# ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TAXA DE RESFRIAMENTO NA MICROESTRUTURA E RESISTÊNCIA A CORROSÃO NAS LIGAS AL-4%CU-7,5%NI E AL-4%CU-13%NI SOLIDIFICADAS UNIDIRECIONALMENTE POR FLUXO DE CALOR TRANSIENTE

**Lorena Greice Oliveira da Gama[1], Yury Yashyn Fonseca Lopes Leite[2], Ronald Barbosa Lobo[2], Nelma Cristiane Siqueira da Silva[2], Luiz Gabriel da Silva Nascimento[2], Otávio Fernandes Lima da Rocha[2]**

*[1]Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará – IFPA, Belém/PA, Brasil (lorena_greice@hotmail.com)*
*[2]Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará – IFPA, Belém/PA, Brasil*

*Resumo:* Este trabalho se concentra na análise da solidificação das ligas de Al-4%Cu-7,5%Ni e Al-4%Cu-13%Ni, com o objetivo de analisar os efeitos da concentração de níquel nos parâmetros térmicos, na microestrutura e na resistência a corrosão intergranular. Os resultados mostram que a liga com 7,5%Ni apresentou uma taxa de resfriamento e maior, acarretando uma microestrutura mais refinada em relação à liga com 13%Ni, como uma perda de massa pela corrosão maior.

*Palavras-chave*: Solidificação Unidirecional; Ligas do sistema Al-Cu-Ni; Ensaio de corrosão intergranular;

## INTRODUÇÃO

O alumínio e suas ligas vêm se tornando os materiais estruturais mais requisitados devido as suas propriedades específicas, mas quando combinado com a maioria dos metais de engenharia, permiti agregar características tecnológicas, possibilitando a sua aplicação em produtos a serem fabricados (Pontes *et al*, 2024).

Entre os elementos de ligas que podem ser adicionados no alumínio, está o cobre. Conhecidas como liga da série 2XXX, possuem baixo peso específico, alta resistência mecânica, módulo de elasticidade e boa resistência ao desgaste, contudo, tem sua resistência a corrosão diminuída (Rodrigues, 2023).

Segundo Braga *et al*. (2022 apud Kaya *et al*. 2012), o níquel quando adicionado ao alumínio, permite gera ligas com propriedades elétricas, magnéticas, ópticas, baixa densidade, resistência à oxidação e alto ponto de fusão. Schon (2022) cita que o níquel pode ser adicionado nas ligas Al-Cu, formando o sistema ternário Al-Cu-Ni, permitindo um aumento em suas propriedades e aplicações, devido ao reforço originado da interação entre a fase rica em Al e compostos intermetálicos, como $Al_2Cu$ e $Al_3Ni$.

Contudo, além da composição química, o processo de fabricação pode influenciar no desenvolvimento e nas propriedades finais da liga. Neste contexto, as análises dos fenômenos da solidificação dos metais se apresentam de grande importância, principalmente a solidificação direcional, pois de acordo com Mendes *et al*. (2023), a técnica de solidificação direcional permite analisar fenômenos envolvidos na transformação líquido/sólido, permitindo uma investigação dos eventos físicos envolvidos que ocorrem apenas em uma única direção, facilitando uma compreensão dos princípios e leis que infrinjam em cada caso particular. Dessa forma, ao mapear os parâmetros térmicos de solidificação, é possível controlar as variáveis térmicas, como a taxa de resfriamento, velocidade de solidificação e gradiente térmico, permite controla a microestruturas resultantes das ligas de interesse (Nunes, 2024).

Segundo Braga *et al*. (2022), os processos de solidificação influenciam na macroestrutura e microestrutura, podendo apresentar uma morfologia planar, celular ou dendrítica. Nunes (2024) cita que a variação microestrutural em função da taxa de resfriamento ($T_R$) e velocidade da isoterma *liquidus* ($V_L$) em diferentes regiões ao longo do comprimento do lingote, permiti correlacionar as variáveis térmicas da solidificação com as características microestruturais, como os espaçamentos dendríticos primários ($\lambda_1$), secundários ($\lambda_2$) e terciários ($\lambda_3$).

