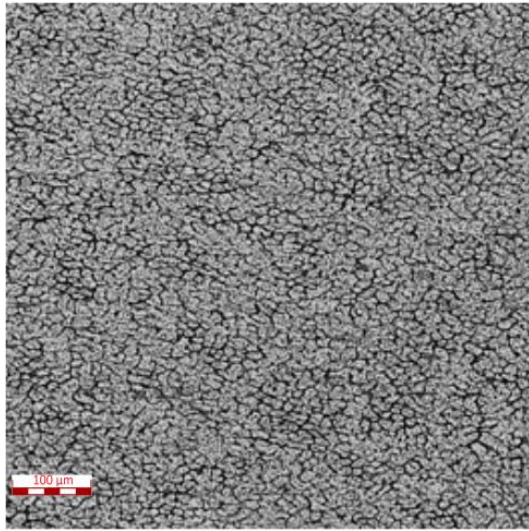


Corpo de prova 3 – Redução em área de 80%

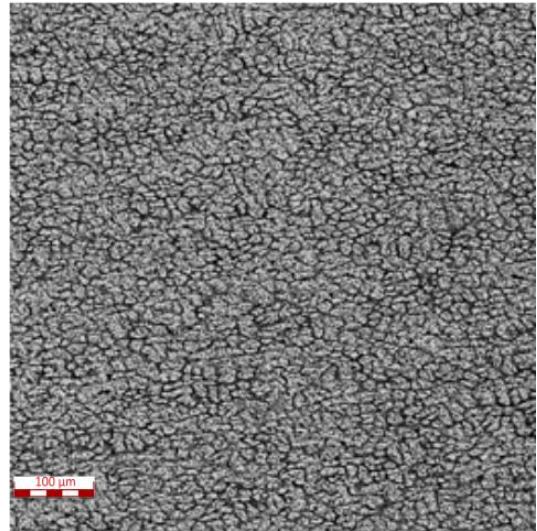
Figura 29. Evolução microestrutural ocasionada pela laminação do CP3.

As amostras mais próximas à interface metal/molde (Corpo de prova 4), assim como nas anteriores possuem uma microestrutura mais refinada quando comparada com as anteriores, devido ao fato de serem solidificadas com as maiores velocidades e taxas de resfriamento e podem ser observadas na Figura 30.

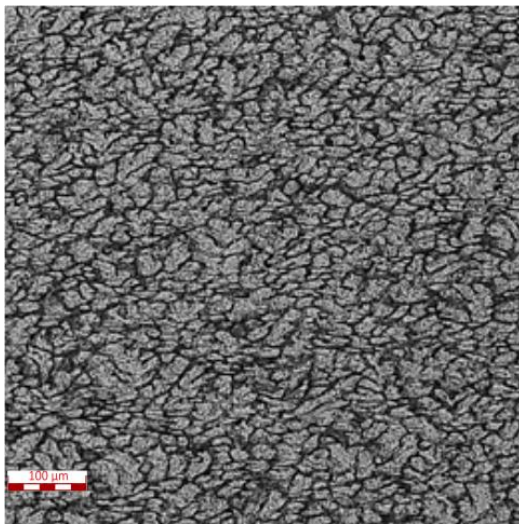




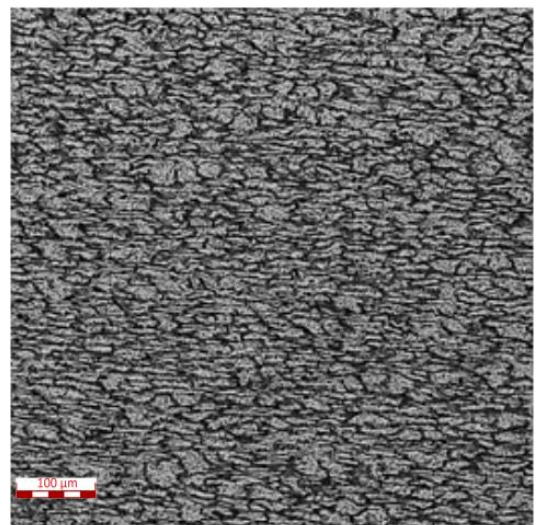
Corpo de prova 4 – Redução em área de 25%



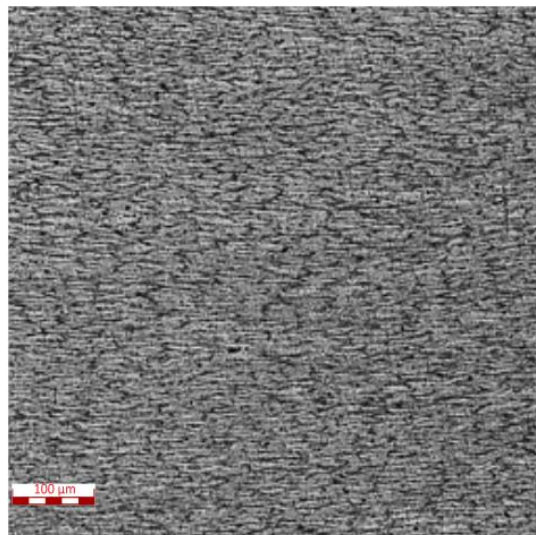
Corpo de prova 4 – Redução em área de 40%



Corpo de prova 4 – Redução em área de 55%



Corpo de prova 4 – Redução em área de 70%



Corpo de prova 4 – Redução em área de 80%

Figura 30. Evolução microestrutural ocasionado pela laminação do CP4.

É possível observar baseado nas micrografias que os grãos tendem a aumentar, nos passes intermediários, e nos passes finais a microestrutura está basicamente orientada na direção paralela à laminação e bastante alongada quando comparada com a micrografia quando ainda não deformada.

### 4.3 PARÂMETROS MICROESTRUTURAIIS

Por meio das micrografias dos corpos de prova para os diferentes estados de deformação, foi possível realizar uma análise quantitativa da microestrutura utilizando para este fim o método das interseções da norma ASTM E112-96, em que se obteve os diâmetros médios relativos e o número de grão por milímetro quadrado das diferentes amostras.

Foi utilizado o software ImageJ-Fiji, para o tratamento da imagem e também a calibração utilizando para isso a escala da mesma, em que se dá por meio da associação do número de pixels da figura com o comprimento da escala encontrada na parte inferior da micrografia.

