

# SEGREGAÇÃO EM LIGA Cu-50% Ni APÓS SOLIDIFICAÇÃO CONVENCIONAL E ULTRA-RÁPIDA (MELT-SPINNING)

Rejane Aparecida Nogueira\* e Angelo Fernando Padilha\*\*

\* Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares,  
Comissão Nacional de Energia Nuclear  
CP 11049 - Pinheiros - CEP 05422-970 - São Paulo- BRASIL  
FAX (011) 816-9370

\*\* Escola Politécnica da Universidade de São Paulo  
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais  
CP 8174 - CEP 05508-900 - São Paulo - BRASIL

## RESUMO

As ligas Cu-Ni têm um amplo intervalo de solidificação e geralmente apresentam considerável segregação (e porosidade) no estado bruto de fundição. Neste trabalho, foi estudada a segregação na liga Cu-50%Ni após solidificação convencional em molde metálico com revestimento cerâmico e também após solidificação ultra-rápida por "melt-spinning". Várias técnicas complementares de análise microestrutural foram utilizadas, com ênfase na análise por comprimento de onda (microsonda eletrônica). As microestruturas e as curvas de concentração versus distância determinadas foram correlacionadas com os parâmetros de solidificação.

Microsegregação, liga Cu-Ni, microanálise

## ABSTRACT

Cu-Ni alloys have a wide solidification range and as-cast alloys usually present pronounced segregation (and porosity). The segregation in the Cu-50%Ni alloys after conventional solidification in metallic mould with ceramic lining and also after melt-spinning ultra-rapid solidification has been studied. Microstructural analyses using several complementary techniques have been carried out, with emphasis in electron microprobe analysis with WDS. The microstructures and the concentration profile curves have been correlated to the solidification parameters.

Microsegregation, Cu-Ni alloy, microanalysis

## INTRODUÇÃO

As ligas Cu-Ni são obtidas na prática predominantemente por fundição. A solidificação destas ligas ocorre, em geral, em condições fora de equilíbrio, isto é, não há tempo suficiente para que a composição de equilíbrio seja atingida. A microestrutura resultante é geralmente dendrítica e o grau de microsegregação depende principalmente das difusividades dos dois átomos, do tempo e da temperatura disponíveis para difusão<sup>(1-4)</sup>.

As estruturas de solidificação foram estudadas, neste trabalho, a partir de amostras de uma liga Cu-50%Ni obtida após solidificação convencional em molde metálico com revestimento cerâmico e também após solidificação ultra-rápida por "melt-spinning"<sup>(5)</sup>.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Foi utilizada uma liga de composição nominal 50%Cu-50%Ni em porcentagem em peso, fundida em forno VIM, utilizando-se cadinho de material refratário. A liga foi vazada em molde metálico com revestimento cerâmico e o lingote tinha dimensões de 60 x 60 x 180

mm<sup>3</sup> e pesava aproximadamente 7 kg.

Partindo-se de amostras do lingote no estado bruto de fundição, foram produzidas fitas por solidificação ultra-rápida, por meio do processo denominado melt-spinning. As fitas obtidas tinham cerca de 65 µm de espessura.

As técnicas de análise utilizadas neste trabalho foram: fluorescência de raios X, microscopia óptica e microanálise por meio de microsonda eletrônica.

A técnica de fluorescência de raios X foi escolhida por permitir uma análise quantitativa precisa de regiões representativas do lingote (superior, meio e inferior) para a determinação da presença ou não de macrosegregação.

A microscopia óptica foi utilizada para observar as microestruturas. Os corpos de prova foram embutidos e polidos até pasta de diamante de 1 µm. O ataque químico utilizado para revelar a microestrutura da amostra no estado bruto de fundição foi: 100 ml de álcool etílico, 25 ml de ácido clorídrico e 8 gramas de cloreto férrico. A microscopia óptica foi utilizada também, na escolha de linhas de interesse nas amostras posteriormente analisadas em microsonda eletrônica. A microsonda eletrônica foi utilizada para se

determinar a variação de concentração com a distância, principal aspecto a ser estudado, na determinação de segregação. O cobre e o níquel foram medidos utilizando-se cristal de difração LiF, linhas de emissão K(alfa), voltagem de 25 kV e tempo de contagem igual a 5 segundos. Os resultados obtidos foram corrigidos automaticamente para os efeitos de número atômico, absorção e fluorescência (correções ZAF).