Em sua revisão, Barbosa (2020) e Carvalho (2020) cita diversos estudos teóricos sobre solidificação direcional em regime transiente, onde foram

realizados em ligas de alumínio, em que correlaciona espaçamentos dendríticos secundários com os parâmetros térmicos, onde se estabeleceu uma relação matemática descrita na equação 1 abaixo:

$$\lambda_2 = A(T_R, V_L)^B \quad (1)$$

Onde, A é a constante que depende do tipo de liga e B é o expoente que assumirá os valores -1/3 e -2/3 para taxa de resfriamento e velocidade da isoterma *liquidus* respectivamente.

Entre os ensaios que permitem avaliar as propriedades dos materiais, está o ensaio de corrosão. Araujo (2019 apud Legrand, 2004; Lalgudi, s.d.) cita que a corrosão pode ser definida como conversão do metal com elementos do seu meio, para um estado não metálico, e dessa forma, perdendo as suas propriedades essenciais, como resistência mecânica, elasticidade e ductilidade. O autor anterior cita que no caso do alumínio e suas ligas, a corrosão ocorre predominantemente de forma localizada, geralmente por pites ou intergranular.

A corrosão intergranular pode ser definida de acordo com Rodrigues (2023) como um ataque nas regiões dos contornos dos grãos causando perdas de propriedades mecânicas. Viveiros (2020) cita que esse tipo de corrosão ocorre devido à diferença de potencial eletroquímicos entre o interior do grão e os seus contornos. As ligas de alumínio com teores de cobre são propensas a sofrer esse tipo de corrosão, devido à formação de precipitados de $Al_2Cu$ em seus contornos de grão (Santos, 2023; Araujo, 2019).

Foi realizado através desse trabalho um ensaio de solidificação unidirecional nas ligas Al-4%Cu-7,5%Ni e Al-4%Cu-13%Ni, para avaliar os efeitos do aumento do teor de níquel nos parâmetros térmicos e nos espaçamentos dendríticos secundários. Como também, avaliar a sua resistência à corrosão intergranular através de um ensaio de imersão seguindo as normas ASTM G110-92 e ASTM G1-03.

## MATERIAL E MÉTODOS

### PREPARAÇÃO DAS LIGAS

Primeiramente, foi realizado o cálculo estequiométrico para calcular o balanço de massa dos elementos químicos para a fabricação das ligas Al-4%Cu-7,5%Ni e Al-4%Cu-13%Ni, sendo utilizado uma balança de alta precisão de 0,01 g para ser medido as massas dos elementos químicos. Em seguida, foi realizado a etapa de fundição dos constituintes das duas ligas de forma separada, onde foi levado o alumínio sólido dentro de um cadinho de carbeto de silício revestido com alumina para um forno do tipo Mufla. Após o alumínio ser completamente fundido, foram adicionados os demais elementos de ligas, e com um auxílio de uma haste revestida com uma camada de alumina, foi misturado os solutos na matriz de alumínio até que ficasse homogeneizado. A figura 1 mostra parte desse ensaio.

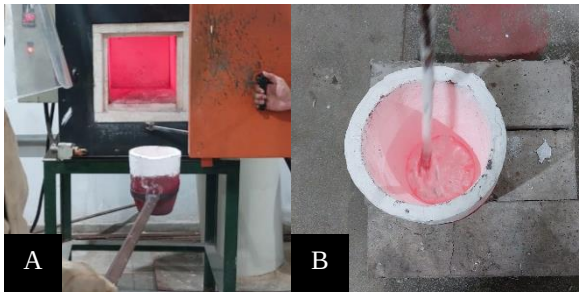



Figura 1. Preparação da liga no forno tipo Mufla (A); Homogeneização da liga (B).

