

ANÁLISE DA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA (%IACS) EM LIGAS DE ALUMÍNIO SOLIDIFICADA HORIZONTALMENTE SOB REGIME TRANSIENTE DE FLUXO DE CALOR

Vasconcelos, A. J.^{1*}; Cosmo, N. S.¹; Jesus, W. B. S.²; Silva, M. A. P. S.¹; Rocha, O. F. L.³; Melo, M. L. N. M.⁴; Souza, H. R. O.¹

1 - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará - UFPA, Rua Augusto Correa, 01, Guamá, Belém - PA, 66075-110.

- 2 Institulo Militar de Engenharia IME, Praça Gen. Tibúrcio, 80 Urca, Rio de Janeiro RJ, 22290-270.
- 3 Faculdade de Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará - IFPA, Avenida Almirante Barroso, 1155, Marco, Belém - PA, 66093-020.
- 4 Universidade Federal de Itajubá UNIFEI, Av. B P S, 1303 Pinheirinho, Itajubá -MG, 37500-903.

angelavasconcelos@live.com; nadia12188@gmail.com; wellington.bruno@ime.eb.br; mariaestillac@gmail.com; otavio.rocha@ifpa.edu.br; mirianmottamelo@unifei.edu.br; hericlesoliveira.ho@gmail.com

RESUMO

A constante demanda por materiais metálicos aprimorados impulsiona a pesquisa nas propriedades dos materiais durante processos fundamentais como a solidificação. Ao explorar parâmetros térmicos e alterações elétricas induzidas pelo ferro, este estudo busca contribuir para a melhoria de processos de fabricação e a aplicabilidade dessas ligas em diversos cenários industriais. Neste trabalho, a liga Al-7%Si-0,4%Mg e a liga com adição de Fe, Al-7%Si-0,4%Mg-1,2%Fe foram submetidas a um experimento de solidificação horizontal através de um dispositivo refrigerado a

água e equipado com termopares para obtenção de dados como temperatura e tempo, que por sua vez permitiram a obtenção de parâmetros térmicos de solidificação como velocidade de crescimento (VL) e taxa de resfriamento (TR), a serem determinadas. O comportamento elétrico foi obtido para avaliar alterações elétricas na presença do ferro para diferentes espaçamentos dendríticos secundários (λ_2), essa propriedade elétrica foi obtida por medidas de condutividade elétrica (%IACS). A presença das fases β -Al₅FeSi funciona como um obstáculo para a condução elétrica na liga, e menores tamanhos de fase β -Al₅FeSi são encontrados para altas taxas de resfriamento e menores valores de espaçamento dendrítico secundário (λ_2), é onde a condutividade elétrica é maior. Assim, maiores medições de espaçamento dendrítico secundário (λ_2) foram solidificadas com menores taxas de resfriamento, apresentando elevada quantidade da fase β -Al₅FeSi e diminuindo os valores de condutividade com o elevado teor de Fe.

Palavras-chave: solidificação horizontal, condutividade elétrica, liga Al-Mg-Si-Fe, espaçamento dendrítico, β-Al5FeSi.

INTRODUÇÃO

A indústria tem adotado tecnologias para melhorar os benefícios da reciclagem de ligas de alumínio em processos de fundição e conformação mecânica. A reciclagem do alumínio consome significativamente menos energia em comparação à produção primária a partir de matéria-prima. Isso tem feito com que o processo de reciclagem de ligas de alumínio ganhe destaque na comunidade científica (1, 2). No entanto, um dos maiores desafios enfrentados pelas indústrias de reciclagem é a presença do ferro, que por sua vez é facilmente incorporado à sucata de alumínio como impureza, levando a formação de fases intermetálicas de Fe durante a transição líquido-sólido (3-6). Os compostos intermetálicos ricos em Fe (IMCs), como α–Al₈Fe₂Si ou α-Al₁₅(Fe,Mn)₃Si₂, β-Al₅FeSi, Δ -Al₄FeSi₂, ω-Al₇Cu₂Fe е π -Al₈Mg₃FeSi₆ podem nuclear e crescer durante a solidificação do alumínio reciclado.