O grau de homogeneidade foi avaliado utilizando-se como parâmetro o Índice de microsegregação residual definido como <sup>(5)</sup>:

$$I_s = (C^m - C_m) / (C_0^m - C_m^0) \quad (1)$$

onde:

$C^m$  = concentração máxima de soluto no tempo t,  
 $C_0^m$  = concentração máxima de soluto no tempo 0,  
 $C_m$  = concentração mínima de soluto no tempo t,  
 $C_m^0$  = concentração mínima de soluto no tempo 0.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Estado bruto de fundição. A composição química da liga, em porcentagem em peso, mostrou uma concentração igual a 50,2% de Ni e 49,8% Cu. As análises por fluorescência de raios X permitiram constatar a ausência de significativa macrossegregação. A Figura 1 dá uma visão espacial dos resultados. A média total de 9 análises foi igual a 47,9 ± 2,0% em peso de níquel.

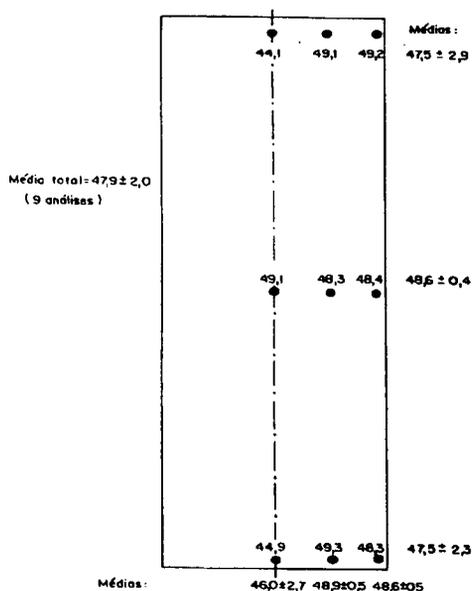


Figura 1: Composição química, em % em peso de níquel, de várias posições do lingote e suas respectivas médias.

Os resultados da Figura 1 mostram que a posição central do lingote é mais homogênea que suas extremidades superior e inferior. Ao longo de uma mesma linha vertical (posições 1) o meio do lingote apresentou uma maior heterogeneidade de composições. Esta região corresponde à zona central de grãos equiaxiais e apresenta, em média, um certo empobrecimento no elemento de maior ponto de fusão.

A micrografia da Figura 2, obtida após ataque com cloreto férrico, ilustra o estado bruto de fundição do lingote. Pode-se observar a presença de dendritas e grande quantidade de poros.

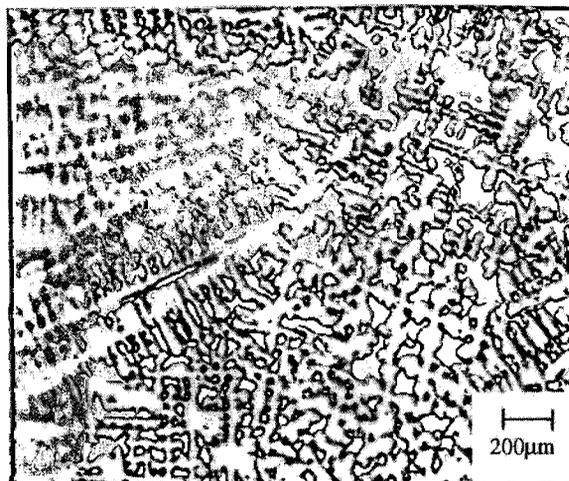


Figura 2: Microestrutura da seção transversal do lingote no estado bruto de fundição. Microscopia óptica. Ataque com cloreto férrico.

Em seguida foi feita uma análise detalhada da homogeneidade de composição (microsegregação) do lingote com o auxílio de microsonda.