Logo depois, a liga foi retirada do forno e colocada em um segundo cadinho com a abertura coberta com material refratário para minimizar a perda de calor ao ambiente. Com um auxílio de um termopar em seu anterior, foi registrado a curva de resfriamento de ambas as ligas para determinar as temperaturas *liquidus* e *solidus*. Após isso, as ligas solidificadas foram levadas para a fluorescência de raio-X para analisar a composição química. A figura 2 mostra o registro das curvas de resfriamento pelo termopar e a tabela 1 mostra os resultados da análise da composição química das duas ligas.



Figura 2. Registro da curva de resfriamento de uma das ligas.

Tabela 1. Análise das composições químicas das ligas.

| **Liga** | **Al (%)** | **Cu (%)** | **Fe (%)** | **Ni (%)** |
|---|---|---|---|---|
| Al-4%Cu-7,5%Ni | 87,82 | 4,31 | 0,22 | 7,66 |
| Al-4%Cu-13%Ni | 82,52 | 04,09 | 0,24 | 13,15 |

### ENSAIO DE SOLIDIFICAÇÃO

As ligas fabricadas foram refundidas no forno do tipo Mufla, e durante esse processo, foi feito a preparação do molde, onde foi feito seis orifícios em sua parede nas posições 3, 9, 24, 50, 70 e 90 mm em relação à base refrigerada para a colocação dos termopares

com o objetivo de registra os parâmetros térmicos durante o ensaio de solidificação, e colocado um revestimento de material refratário no molde para receber o metal líquido. Em seguida, o molde foi posto na lingoteira. A preparação desse ensaio pode ser vista na figura 3.

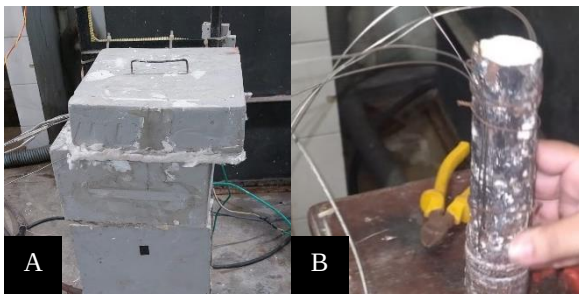



Figura 3. Dispositivo de solidificação direcional (A); Instalação dos termopares no molde (B).

Após isso, foi ligado o dispositivo de solidificação até atingir uma temperatura acima da temperatura *liquidus* de cada material, e em seguida, foi levado às ligas fundidas para lingoteira para aquisição dos registros térmicos, através de um dispositivo coletor de dados com software específico, devidamente conectado aos termopares e a um notebook com leitura direta em seis canais de entrada simultaneamente, todos com diferentes escalas.

A figura 4 mostra a execução do ensaio de solidificação.

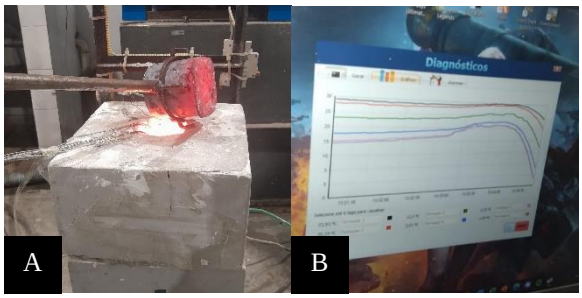



Figura 4. Transferência da liga fundida para a lingoteira (A); Registro térmicos do ensaio de solidificação (B).

Ao finalizar o ensaio, os dois lingotes foram retirados e cortados longitudinalmente com o auxílio de uma serra fita em duas secções, para ser feito o ensaio de metalografia e de corrosão.

## ENSAIO DE METALOGRAFIA

Para esse ensaio, uma das secções de cada lingote foi cortada transversalmente em 6 posições (P1, P2, P3, P4, P5 e P6) referente as regiões onde se localizava os termopares. As peças foram embutidas usando uma massa plástica e um catalisador para acelerar o processo, e em seguida forma lixadas com lixas de granulometria #80 até #1200 mesh, depois foram polidas e finalizadas com ataque químico, sendo utilizado o reagente Kroll para a liga Al-4%Cu-7,5%Ni e keller para a liga Al-4%Cu-13%Ni. Ao finalizar essa etapa, as peças foram limpas com água destilada e secas com um auxílio de um secador. Essas etapas podem ser vistas na figura 5.