Entre os intermetálicos ricos em Fe mais comuns presentes na microestrutura de ligas comerciais de AI é a fase β-AI₅FeSi, uma das mais indesejáveis quando é necessário um comportamento mecânico superior que associe alta resistência à

1702

tração com boa ductilidade (5, 7-9). A solidificação direcional é útil para determinar relações quantitativas entre microestrutura, como espaçamento interdendrítico, e variáveis térmicas de solidificação. Ela permite analisar a influência de cada variável de forma independente e mapear parâmetros microestruturais em uma amostra solidificada de forma mais ampla. (10).

Os metais, em geral, são ótimos condutores de eletricidade, entretanto, seu interior não oferece passagem livre de elétrons, pois em sua microestrutura existe características que favorecem ou não a movimentação dos elétrons livres (11). Segundo Smallman e Bishop (1999) a presença de impurezas na estrutura cristalina do material provoca o espalhamento dos elétrons e consequentemente diminuição da condutividade elétrica do mesmo. Na liga estudada as fases β -Al₅FeSi presente em maior quantidade na liga com 1,2%Fe inibiu o crescimento dendrítico e para menores valores de espaçamento dendrítico secundário foram encontrados maiores valores de condutividade elétrica (%IACS).

MATERIAIS E MÉTODOS

As ligas foram obtidas em um dispositivo de solidificação direcional horizontal do Instituto Federal do Pará (Figura 1). O dispositivo, feito de aço inoxidável AISI 304, possui dimensões de 150 mm de comprimento, 60 mm de largura, 60 mm de altura e 3 mm de espessura. As superfícies internas foram revestidas com alumina e a parte superior foi isolada com material refratário para minimizar perdas de calor. Técnicas de caracterização microestrutural foram utilizadas para obter espaçamentos dendríticos secundários (λ 2) e condutividade elétrica. A microscopia óptica (MO) foi usada para a caracterização microestrutural e a condutividade foi medida em %IACS.



Figura 1. Esquema do dispositivo de solidificação direcional horizontal (12).

O lingote foi seccionado na longitudinal e então foram retirados, da região central, corpos de prova ao longo do comprimento longitudinal de cada lingote, nas posições correspondentes a 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110 e 120 mm, em relação à interface metal/molde, lixados até #1200 e então polidos em pano de polimento e pasta de diamante de 1 μ m a 3 μ m e então atacados quimicamente com Keller (10 ml de HF, 15 ml de HCl, 25 ml de HNO₃ e 50 ml de água destilada) (13-17).

As micrografias foram obtidas a partir de Microscópio Óptico Olimpus, modelo UC30 no IFPA Campus Belém, acoplado ao software de captura de imagem Analise Sys, utilizado para obter as imagens das microestruturas de solidificação. Para obtenção dos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) foi utilizado o software ImageJ. Os valores de λ_2 foram medidos sobre a seção longitudinal (paralela ao fluxo de calor) do corpo de prova. Foram realizadas 12 medidas para cada posição consideradas. A região de retirada dos corpos de provas para caracterização e quantificação dos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) e o método para quantificar os valores de λ_2 está esquematizado na Figura 2.

Figura 2. Região de retirada dos corpos de prova e medição dos espaçamentos dendríticos secundários com esquema de crescimento de dendritas colunares (18).



As medidas de condutividade elétrica foram realizadas em conformidade com a norma ASTM E1004–09 utilizando um condutivímetro portátil digital de contato da marca Zappi modelo DC-11M (Figura 3), do Laboratório de Metalurgia e Materiais (LMM) da UNIFEI. O condutivímetro utiliza como princípio as correntes parasitas geradas por campos magnéticos "*eddy current techniques*" e é como uma porcentagem da condutividade do International Annealed Copper Standard (%IACS). A técnica foi utilizada com a finalidade de estudar a relação entre a condutividade elétrica e as alterações microestruturais ocorridas nas ligas de alumínios estudadas diante da presença de 1,2%Fe e a evolução da condutividade elétrica ao longo da solidificação direcional.

O condutivímetro foi calibrado com padrão de alumínio de 34,6 %IACS para fornecer valores de condutividade a 20°C. Foram realizadas 5 medições para cada posição de ambas as ligas, onde o corpo de prova ensaiado possui seção de 15mm x 20mm e profundidade de 10mm. As superfícies a serem analisadas dos corpos de prova foram devidamente lixadas e polidas, garantindo uma superfície plana e limpa para maior confiabilidade de resultados. O sensor localizado na extremidade do cabo do Condutivímetro foi então posicionado com a face voltada para a superfície plana do corpo de prova, e então a condutividade foi gerada automaticamente no display de LCD do equipamento. Ao final obteve-se a média dos valores.