Foram analisados cerca de 800 pontos. A Figura 3 apresenta as variações de concentração de níquel versus distância para três regiões de uma amostra selecionada em seção transversal do lingote. As análises da Figura 3.a foram feitas ao longo de braços dendríticos secundários. As análises das figuras 3.b e 3.c foram feitas em regiões aleatoriamente escolhidas na amostra.

Foram analisadas também 3 regiões da seção longitudinal do lingote, ou seja, paralela às paredes do molde, Figura 4. As variações de composição (amplitude) e dos espaçamentos (comprimentos de onda) foram menores em comparação com a seção transversal, isto é, perpendicular às paredes do molde.

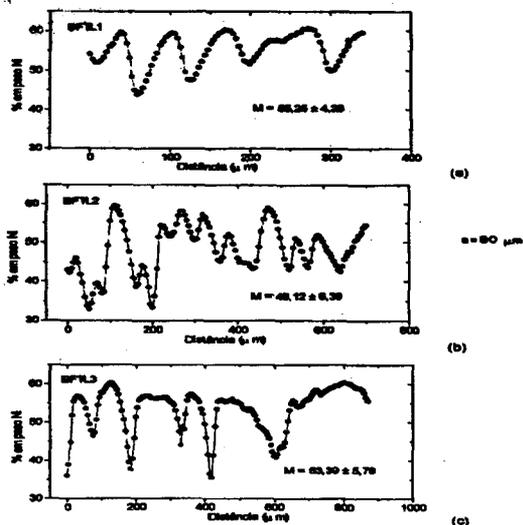


Figura 3: Concentração de Ni em % em peso em função da distância (em  $\mu\text{m}$ ) na amostra bruta de fundição. Secção transversal do lingote. (a) ao longo de braços dendríticos secundários com espaçamento entre cada ponto de  $3,5 \mu\text{m}$ ; (b) e (c) ao longo de linhas escolhidas aleatoriamente na amostra, com espaçamento entre os pontos igual a  $5 \mu\text{m}$ .

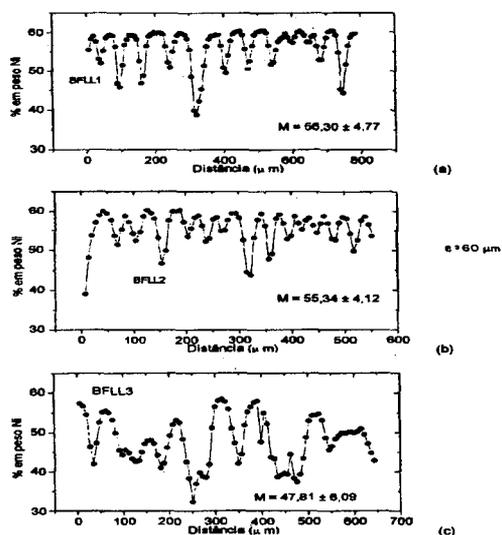


Figura 4: Concentração de Ni em % em peso em função da distância (em  $\mu\text{m}$ ) na amostra bruta de fundição. Secção longitudinal do lingote. (a), (b) e (c) se referem a linhas aleatoriamente escolhidas na amostra. O espaçamento entre os pontos foi igual a  $7 \mu\text{m}$ .

Os espaçamentos médios entre os braços dendríticos foram determinados e embora apresentassem considerável espalhamento, os valores médios obtidos foram cerca de  $80 \mu\text{m}$  para a secção transversal e  $60 \mu\text{m}$  para a longitudinal.

**Fitas obtidas por melt-spinning.** A Figura 5 apresenta uma micrografia da superfície da fita, sem ataque, obtida por meio de microscopia eletrônica de varredura. Pode-se observar a presença de dendritas bem mais finas do que as presentes no lingote (compare com a Figura 2) e a presença de grãos com tamanhos variados.