Para cada micrografia foram traçadas cinco retas nas direções vertical e horizontal, de modo que foram obtidos por meio do número de intersecções entre linhas de referência de comprimento definido (650  $\mu\text{m}$ ) e contornos de grão, o tamanho de grão ASTM (G) e por meio de interpolação os valores de  $N_a$  (número de grãos/und. de área em  $\text{mm}^2$ ) e  $\bar{d}$  (diâmetro médio de grão) de cada micrografia .

O método foi utilizado até o quarto passe de laminação, pelo fato de que esse não é eficiente e indicado pela norma para utilização em grãos não equiaxiais, de modo que nos últimos passes de laminação o estado de deformação é bastante grande, fazendo com que os grãos apresentem um formato alongado inviabilizando a utilização do método. A média dos valores dos parâmetros microestruturais estão presentes na Tabela 5.

Tabela 5. Parâmetros microestruturais para os diferentes corpos de prova e graus de deformação.

Corpo de prova	Grau de deformação	G	$N_a$ (n°/mm <sup>2</sup> )	$\bar{d}$ ( $\mu\text{m}$ )
CP1	0%	8,05	2094,31	21,71
	25%	7,76	1751,12	24,36
	55%	7,53	2012,85	28,67
CP2	0%	7,61	1560,12	25,63
	25%	6,78	906,85	34,29
	55%	7,30	1468,06	29,20
CP3	0%	8,76	3400,20	17,37
	25%	8,74	2959,67	17,47
	55%	8,07	2545,84	22,89
CP4	0%	9,32	5229,40	14,40
	25%	8,82	3416,89	17,02
	55%	7,98	2055,53	22,62

## 4.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS: MICRODUREZA VICKERS E MÓDULOS ELÁSTICOS DINÂMICOS

Processos de conformação mecânica e tratamentos térmicos podem modificar a microestrutura proveniente da solidificação dos materiais, que conseqüentemente alteram as propriedades mecânicas nos materiais. Desta forma os ensaios de microdureza e de excitação por impulso permitem correlacionar os comportamentos tanto elástico como plástico dos materiais com parâmetros microestruturais.

Os valores do ensaio de microdureza Vickers (Tabela 6), foram tomados para diferentes amostras na direção longitudinal à laminação. De modo que é possível observar uma tendência de aumento da microdureza, para um mesmo corpo de prova, para maiores graus de deformação plástica. Também é perceptível que para diferentes corpos de prova há um aumento da microdureza conforme as amostras aproximam-se da interface metal/molde. Os acréscimos nos valores de microdureza podem ser explicados pelo aumento do número de discordâncias e contornos de grão para o primeiro caso e devido ao maior refinamento da microestrutura para o último.

Tabela 6. Evolução dos valores de microdureza.

Corpo de prova	Grau de deformação	Dureza (HV)		Corpo de prova	Grau de deformação	Dureza (HV)	
		Média	Desvio padrão			Média	Desvio padrão
CP1	0%	40,75	3,05	CP3	0%	45,00	1,68
	10%	48,50	4,67		10%	51,48	4,53
	25%	51,48	2,60		25%	55,70	3,11
	40%	53,40	3,83		40%	56,48	2,43
	55%	57,76	3,81		55%	60,20	2,65
	70%	60,46	2,06		70%	61,58	1,68
	80%	62,42	6,64		80%	63,05	2,74
CP2	0%	41,35	2,61	CP4	0%	45,70	1,43
	10%	52,23	2,29		10%	49,93	1,72
	25%	56,78	1,52		25%	50,43	4,07
	40%	63,43	0,94		40%	53,10	1,04
	55%	58,55	3,24		55%	59,93	2,55
	70%	64,17	2,66		70%	66,80	0,90
	80%	61,50	0,75		80%	63,90	2,26

Foi possível traçar curvas de endurecimento (Figura 31), que relacionam o endurecimento com o grau de deformação, essa tendência de aumento da microdureza pode estar relacionada com o encruamento do material principalmente pelo travamento por interação das discordâncias.

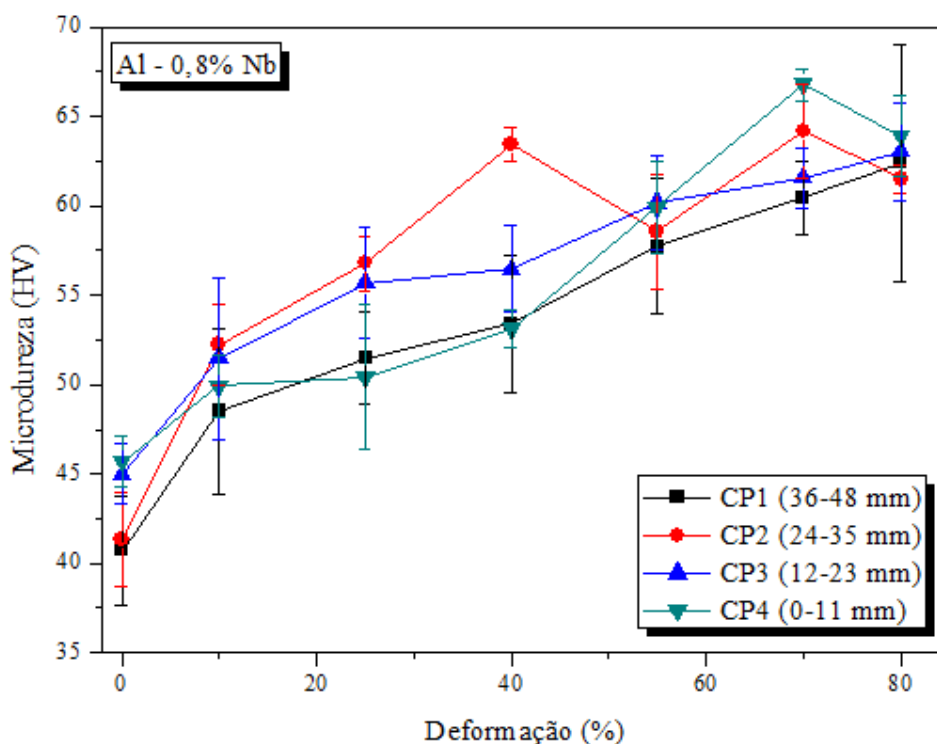


Figura 31. Curvas de endurecimento.