RESULTADOS E DISCUSSÃO

As micrografias das ligas AI-7%Si-0,4%Mg e AI-7%Si-0,4%Mg-1,2%Fe foram obtidas por microscopia óptica e são mostradas na Figura 4. A microestrutura consiste

em dendritas secundárias de uma matriz rica em alumínio com uma rede interdendrítica de compostos intermetálicos nos contornos de grãos. Com a presença do elevado teor de Fe na liga Al-7%Si-0,4%Mg-1,2%Fe, a microestrutura observada na Figura 4(c) e Figura 4(d) evidencia o surgimento de fases β -Al₅FeSi que ultrapassam regiões interdendrítica e compostos intermetálicos dos contornos de grãos.

Observa-se que para posições mais afastadas da interface de resfriamento que o tamanho de grão vai aumentando, isto é, para menores taxas de resfriamento a estrutura passa a ser mais grosseira e logo com espaçamento secundário (λ_2) maiores. Pode ser observado também que a forma como as regiões interdendríticas adjacentes às fases β -Al₅FeSi se apresentam ao longo do metal solidificado, dificulta a visualização da estrutura dendrítica, mostrando pouca direcionalidade do crescimento dendrítico para a liga com 1,2%Fe.

Figura 4. Liga AI-7%Si-0,4%Mg nas posições (a) 10mm, (b) 90mm, e Liga AI-7%Si-0,4%Mg-1,2%Fe nas posições (c) 10mm, (d) 90mm por Microscopia ótica



A Figura 5 mostra as medidas dos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) ao longo do corpo de prova.

Figura 5. Evolução dos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2) ao longo da posição das ligas Al-7%Si-0,4%Mg e Al-7%Si-0,4%Mg-1,2%Fe



Como já foi observado que para posições mais afastadas da interface de resfriamento os espaçamentos secundários (λ_2) são maiores. Ao analisar o gráfico da Figura 5 é possível observar que para a liga com 1,2%Fe os espaçamentos dendríticos são maiores, isso pode ser causado pela presença do intermetálico β -Al₅FeSi em forma de agulhas, que funciona como um bloqueio nas regiões interdrendríticas, dificultando assim o fluxo do metal líquido ao longo da solidificação, e para a liga estudada atrapalha o fenômeno de nucleação e crescimento.

A condutividade elétrica foi feita com o propósito de se avaliar alterações elétricas para as ligas AI-7%Si-0,4%Mg e AI-7%Si-0,4%Mg-2%Fe para diferentes posições do lingote. Na Tabela 1 estão apresentados os resultados das medidas de condutividade elétrica para as duas ligas estudadas neste trabalho e para o alumínio comercialmente puro obtida por Medina (19).

| Posição, P (mm) | Al comercialmente puro (19) %IACS | AI-7%Si-0,4%Mg %IACS | AI-7%Si-0,4%Mg- 1,2%Fe %IACS |
|--------------------|--|-------------------------|------------------------------------|
| | 56,6 %IACS | | |
| 10 | | 40 | 33,04 |
| 40 | | 38,42 | 29,66 |
| 90 | | 36,72 | 28,98 |

Tabela 1. Condutividade elétrica das ligas AI-7%Si-0,4%Mg e AI-7%Si-0,4%Mg-2%Fe comparadas com resultados da literatura

A partir da Tabela 1, pode-se observar a que a condutividade das ligas AI-7%Si-0,4%Mg e AI-7%Si-0,4%Mg-2%Fe são menores do que a condutividade do Alumínio comercialmente puro. A diminuição da condutividade elétrica é causada pela presença dos elementos de liga Si, Mg e Fe, que para algumas análises podem ser considerados como impurezas. Segundo Smallman e Bishop (1999) a presença de impurezas na estrutura cristalina do material provoca o espalhamento dos elétrons e consequentemente diminuição da condutividade elétrica do mesmo.

A Figura 6 apresenta os resultados das medidas de condutividade elétrica para cada posição do corpo de prova.

Figura 6. Condutividade elétrica (%IACS) das ligas AI-7%Si-0,4%Mg e AI-7%Si-0,4%Mg-1,2%Fe para diferentes posições



No caso da liga Al-7%Si-0,4%Mg-1,2%Fe, pode-se notar que a presença da elevada quantidade de fase β -Al₅FeSi também alteram a condutividade, pois estes influenciaram na morfologia, no tamanho e na distribuição dos precipitados presentes na liga Al-7%Si-0,4%Mg, diminuindo os valores de condutividade com o elevado teor de Fe. Na Figura 7 estão apresentados os valores da condutividade elétrica da liga Al-7%Si-0,4%Mg e da liga Al-7%Si-0,4%Mg-1,2%Fe pelos espaçamentos dendríticos secundários (λ_2).