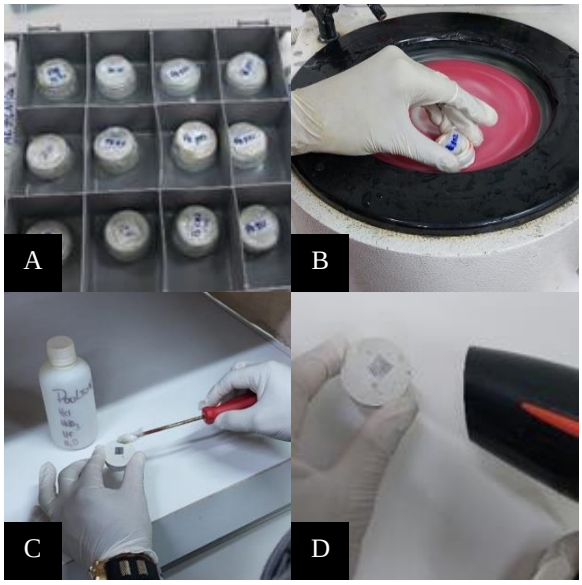



Figura 5. Embutimento das peças (A); Etapa de polimento (B); Etapa de ataque químico (C); Secagem da peça (D).

Logo depois, os corpos de prova foram levados para o Microscópio Óptico modelo Motic para visualizar as microestruturas e medir os espaçamentos dendríticos secundários ($\lambda_2$) através da média das distâncias entre os braços secundários adjacentes.

## ENSAIO DE CORROSÃO

As amostras foram retiradas da secção do lingote transversalmente nas mesmas regiões que se encontravam os termopares como feito no ensaio de metalografia. E seguindo as normas ASTM G110-92 e ASTM G1-03, os corpos de prova foram cortados e pesados em uma balança de alta precisão de 0,01 g para que todos ficassem com a mesma massa. A figura 6 demostra os equipamentos utilizados nesse ensaio.




Figura 6. Equipamentos utilizados para essa etapa.

Logo depois, as peças passaram por um processo de limpeza usando uma solução com 94,5 ml de água destilada, 5 ml de $HNO_3$ a 70% e 0,5 ml de HF a

48% em um recipiente. Em seguida, as peças foram levadas para outro recipiente contendo uma solução ácida com 28,5 g de NaCl e de $H_2O_2$ a 30% por 24 horas dentro de um forno do tipo Mufla a aproximadamente 40° C, como pode ser visto na figura 7.

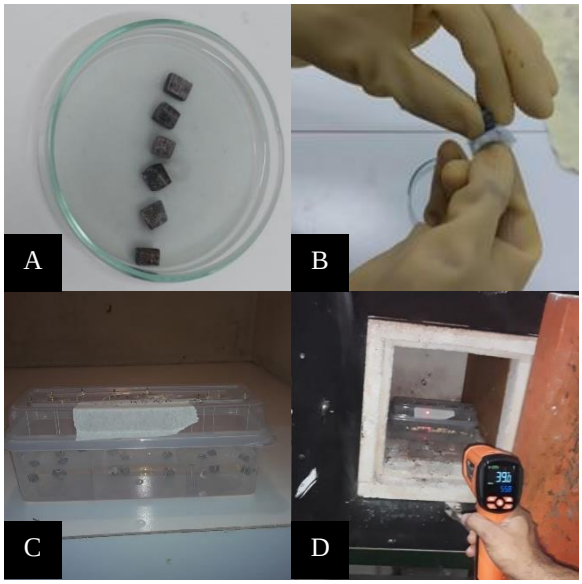



Figura 7. Imersão das peças na solução (A); Limpeza das peças (B); Peças imersas no recipiente com a solução ácida (C); Amostras submersas no forno tipo Mufla (D).