Os valores de microdureza também foram tomados na superfície dos corpos de prova após terem sido conformados mecanicamente em todos os passes de laminação (80% redução em área), em que é onde o material entra em contato direto com os rolos do laminador, os resultados obtidos estão expostos na Tabela 7.

Tabela 7. Microdureza na superfície dos corpos de prova.

Corpo de prova	Dureza (HV)	
	Média	Desvio padrão
CP1 (36 - 48 mm)	67,20	1,34
CP2 (24 - 35 mm)	67,68	2,20
CP3 (12 - 23 mm)	67,12	2,56
CP4 (0 - 11 mm)	68,02	1,44

Comparando os valores de microdureza na superfície, Tabela 7, com os valores obtidos a partir das amostras conformadas mecanicamente com 80% de redução em área presentes na Tabela 6, é possível notar um aumento da microdureza, esse pode ter acontecido pela maior deformação da microestrutura superficial, pelo fato da compressão ocasionada pelos rolos do laminador ser na região mais externa do corpo de prova como pode ser observado na Figura 32.



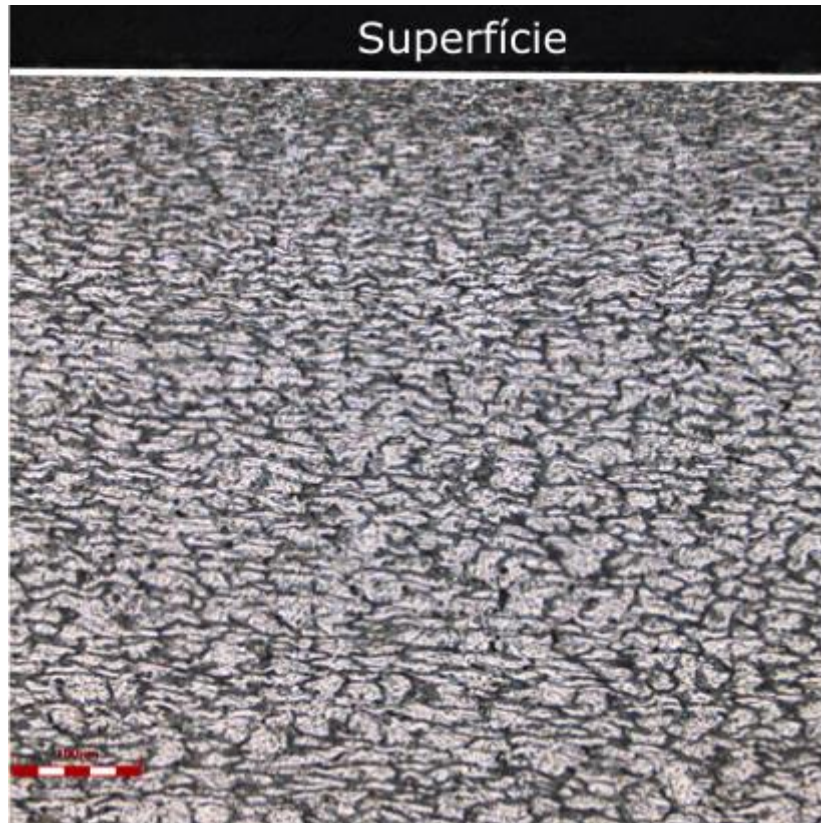


Figura 32. Diferença microestrutural em relação à superfície.

Foram realizados ensaios, utilizando para este fim o equipamento Sonelastic com o objetivo de se obter o módulo elástico dinâmico dos corpos de prova, não foi possível observar a evolução do ensaio conforme os materiais eram deformados devido ao fato da laminação fazer com que os corpos de prova não apresentassem uma geometria adequada, pois devido as tensões internas esses tendiam a se curvar. Os valores obtidos para os CP's estão presentes na Tabela 8.

Tabela 8. Módulo de elasticidade dinâmico.

Corpo de Prova	Módulo Elástico Dinâmico (GPa)	
	Média	Desvio Padrão
CP1	68,97	0,02
CP2	70,78	0,55
CP3	71,64	0,11
CP4	73,52	0,02

A partir dos resultados obtidos é possível a confecção de um gráfico (Figura 33), observa-se que à medida em que se distancia da base do lingote (menores taxas de resfriamento) apresenta menor módulo de elasticidade, denotando uma menor rigidez dessa região quando comparada à base do lingote (maiores taxas de resfriamento), esse fato pode estar relacionado com uma maior acumulo de soluto segregado na parte inferior do molde devido a maior densidade do Nióbio em relação ao Alumínio.