De acordo com a Figura 7, é possível observar que a presença das fases β -Al₅FeSi influencia consideravelmente na condutividade elétrica, pois além inibir o crescimento dendrítico e diminuir o espaçamento dendrítico secundário, a presença das fases β -Al₅FeSi funciona como um obstáculo para a condução elétrica na liga.

Pode-se observar também que para menores valores de espaçamento dendrítico secundário (λ_2) a condutividade elétrica é maior, isto ocorre devido a pequenas quantidades de soluto retido e baixas quantidades de contornos de grãos, por ser uma região onde a taxa de resfriamento é maior. As maiores medições de espaçamento dendrítico secundários (λ_2) foram solidificadas com menores taxas de resfriamento, e assim apresentam menor condutividade elétrica.

CONCLUSÃO

Foi observado ao longo da solidificação, que para baixas taxas de resfriamento os espaçamentos dendrítico secundário (λ_2) foram mais altos, e foram observados também que os compostos intermetálicos β -Al₅FeSi na liga com 1,2%Fe em forma de agulha dificultaram a formação do espaçamento dendrítico.

A condutividade elétrica (%IACS) das ligas estudadas são menores do que a condutividade do Alumínio comercialmente puro. A diminuição da condutividade elétrica é causada pela presença dos elementos de liga e na liga com 1,2%Fe, a forma como a fase β -Al₅FeSi se apresenta funciona como obstáculo na condutividade.

Para menores valores de espaçamento dendrítico secundário (λ_2) a condutividade elétrica é maior, isto ocorre devido a pequenas quantidades de soluto retido e baixas quantidades de contornos de grãos, por ser uma região onde a taxa de resfriamento é mais elevada.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a estrutura e o apoio financeiro fornecidos pelo IFPA, UFPA, UNIFEI, CAPES e CNPq para o desenvolvimento deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1. DAS, K.; YIN, W. The worldwide aluminum economy: The current state of the industry. J. MINER. MET. MATER. SOC., v. 59, pp. 57-63, 2007.
- GAUSTAD, G.; OLIVETTI, E.; KIRCHAIN, R. Improving aluminum recycling: A survey of sorting and impurity removal technologies. RESOUR. CONSERV. RECY., v. 58, pp. 79-87, 2012.
- 3. DINNIS, C. M.; TAYLOR, J. A.; DAHLE, A. K. As-cast morphology of ironintermetallics in Al-Si foundry Alloys, SCR. MATER., v. 53, pp. 955-958, 2005.
- CHEN, R.; SHI, Y.; XU, Q.; LIU, B. Effect of cooling rate on solidification parameters and microstructure of AI-7Si-0.3Mg-0.15Fe alloy, TRANS. NONFERROUS MET. SOC. CHINA, v. 24, pp. 1645-1652, 2014.
- JI, S.; YANG, W.; GAO, F.; WATSON, D.; FAN, Z. Effect of iron on the microstructure and mechanical property of Al–Mg–Si–Mn and Al–Mg–Si diecast Alloys, MAT. SCI. ENG. A, v. 564, pp. 130-139, 2013.
- KIM, B.; LEE, S.; LEE, S.; YASUDA, H. Real-Time Radiographic Observation of Solidification Behavior of Al-Si-Cu Casting Alloys with the Variation of Iron Content, MATER. TRANS., v. 53, pp. 374-379, 2012.
- CESCHINI, L; BOROMEI, I.; MORRI, A.; SEIFEDDINE, S.; SVENSSON, I. L. Effect of Fe content and microstructural features on the tensile and fatigue properties of the Al-Si10-Cu2 alloy, MATER. DES., v. 36, pp. 522-528, 2012.
- LI, Z.; LIMODIN, N.; TANDJAOUI, A.; QUAEGEBEUR, P.; OSMOND, P.; BALLOY,
 D. Influence of Sr, Fe and Mn content and casting process on the microstructures

and mechanical properties of AlSi7Cu3 alloy, MAT. SCI. ENG. A, v. 689, pp. 286-297, 2017.