Depois desse procedimento, os corpos de prova passaram novamente pelo processo de limpeza para a retirada do material oxidado, e em seguida pesados e levadas para um microscópio óptico modelo Motic para visualizar a microestrutura dos corpos de prova após o ensaio de corrosão.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### TAXA DE RESFRIAMENTO AO LONGO DO LINGOTE

Com os dados obtidos dos perfis térmicos dos seis termopares durante o ensaio de solidificação, que considerou a variação de temperatura pelo tempo, foi obtido os dados da taxa de resfriamento, que foram plotados junto com os dados da posição dos termopares no lingote, sendo gerado um gráfico do comportamento das ligas durante o ensaio, e através de ajuste da curva, foi possível gera uma função que reflete a variação da taxa de resfriamento ao longo do lingote, como pode ser observado nas figuras 8.

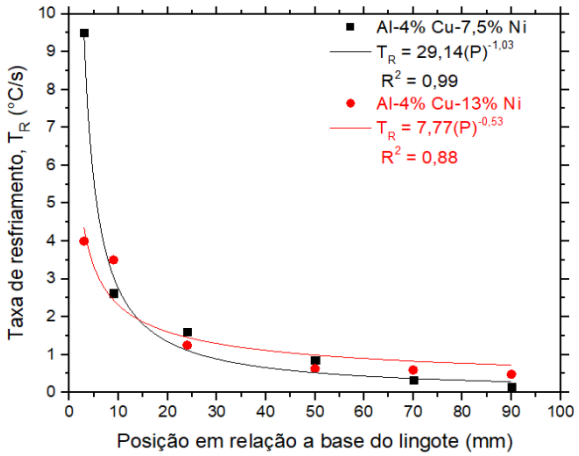



Figura 8. Gráfico da taxa de resfriamento do lingote em função da posição da base do lingote.

Os resultados obtidos mostram que a taxa de resfriamento é mais elevada quando mais próximos à interface metal/molde, tendo ocorrido em função do aumento progressivo da resistência térmica ocasionado pela camada de metal solidificado. Pode se observa que com o aumento do teor de níquel, houve uma diminuição da $T_R$ em relação ao de menor teor de níquel, conforme já observado por Pontes *et al.* (2024).

A relação entre a média dos espaçamentos dendríticos secundários com a taxa de resfriamento pode ser vista na figura 9.

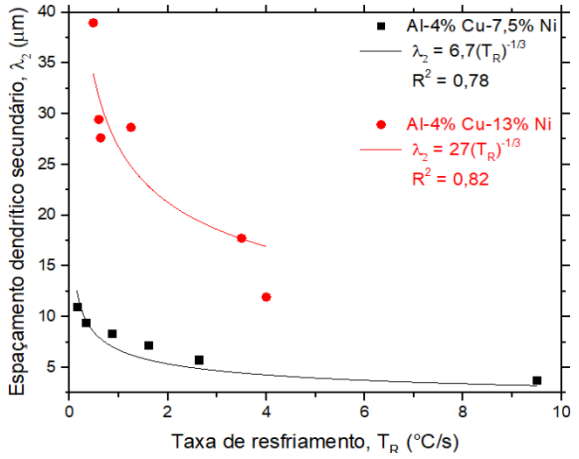



Figura 9. Gráfico do $\lambda_2$ em função da $T_R$.

Observa-se que quanto maior a taxa de resfriamento, menor é o espaçamento dendrítico secundário. Ao comparar esses resultados com a figura 8, se nota que a liga Al-4%Cu-7,5%Ni por ter a maior taxa de resfriamento, se tornou uma estrutura mais refinada quando comparada com a liga Al-4%Cu-13%Ni. A expressão matemática estabelecida que relacionada o crescimento do $\lambda_2$ em função da $T_R$ como uma função do tipo de potência com o expoente "-1/3", provou ser útil para demostra a correlações dendríticas em

condições de fluxo de calor transiente em ligas de alumínio.