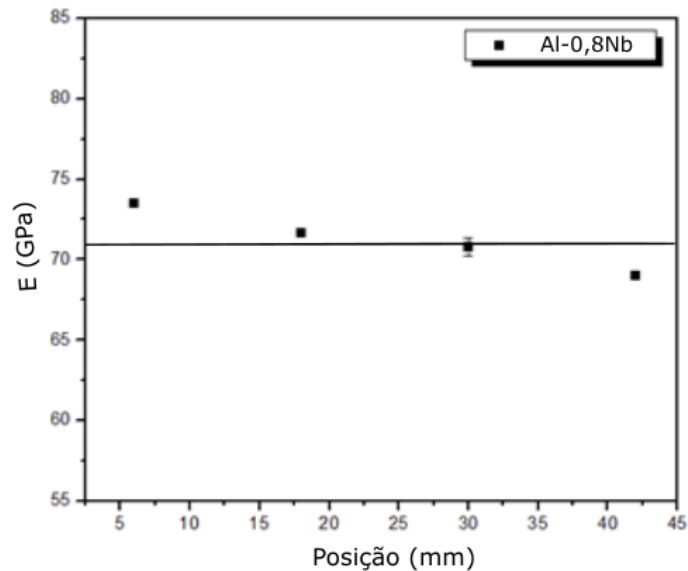
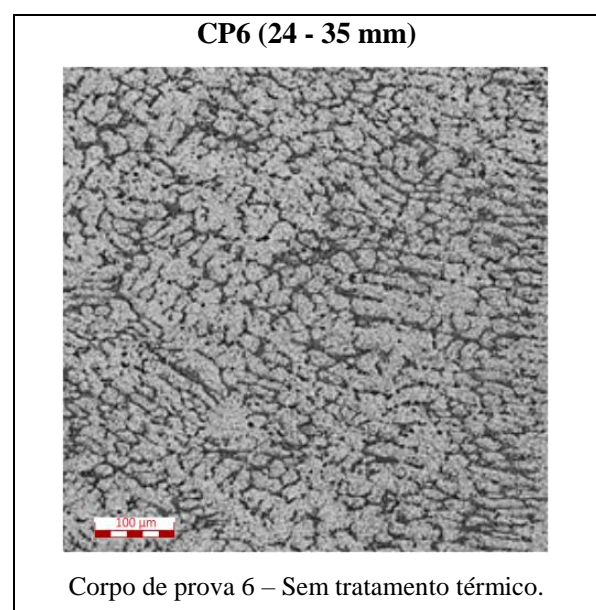
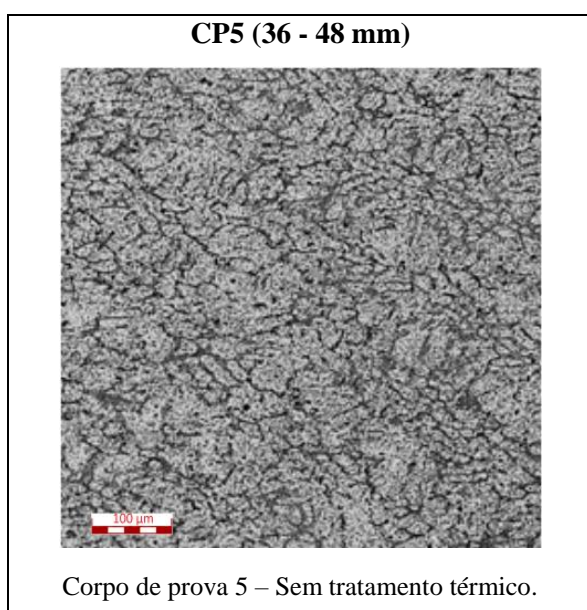


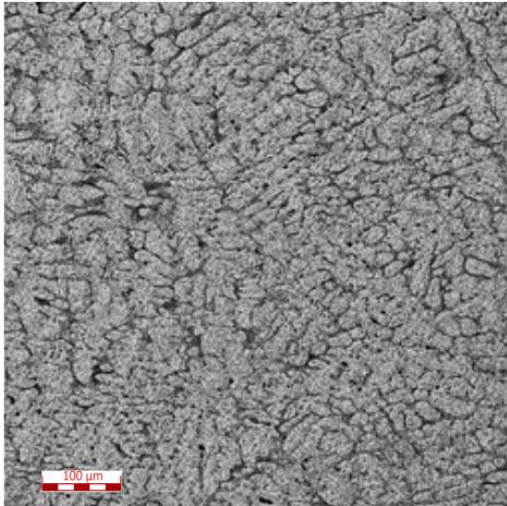
Figura 33. Valores do módulo de elasticidade dinâmico pela posição em relação a base do molde.

## 4.5 TRATAMENTO TÉRMICO: RECOZIMENTO

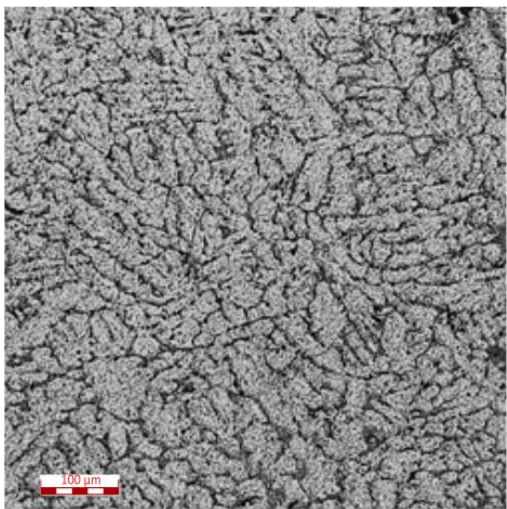
Um tratamento térmico de recozimento foi realizado em corpos de prova, esses eram correspondentes aos corpos de prova de 1 a 4, dizendo respeito a posição em relação à chapa molde. Sendo assim esses corpos de prova foram laminados até 40% de redução em área e após isso cortados e submetidos a diferentes tempos de recozimento (1', 10' e 100') para uma mesma temperatura (450°C), sendo essa 70% da temperatura de fusão do material.

Os corpos de prova foram nomeados CP5, CP6, CP7 e CP8, de modo que o CP5 é o retirado de uma posição mais distante do lingote em relação à interface metal/molde, enquanto o CP8 o mais próximo. As micrografias das amostras apenas conformadas mecanicamente e para cada tempo sujeita ao tratamento térmico se encontram nas Figuras 34 e 35.

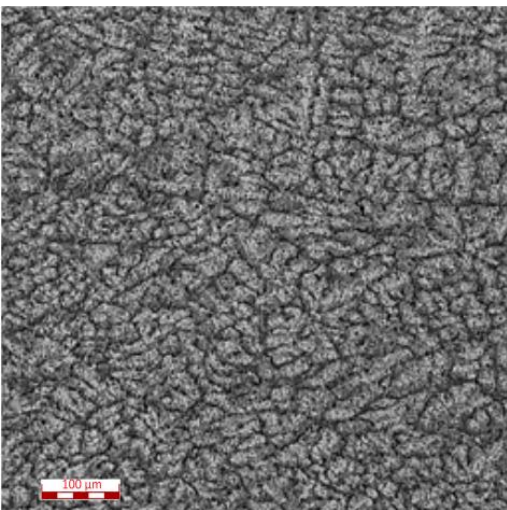




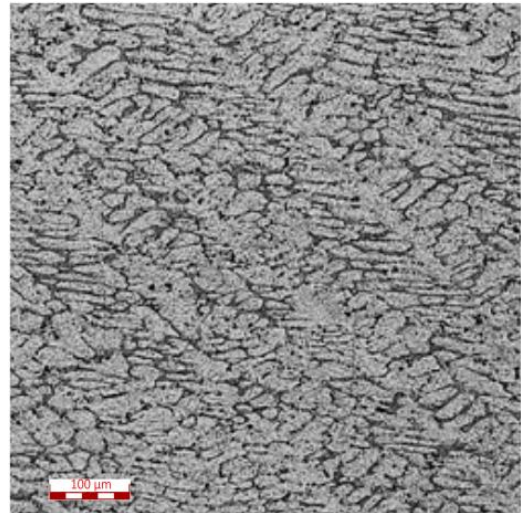
Corpo de prova 5 – 1 minuto.



