UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALFENAS CAMPUS POÇOS DE CALDAS

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais - PPG-CEM

ANA GABRIELE PEREIRA NUNES

O USO DE ANTELIGA AI-4B PARA O AUMENTO DA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DO ALUMÍNIO LÍQUIDO

Poços de Caldas/MG 2016

ANA GABRIELE PEREIRA NUNES

O USO DE ANTELIGA AI-4B PARA O AUMENTO DA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DO ALUMÍNIO LÍQUIDO

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Alfenas. Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientadora: Prof^a Dra. Erika Coaglia Trindade Ramos

Co-orientadora: Prof^a Dra. Marilsa Aparecida Mota

Poços de Caldas/MG 2016

N972u Nunes, Ana Gabriele Pereira. O uso de anteliga Al-4B para o au

O uso de anteliga Al-4B para o aumento da condutividade elétrica do alumínio líquido / Ana Gabriele Pereira Nunes. – Poços de Caldas, 2016.

63 f. –

Orientador(a): Erika Coaglia Trindade Ramos. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Alfenas, Poços de Caldas, MG, 2016. Bibliografia.

1. Alumínio. 2. Boro. 3. Condutividade elétrica. I. Ramos, Erika Coaglia Trindade. II. Título.

CDD: 620.11

ANA GABRIELE PEREIRA NUNES

O USO DE ANTELIGA AI-4B PARA O AUMENTO DA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DO ALUMÍNIO LÍQUIDO

A Banca examinadora abaixo-assinada, aprova a Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Alfenas. Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientadora: Prof^a Dra. Erika Coaglia Trindade Ramos Co-orientadora: Prof^a Dra. Marilsa Aparecida Mota

Aprovada em Poços de Caldas, 26 de fevereiro de 2016.

Banca Examinadora:

Profa. Dra. Erika Coaglia Trindade Ramos

Orientadora

Universidade Federal de Alfenas - UNIFAL-MG - Campus Poços de Caldas

allsandra & P. Ambrojn

Profa. Dra. Alessandra Regina Pepe Ambrozin Universidade Federal de Alfenas – UNIFAL-MG - *Campus* Poços de Caldas



Profa. Dra. Sandra Nakamatsu Universidade Federal de Itajubá - UNIFEI

AGRADECIMENTOS

À Deus pela oportunidade.

À Universidade Federal de Alfenas - UNIFAL pela chance oferecida.

À Prof^a Dra. Erika Coaglia Trindade Ramos, orientadora, pela dedicação, conhecimentos transmitidos e paciência com meus desafios durante este trabalho.

À Prof^a Dra. Marilsa Aparecida Mota por toda apoio desde a ideia inicial deste estudo.

Ao Thiago Freitas Pipano por todo conhecimento na área e auxílio oferecido nas análises.

À Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais pelo incentivo à produção acadêmica.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) pela bolsa de mestrado concedida.

À USP/ Lorena pelo apoio na realização das análises.

RESUMO

De toda produção de transformados de alumínio, a fabricação destinada ao setor elétrico corresponde a quarta maior em toneladas. Para a comercialização do alumínio líquido com condutividade elevada, para indústrias de cabos, fios e vergalhões, anteligas de alumínio têm sido usadas e estudadas para adição ao produto final. O alumínio produzido apresenta impurezas, responsáveis por afetar o fluxo de elétrons presentes no banho, tornando o produto mais resistente à eletricidade. Como resposta a este problema, adiciona-se boro, por meio de uma anteliga, que reage com os elementos de transição solúveis e forma compostos insolúveis, precipitando e obtendo desta forma, maior condutividade elétrica. Contudo, o objetivo do trabalho foi investigar o efeito da adição de diferentes concentrações da anteliga Al-4B (%-peso) na condutividade elétrica (% IACS) do alumínio líquido. A caracterização do metal antes e após adição da liga padrão Al-4B(%-peso) e depois do alumínio líquido passar por todas as condições de transporte foi realizada por meio de espectrofotometria de emissão ótica, microscopia eletrônica de varredura, difração de Raios-X e condutividade elétrica, a fim de avaliar o atendimento às especificações da norma NBR 5118, na qual a condutividade mínima dos fios de alumínio exigida após o encordoamento deve ser de 61 % IACS. Os ensaios foram realizados em quatro etapas com adição da anteliga Al-4B em diferentes quantidades em Kg. As medições de condutividade elétrica (% IACS) foram feitas após o alumínio líquido sair do processo de produção, após adição da anteliga Al-4B ao alumínio líquido produzido e no alumínio líquido após sofrer as condições de transporte, considerando tempo gasto e temperatura atingida até entrar no processo de fabricação da liga final. Observou-se que o alumínio líquido sem tratamento apresentou uma pureza relevante em torno de 99,45% e condutividade elétrica na faixa de 60,2% IACS. Após o adição da anteligas Al-4B houve acréscimo de até 0,43% de pureza e 2,20% de IACS. Evidenciou-se que o boro em grande excesso, não foi à opção que ofereceu a melhor remoção das impurezas. A segunda etapa realizada neste trabalho, com 7,0 kg de Al-4B, foi a mais satisfatória em termos de condutividade elétrica, atingindo o valor médio de 62,38%.