## ENSAIO DE CORROSÃO

O gráfico na figura 10 mostra os efeitos da corrosão nas regiões dos termopares ao longo do lingote através da remoção percentual do material oxidado em relação à massa do material antes do ensaio.

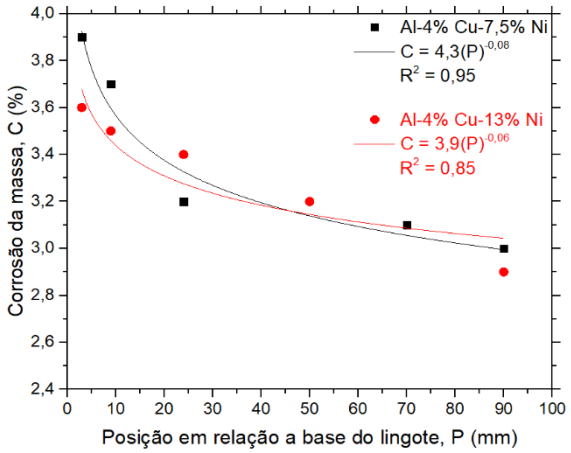



Figura 10. Gráfico de corrosão pela distância do lingote

Os resultados mostram que as posições inferiores do lingote, houve um percentual maior em perda de massa acarretada pela corrosão. Nota-se uma relação direta da dimensão da estrutura com a resistência a corrosão, visto que os resultados evidenciam que próximo a interface de extração de calor, onde os espaçamentos dendríticos são menores e sua concentração é maior, gerando uma perda de massa maior durante o ensaio de corrosão. Rodrigues (2023 apud Osório *et al*., 2011) cita que existe controvérsia na literatura quanto aos efeitos do espaçamento dendrítico secundário sobre a taxa de corrosão, pois alguns estudos citam que um espaçamento dendrítico mais fino leva a uma contribui para o aumento da resistência à corrosão, pois leva uma distribuição mais homogênea de $Al_2Cu$, mas, por outro lado, ligas contendo certos elementos como níquel, nióbio e silício, pode atribuir maior resistência à corrosão para $\lambda_2$ maiores.

Os efeitos do ensaio de corrosão podem ser vistos na figura 11.

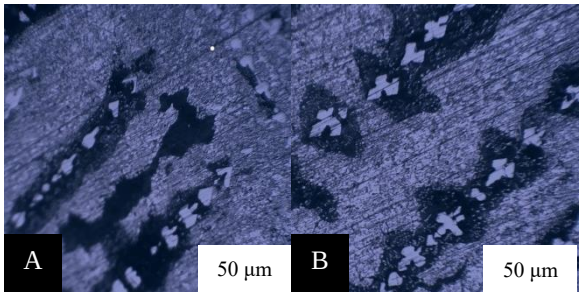



Figura 11. Microestrutura da liga Al-4%Cu-7,5%Ni (A); Microestrutura da liga Al-4%Cu-13%Ni (B).

Ao analisar as microestruturas de ambas as ligas, pode-se observar os efeitos da corrosão são mais acentuadas nas regiões interdendríticas, conforme mostrado na figura 11. Isso se deve a presença dos precipitados de $Al_2Cu$, que segundo Araujo (2019), por ser mais nobres que a matriz, podem agir como catodos e acelerando a corrosão da região vizinha ao contorno de grão, e devido a esse intermetálico possui uma alta densidade, se torna mais presente na base do lingote, onde a taxa de corrosão foi maior. Nota-se que o intermetálico $Al_3Ni$ pode ter sido o último a ser consumido pelo ataque químico de corrosão, devido a sua maior resistência à corrosão (Soler, 2023).

## CONCLUSÃO

Os ensaios de solidificação e de corrosão mostraram a influência do aumento do teor de níquel nas ligas do sistema Al-Cu-Ni nos resultados dos parâmetros térmicos e na resistência a corrosão.