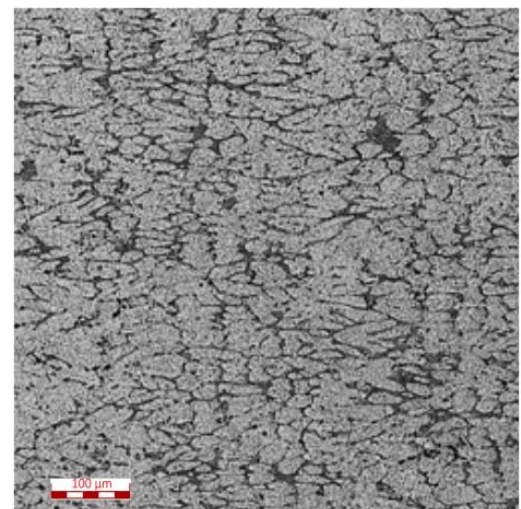
Corpo de prova 5 – 10 minutos.



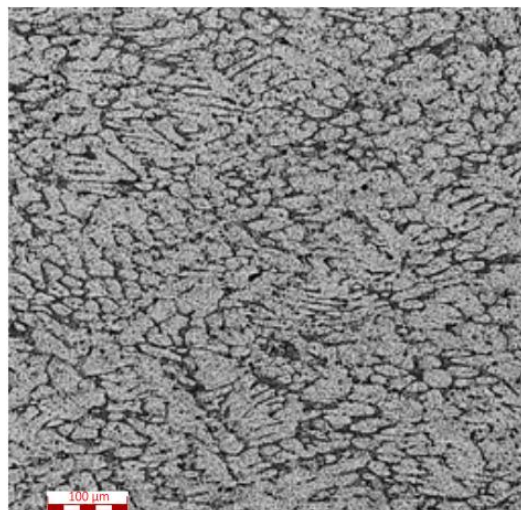
Corpo de prova 5 – 100 minutos.



Corpo de prova 6 – 1 minuto.



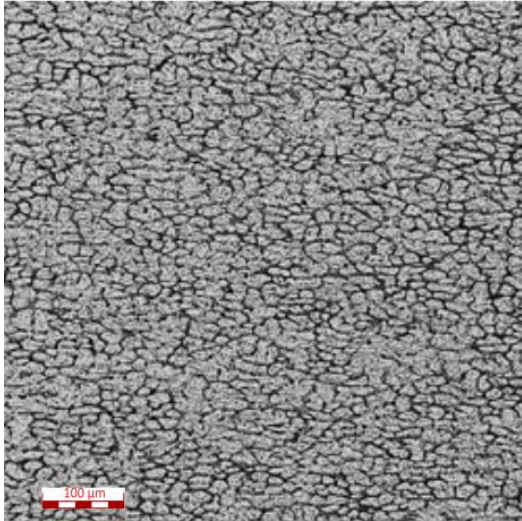
Corpo de prova 6 – 10 minutos.



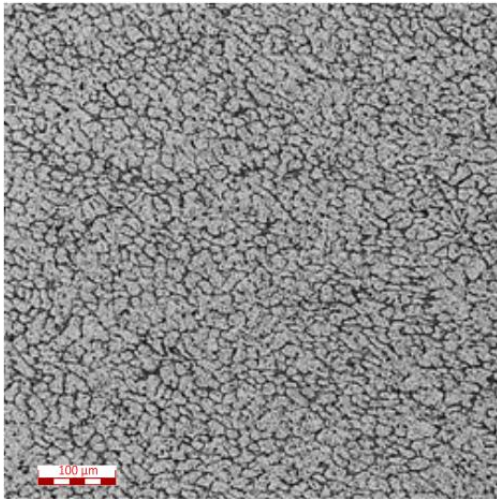
Corpo de prova 6 – 100 minutos.

Figura 34. Evolução da microestrutura sujeita ao tratamento térmico de recozimento dos corpos de prova 5 e 6.

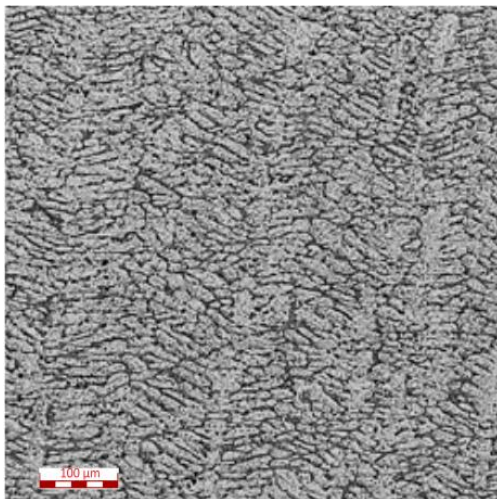
**CP7 (12 - 23 mm)**



Corpo de prova 7 – Sem tratamento térmico.

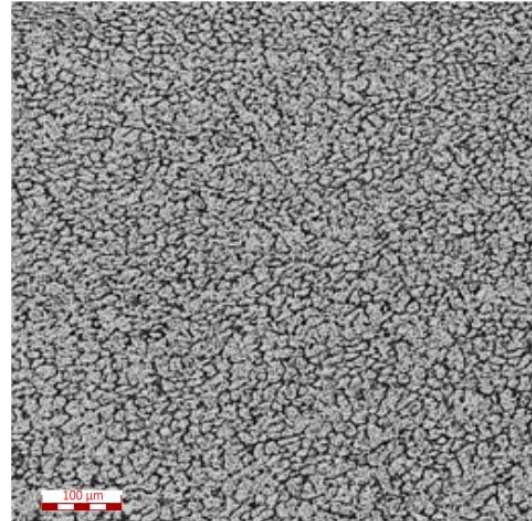


Corpo de prova 7 – 1 minuto.