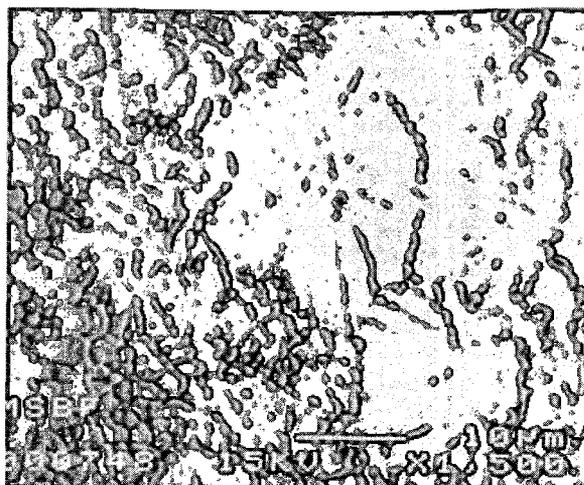


Figura 5: Microestrutura da superfície da fita obtida por melt-spinning. Microscopia eletrônica de varredura.

A Figura 6 apresenta as curvas de concentração versus distância para três regiões da superfície da fita.

As variações de composição (amplitude) são muito menores que no caso do lingote. Além disso, o espaçamento interdendrítico é também muito menor. O espaçamento médio entre os braços dendríticos secundários foi cerca de uma ordem de grandeza menor. Uma maneira de quantificar o nível de segregação desta amostra é por meio do cálculo do índice de segregação,  $I_s$ , conforme a equação (1). O valor de  $I_s$  para estas amostras é de aproximadamente 0,20, indicando um nível de segregação muito baixo. Na secção transversal das fitas as variações de composição com a distância são praticamente desprezíveis. O valor de  $I_s$  calculado para estas secções foi igual a 0,05. Mesmo considerando que as microestruturas obtidas por melt-spinning são muito finas, e que as limitações da técnica com relação à resolução lateral são mais críticas, foi possível associar a menor segregação com o aumento da velocidade de resfriamento.

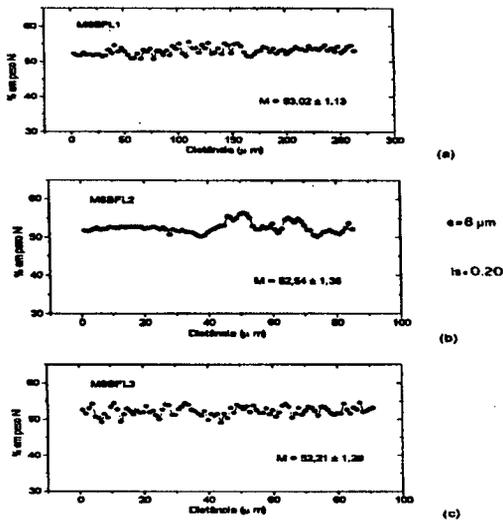


Figura 6: Concentração de Ni em % em peso em função da distância (em  $\mu\text{m}$ ) na superfície da fita obtida por melt-spinning. (a) espaçamento entre cada ponto igual a 3  $\mu\text{m}$ ; (b) e (c) espaçamento de 1  $\mu\text{m}$ .

## CONCLUSÕES

O lingote preparado por meios convencionais apresentou níveis elevados de microsegregação com diferenças absolutas de concentração de mais de 20%.

A solidificação ultra-rápida por melt-spinning diminuiu sensivelmente o espaçamento interdendrítico e a microsegregação. As diferenças absolutas de concentração baixaram para cerca de 5%. O espaçamento interdendrítico foi reduzido de uma ordem de grandeza.

## REFERÊNCIAS

- (1) OHNO, A. Solidificação de metais. São Paulo, S.P.: Livr. Ciência e Tecnologia, 1988.
- (2) KURZ, W.; FISHER, D. J. Fundamentals of solidification. 3 ed. Switzerland: Trans. Tech. Publications, 1989.
- (3) DOHERTY, R. D.; FEEST, E. A.; HOLM, K. Dendritic solidification of Cu-Ni alloys: Part I. Initial growth of dendrite structure. Metall. Trans., V.4, p. 115-124, 1973.
- (4) FEEST, E. A.; DOHERTY, R. D. Dendritic solidification of Cu-Ni alloys: Part II. The influence of initial dendritic growth temperature microsegregation. Metall. Trans., V.4, p. 125-136, 1973.
- (5) NOGUEIRA, R. A. Estudo da segregação e da homogeneização na liga Cu-50%Ni: influência da deformação e da recristalização na homogeneização. São Paulo, 1995 (Tese de Doutorado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares-USP).