- MALAVAZI, J.; BALDAN, R.; COUTO, A. A. Microstructure and mechanical behaviour of Al9Si alloy with different Fe contents, MATER. SCI. TECHNOL., pp. 1743-2847, 2014.
- GARCIA, A. Solidificação: Fundamentos e Aplicações. São Paulo: Ed. Unicamp, 2007.
- 11. SMALLMAN, R. E.; BISHOP, R. J. Modern physical metallurgy and materials engineering. Butterworth-Heinemann, 1999.
- BARBOSA, C. R.; LIMA, J. O. M.; MACHADO, G. M. H.; AZEVEDO, H. A. M.; ROCHA, F. S.; BARROS, A. S.; ROCHA, O. F. L. Relationship Between Aluminum-Rich/Intermetallic Phases and Microhardness of a Horizontally Solidified AlSiMgFe Alloy, MATER. RES., v. 22, pp. 1-12, 2019.
- HUNT J. D.; Keynote address: Cellular and primary dendrite spacings. INTERNATIONAL CONFERENCE ON SOLIDIFICATION AND CASTING OF METALS, LONDON, METALS SOCIETY, pp. 3-9, 1979.
- HUNT, J. D.; LU, S. Z. Numerical Modeling of Cellular Array Growth: Spacing and Structure Predictions. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, v. 27A, pp. 611-623, 1996.
- ROCHA, O. L.; SIQUEIRA, C.; GARCIA, A. Cellular Spacings In Unsteady-State Directionally Solidified Sn-Pb Alloys, MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A, v. 361, pp. 111-118, 2003A.
- SPINELLI, J. E.; FERREIRA, I. L.; GARCIA, A. Evaluation of Heat Transfer Coefficients During Upward and Downward Transient Directional Solidification of AI-Si Alloys. STRUCT MULTIDISC OPTIM, v. 31, pp. 241-248, 2006.
- CANTÉ, M. V.; SPINELLI, J. E.; FERREIRA, I. L; CHEUNG, N.; GARCIA, A. Microstructural Development in Al-Ni Alloys Directionally Solidified under Unsteady-State Conditions. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, v. 39a, pp. 1712-1726, 2008.
- VASCONCELOS, A. J. Efeitos da Adição de Ferro nos Parâmetros Térmicos, Microestrutura e Propriedades da Liga A356 Solidificada Horizontalmente sob Regime Transiente De Fluxo De Calor. 2022. Tese (Doutorado) - Instituto de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2022.

 MEDINA, E. G. B. Influência da Estrutura Bruta de Solidificação e do Tempo de Encharque durante a Solubilização nas Propriedades Mecânicas e na Condutibilidade Elétrica da Liga AL 7075. 2016. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Itajubá, Itajubá – MG, 2016.

ANALYSIS OF ELECTRICAL CONDUCTIVITY (%IACS) IN ALUMINUM ALLOYS SOLIDIFIED HORIZONTALLY UNDER TRANSIENT HEAT FLUX REGIME.

ABSTRACT

The constant demand for improved metallic materials drives research into the properties of materials during fundamental processes such as solidification. By exploring thermal parameters and electrical changes induced by iron, this study seeks to contribute to the improvement of manufacturing processes and the applicability of these alloys in various industrial scenarios. In this work, the AI-7%Si-0.4%Mg alloy and the alloy with Fe addition, AI-7%Si-0.4%Mg-1.2%Fe, were subjected to a horizontal solidification experiment through a water-cooled device equipped with thermocouples to obtain data such as temperature and time, which in turn allowed the obtaining of thermal parameters of solidification such as growth rate (VL) and cooling rate (TR), to be determined. The electrical behavior was obtained to evaluate electrical changes in the presence of iron for different secondary dendritic spacings (λ_2), this electrical property was obtained by electrical conductivity measurements (%IACS). The presence of the β -Al5FeSi phases acts as an obstacle to electrical conduction in the alloy, and smaller β-Al5FeSi phase sizes are found for high cooling rates and lower secondary dendritic spacing (λ_2) values, where electrical conductivity is higher. Thus, larger secondary dendritic spacing (λ_2) measurements were solidified at lower cooling rates, presenting a high amount of the β -Al5FeSi phase and decreasing conductivity values with high Fe content.

Keywords: horizontal solidification, electrical conductivity, AI-Mg-Si-Fe alloy, dendritic spacing, β -AI5FeSi.