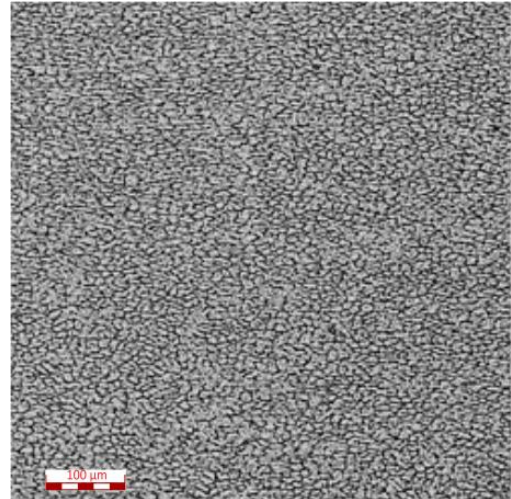


Corpo de prova 7 – 10 minutos.

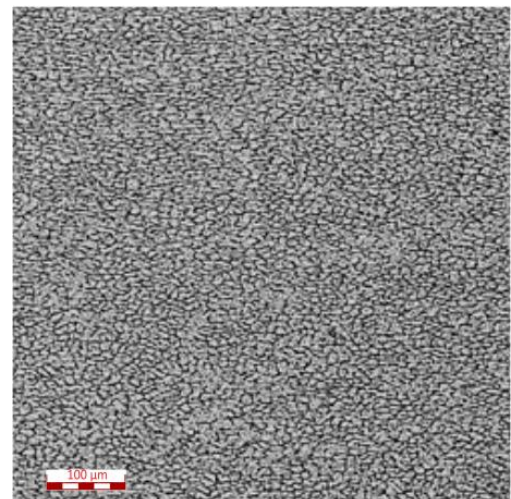
**CP8 (0 - 11)**



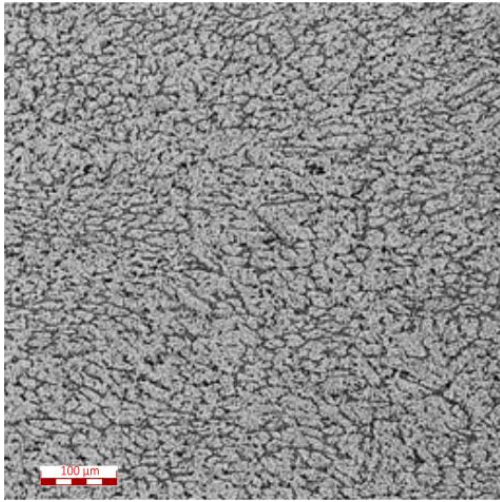
Corpo de prova 8 – Sem tratamento térmico.



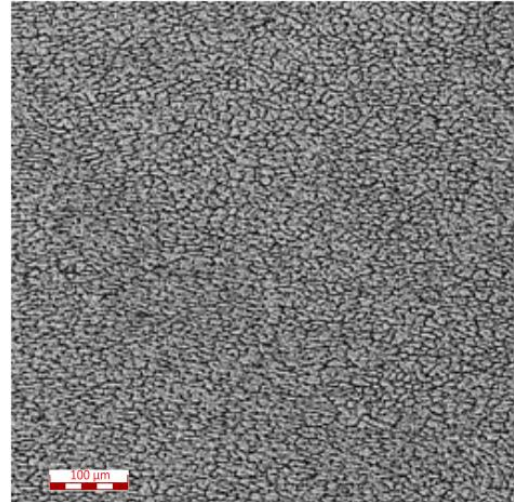
Corpo de prova 8 – 1 minuto.



Corpo de prova 8 – 10 minutos.



Corpo de prova 7 – 100 minutos.



Corpo de prova 8 – 100 minutos.

Figura 35. Evolução da microestrutura sujeita ao tratamento térmico de recozimento dos corpos de prova 5 e 6.

As amostras posteriormente foram submetidas ao ensaio de Microdureza, de modo que os valores obtidos foram dispostos na Tabela 9, em seguida foi possível obter uma curva relacionando a microdureza e o tempo de recozimento (Figura 36).

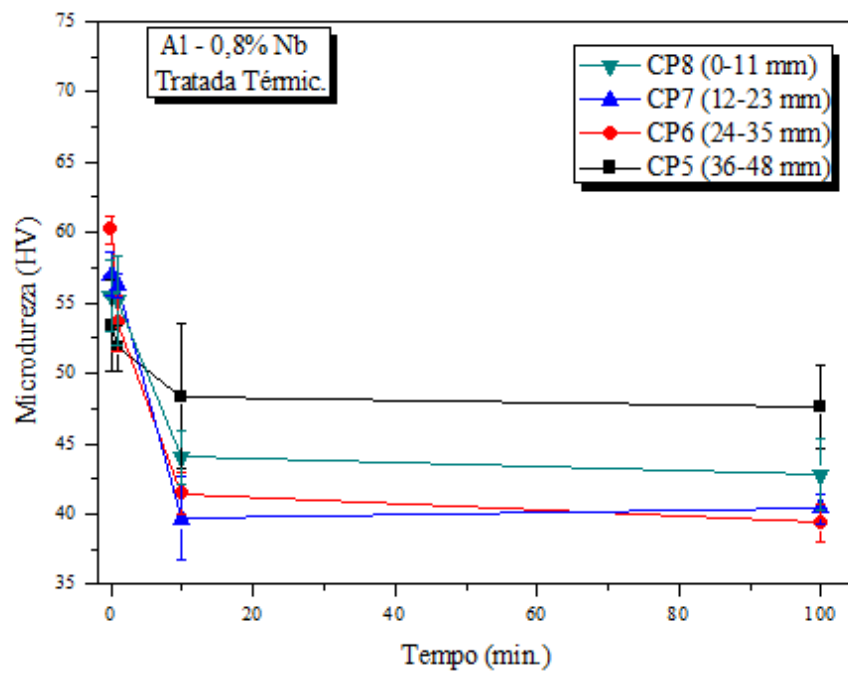


Figura 36. Curva de microdureza por tempo de recozimento.

Tabela 9. Evolução da microdureza para diferentes tempos de recozimento.