O aumento do teor de níquel permitiu uma diminuição na $T_R$, resultando uma estrutura mais fina na liga Al-4%Cu-7,5%Ni em comparação com a liga Al-4%Cu-13%Ni.

Os efeitos da corrosão foram maiores nas posições inferiores a base do lingote, podendo ter sido caudado pela presença de precipitados de $Al_2Cu$, que se acumulou mais próximo ao base do lingote, nas regiões dos contornos de grãos.

O aumento do teor de níquel proporcionou uma diminuição na perda de massa acarretada pela corrosão, pois ligas de alumínio-níquel demostram uma maior resistência à corrosão.

## REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM G110-92: Standard Practice for Evaluating Intergranular Corrosion Resistance of Heat Treatable Aluminum Alloys by Immersion in Sodium Chloride + Hydrogen Peroxide Solution. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2 p., 2022.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM G1-03: Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens. West Conshohocken, PA: ASTM International, 4 p., 2017.

ARAUJO, João Victor de Sousa. Influência dos tratamentos termomecânicos na microestrutura e no comportamento de corrosão da liga AA2198. 2019. 120 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2019.

BARBOSA, Carolina Rizziolli. Inter-relação entre solidificação, tratamento térmico, corrosão eletroquímica, microestrutura e propriedades mecânicas de uma liga automobilística AlSiMg. 2020. 125 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Engenharia de Materiais) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Campus Belém, Belém, 2020.

BRAGA, Dnilson Silva Braga et al. Relação entre parâmetros térmicos, microestrutura e dureza de um liga hipereutética do sistema Al-Ni, solidificada em regime transiente de fluxo de calor. *In*: BRAGA, Daniel L. S. (org.). Pesquisas e inovação em engenharias, ciências exatas e da terra: Produções científicas multidisciplinares no século XXI. v. 3. Florianópolis: Instituto Scientia, 2023, p. 214-229.

CARVALHO, João Victor Fernandes. Avaliação microestrutural da liga Zn-8%Al-0,8%Cu solidificada direcional. 2020. 55 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Centro de tecnologia, Natal, 2020.

MENDES, Gabriel et al. The Cu/Nb ratio influencing microstructure, mechanical and electrical in as-cast Al-3Cu-xNb alloys. Trans Indian Inst Met, v. 76, p. 1453-1465, 2023.

NUNES, Anderson Thadeu. Produção e caracterização de ligas Al-(3, 5, 10)Mg-0,1Sc por solidificação direcional e refusão superficial a laser. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, São Carlos, 2024.

PONTES, Ian Mateus Souza et al. Efeitos dos parâmetros térmicos e da concentração de níquel na dureza de ligas Al-Cu-Ni solidificadas Unidirecionalmente. Peer Review, v. 6, n. 7, p. 264-274, 2024.

RODRIGUES, Helder Caldas. Estudo da resistência à corrosão em ligas Al-3%Cu-xNb (x = 0,5, 3, 5%) solidificadas horizontalmente sob regime transiente de extração de calor. 2023. 103 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Campus Belém, Belém, 2023.

SANTOS, Bianca Sanches. Caracterização microestrutural da liga de alumínio 2024 após shot peening. 2023. 73 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2023.

SCHON, Aline Ferreira. Avaliação das ligas Al-5%Cu e Al-4%Cu-1%Ni tratadas por refusão à laser para aplicação em manufatura aditiva. 2022. 96 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Centro de Tecnologia, Centro de Ciências Exatas e da Terra, Natal, 2022.

SOLER, Gabriel de Araújo. Correlação entre parâmetros microestruturais e resistência mecânica de uma liga Al-Ni-Co. 2023. 51 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Aeronáutica) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia, São João de Boa Vista, 2023.

VIVEIROS, Bárbara Victoria Gonçalves de. Resistência à corrosão das ligas de alumínio AA2050-T84 e AA7050-T7451 soldadas por fricção e mistura. 2020. 122 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2020.