Corpo de prova	Tempo de recozimento	Dureza (HV)	
		Média	Desvio padrão
CP5 (36 - 48 mm)	Sem T.T	53,35	3,26
	1'	51,78	1,68
	10'	48,34	5,16
	100'	47,60	2,91
CP6 (24 - 35 mm)	Sem T.T	60,20	0,98
	1'	53,60	1,98
	10'	41,45	1,47
	100'	39,38	1,39
CP7 (12 - 23 mm)	Sem T.T	57,03	1,53
	1'	56,25	0,85
	10'	39,68	2,95
	100'	40,40	1,09
CP8 (0 - 11)	Sem T.T	55,50	2,51
	1'	55,13	3,19
	10'	44,05	1,87
	100'	42,80	2,52

Pode-se verificar que a microdureza tende a diminuir conforme o tempo de recozimento que as amostras foram sujeitas aumenta, as maiores reduções nos valores de microdureza se deram entre os tempos de 1 minuto e 10 minutos, em que desse para o último (100') há uma tendência da microdureza variar pouco.

A ASM, vol. 4, 1991 indica que para a temperatura proposta o recozimento para ligas de alumínio trabalhadas a frio pode resultar em recuperação simples, recristalização parcial e recristalização total. A evolução da microestrutura apresenta uma propensão de suavização dos contornos de grão. Os resultados de microdureza juntamente com as micrografias sugerem que ocorreram mecanismos de alívio de tensões como a recuperação e recristalização.

## 5 CONCLUSÃO

O presente trabalho buscou avaliar a correlação entre a microestrutura de solidificação e as propriedades mecânicas da liga Al-0,8%Nb após a conformação mecânica dessa. Com base nos resultados das investigações teóricas e experimentais, pode-se extrair as seguintes conclusões.

1. O material submetido a redução em área de até 80% comparada a área da seção transversal inicial, com no máximo de 15% de redução de um passe de laminação para outro, não sofreu ruptura ou apresentou trincas aparentes.
2. As micrografias evidenciam uma mudança no formato dos grãos, que se tornam mais alongados na direção paralela à laminação, acompanhada de um considerável aumento na área total dos contornos de grão.
3. A microestrutura apresentou um maior refinamento nas posições iniciais, mais próximas à chapa-molde, isso se deve principalmente as maiores taxas de resfriamento nessa região. Desse modo há uma tendência de aumento do diâmetro médio dos grãos conforme afasta-se da interface metal-molde.
4. Há uma propensão de aumento em relação aos valores de microdureza conforme a redução em área transversal dos corpos de prova evolui, ou seja, para maiores graus de deformação. Esse fato pode estar relacionado com o aumento da área dos contornos de grão, além do encruamento ocasionado pelo caminhar das discordâncias. A microdureza também sofreu um acréscimo quando o ensaio foi realizado na superfície dos corpos de prova, isso pode estar relacionado com a maior deformação da microestrutura na região que entra em contato com os rolos durante a laminação.
5. O ensaio de microdureza e de excitação por impulso destacaram que as amostras de corpos de prova mais próximos a base do molde apresentam microdurezas e módulos elásticos dinâmicos superiores, esses podem estar associados com o maior refinamento da microestrutura e segregação de soluto que pode ter levemente se acumulado em maior quantidade na parte inferior do molde devido a maior densidade do Nióbio.
6. O tratamento térmico de recozimento ocasionou uma redução na microdureza das amostras, de modo que é possível observar uma maior diminuição entre o tempo de 1' e 10', permanecendo muito próximo entre 10' até 100' com valores de microdureza semelhantes as encontradas para o material sem deformação mecânica.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABNT NBR NM ISO 6507 Materiais metálicos – Ensaio de dureza Vickers Parte 1: Método de ensaio, 2008.
- ABNT NBR NM ISO 6507 Materiais metálicos – Ensaio de dureza Vickers Parte 4: Tabelas de valores de dureza, 2008.
- ALVES, A. R.; COUTINHO, A. DOS R. The Evolution of the Niobium Production in Brazil. *Materials Research*, v. 18, n. 1, p. 106-112, 2015.
- AMERICAN SOCIETY OF MATERIALS. *ASM Metals Handbook: Heat Treating*, Vol.4. Ohio, USA: ASM International, 1991.
- AMERICAN SOCIETY OF MATERIALS. *ASM Metals Handbook: Metallography and Microstructures*, Vol.9. Ohio, USA: ASM International, 1992.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, E 112-96, Standard Test Methods for Determining Average grain Size.
- ANUÁRIO ESTATÍSTICO [da] Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral. Brasília, 2007. 128p.
- ARAÚJO, L. A. D. *Manual de Siderurgia: Transformação*. 2ª Edição. ed. São Paulo: Arte & Ciência, v. II, 1997.
- ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. *Ciência e Engenharia dos Materiais*. Cengage Learning, São Paulo – SP, 2008.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL). *Fundamentos e Aplicações do Alumínio*. [s.l: s.n.].
- ASTM INTERNATIONAL. ASTM E1876-15, Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration. ASTM Standards, 2015.
- BRESCIANI Filho, Ettore (coord.); ZAVAGLIA, Cecília Amélia Carvalho; BUTTON, Sérgio Tonini; GOMES, Edson; NERY Fernando Antonio da Costa. *Conformação Plástica dos Metais*. Campinas: Editora da Unicamp, 1997 (5a edição), 383p.
- CALLISTER, Jr., W.D; RETHWISCH, D. G. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 9ª edição. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2016.
- CARVALHO, D. B. et al. The columnar to equiaxed transition of horizontal unsteady-state directionally solidified Al-Si alloys. *Materials Research*, v. 17, n. 2, p. 498–510, 2014.
- CARVALHO, R.S. (2016). A influência do cobre nas microestruturas e propriedades mecânicas de uma liga Al-2%Ni solidificadas com fluxo de calor unidirecional e transiente. Dissertação de Mestrado em Integridade de Materiais da Integridade da Engenharia, Publicação 21/12/2016, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasília, DF, 115p.



CATORCENO, L. L. C (2013). Estudo do encruamento, recristalização e crescimento de grão em chapa de liga de magnésio AZ31B (Mg-3%Al-1%Zn-0,3%Mn). Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

CHIAVERINI, V. Tecnologia Mecânica Processos de Fabricação e Tratamento Volume II. 2 ed. São Paulo: McGraw-Hill, 1986.

COMPANHIA BRASILEIRA DE MINERAÇÃO E METALURGIA. Disponível em: [www.cbmm.com.br](http://www.cbmm.com.br). Acesso em: 13 set. 2018.

DAVIS, J. R. General introduction. In: ASM SPECIALTY HANDBOOK. Aluminum and aluminum alloys. Ohio, ASM International, 1993a. p. 639-644.

DIETER, G. E. Metalurgia Mecânica. 2ª Edição. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A., 1981.

DUARTE, R., N., Solidificação unidirecional transitória, microestrutura e propriedades termofísicas e mecânicas de ligas Al-Ag-(Cu), Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2016.

ESPÓSITO, I. M., Caracterização e Cinética de Recristalização da Liga de Alumínio 6063 após Tratamentos Termomecânicos, Dissertação de Mestrado, 2006, IPEN-USP.

FILHO, A. D. A. Elaboração e estudos de recristalização de ligas de alumínio-magnésio-tório e alumínio-magnésio-nióbio. [s.l.] Universidade de São Paulo, 2005.

GAO, M. et al. Effects of Nb addition on the microstructures and mechanical properties of a precipitation hardening Cu-9Ni-6Sn alloy. Materials Science and Engineering A, v. 715, n. January, p. 340–347, 2018.

GARCIA, A. Solidificação: Fundamentos e aplicações. 2. ed. [s.l.] 2011, [s.d.]. v. 2.

GHATEI KALASHAMI, A. et al. The effect of Nb on texture evolutions of the ultrafine-grained dual-phase steels fabricated by cold rolling and intercritical annealing. Journal of Alloys and Compounds, v. 694, p. 1026–1035, 2017.

GONÇALVES, M. Processamento termomecânico e evolução microestrutural de ligas de alumínio: aspectos da metalurgia física fundamental. In: TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO. 2ª ed., 2003, São Paulo. Workshop... São Paulo: EPUSP.

GOULART, P. R. Caracterização da Microestrutura de Solidificação de Ligas Al-Fe e Correlação com Propriedades Mecânicas. [s.l.] Universidade Estadual de Campinas, 2010.

HANDBOOK, Metals. Vol. 2. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, p. 180, 1990.

HATCH, E. J. Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, ASM, Metals Park, Ohio, 1984.

HELMAN, H; CETLIN, P. R. Fundamentos da conformação- Mecânica dos metais. 2. ed. São Paulo.

Artliber Editora Ltda, 2012.

HUMPHREYS, F.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. Second Edition. p. 658, 2004.

KAKITANI, R. Solidificação Transitória das Ligas Al-11 % Si e Eutética Al-11 % Si-5 % Ni : Parâmetros Térmicos , Microestrutura e Propriedades Mecânicas Solidificação Transitória das Ligas Al-11 % Si e Eutética Al-11 % Si-5 % Ni : Parâmetros Térmicos , Microestrutura. [s.l.] Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), 2017.

LINS, J. F. C. Caracterização microestrutural de bandas de cisalhamento adiabáticas num aço IF estabilizado ao titânio. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena. Departamento de Engenharia de Materiais, 2005.

LOBATO, M. Q. Avaliação da influência da adição de teores de Zr na termoresistividade da liga Al-0,05% Cu- [0,35-0,45]% Fe-0,3%Si, solidificada em molde unidirecional horizontal. [s.l.] Universidade Federal do Pará, 2016.

MARTINS, M. M. M. Estudo do Comportamento das Ligas de Alumínio 6061 e 6082. Dissertação (Mestrado). Aveiro, Portugal, 2008.

NASCIMENTO, L.G. Estudo das propriedades Mecânicas de Ligas HipoeutéticasAlNi Solidificadas Unidirecionalmente em Condições Transitórias de Fluxo de Calor. Belém. Pará. Dissertação. 2011.

OLIVEIRA, V. et al . Preparation and characterization of Ti-Al-Nb alloys for orthopedic implants. Braz. J. Chem. Eng., São Paulo , v. 15, n. 4, p. 326-333, 1998.

OLIVEIRA, Janaina da Costa Pereira Torres de. Evolução da microestrutura e da textura durante a laminação a frio e a recristalização de alumínio com diferentes níveis de pureza. 2009. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

REINHART, G. et al. Investigation of columnar–equiaxed transition and equiaxed growth of aluminium based alloys by X-ray radiography. Materials Science & Engineering A v.413-414 p. 384-388, 2005.

ROSA, D. M. Estruturas Celulares, Transição Celular/Dendrítica e Estruturas Dendríticas na Solidificação Unidirecional Transitória. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2007.

ROSA, D. M. Caracterização da microestrutura dendrítica na solidificação vertical descendente de ligas Al-Cu. Tese (Mestrado) Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2004.

SÁ, A. I. DE et al. Anodic oxidation and dielectric behaviour of aluminium-niobium alloys. Corrosion Science, v. 48, n. 8, p. 2203–2211, 2006.

SANTOS, R. G. Transformação de fases em materiais metálicos. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2006, 432 p.

SANTOS, W. L. R. Efeitos de teores de Zr sobre as propriedades mecânicas e elétricas de ligas Al-Ec-Si aplicadas na elaboração de ligas para Tx e Dx de energia elétrica. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Pará. Instituto de tecnologia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2010.

SCHAKELFORD, J. F.; Introduction to Materials Science for Engineers, 5 th ed. Prentice Hall, New Jersey, 2000.

SILVA, J. I. S. (2017). Caracterizacao Microestrutural e Mecanica de Ligas Diluidas de Alumínio-Niobio (Al-Nb). Dissertacao de Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia, Publicacao 52A/2017, Faculdade UnB Gama/FT/Universidade de Brasilia, DF, 89p.

SUN, Jun; ZHANG, Y. B.; JENSEN, D. Juul. Roughness of grain boundaries in partly recrystallized aluminum. Scripta Materialia, v. 126, p. 45-49, 2017.

VIEIRA, C.; MAZZOLENIS, S. A História do Alumínio no Brasil, 30 anos. São Paulo, Editora Antônio Belline, 2000. 120p.

ZHU, Z. et al. Experimental identification of the degenerated equilibrium and thermodynamic modeling in the Al-Nb system. Journal of Alloys and Compounds, v. 460, n. 1–2, p. 632–638, 2008.