Palavras-chave: Alumínio líquido. Anteligas Boro Alumínio. Condutividade elétrica.

ABSTRACT

From the entire production of transformed aluminum, the manufacturing products intended for the electricity sector represents the fourth largest in tons. For the commercialization of the liquid aluminum with high conductivity for cable industry, wires and rods, aluminum master alloys have been used and studied for addition to the final product. The aluminum naturally produced presents impurity elements responsible for affecting the flow of electrons present in the bath, making the product more resistant to electricity. In response to this problem, boron is added through a master alloy which reacts with the soluble transition elements and form insoluble, precipitating and obtaining thus higher electrical conductivity. However, the objective of this study was to investigate the effect of adding different concentrations of Al-4B master alloy (% by weight) in the electrical conductivity (% IACS) of liquid aluminum. The characterization of the metal before and after the addition of Al-4B was performed using chemical analysis techniques, XRD, SEM, MO in order to assess compliance with the specifications of NBR 5118, in which the minimum conductivity of the required aluminum wires after stringing should be 61% IACS. Assays were performed in four steps with addition of the Al-4B master alloy in different quantities in Kg. The electrical conductivity measurements (% IACS) were taken after the liquid aluminum leaves the production process, after adding Al-4B to produced liquid aluminum and conductivity measurement after the liquid aluminum bear all transport conditions, considering spending time and temperature reached up into the manufacturing process of the final league. It was observed that untreated liquid aluminum have already showed, naturally, a purity around 99.45% and the range of electrical conductivity of 60.2% IACS. After treatment with master alloys Boro Aluminium there was an increase of up to 0.43% purity and 2.20% of IACS. It was demonstrated that boron in large excess, was not the option that offered the best cleaning impurities. The second step performed in this study with 7.0 kg of Al-4B was the most satisfactory in terms of conductivity, reaching the average value of 62.38%.

Keywords: Liquid aluminum. Boro Aluminum master alloys. Electrical conductivity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Resistividade elétrica do alumínio puro e suas ligas de alumínio em função da	
temperatura1	8
Figura 2 - Diagrama de fases do sistema Al-B2	2
Figura 3 - Estrutura hexagonal compacta do MB_2 2	4
Figura 4 - Microscopia eletrônica de varredura: A e B) Morfologia da fase AlB ₁₂ , C e D)	
Morfologia da fase AlB ₂ 2	5
Figura 5 - Espectro de difração de Raios-X do resíduo insolúvel2	8
Figura 6 - Microscopia eletrônica de varredura do resíduo insolúvel2	8
Figura 7 - Diagrama de fases do sistema Al-Ti2	9
Figura 8 - Efeito de diferentes adições de boro na condutividade elétrica de AA1070	0
Figura 9 - Energia Livre de Gibbs dos boretos com variação de temperatura de 600 – 1300 K. 3	1
Figura 10 - Microscopia eletrônica de varredura da liga AA1070 após adição de 2% Al-6B 3	1
Figura 11 - Organograma do procedimento experimental utilizado	3
Figura 12 - Barras tipo waffle da anteliga Boro Alumínio	4
Figura 13 - A) Cadinho industrial de armazenamento do alumínio líquido; B) Amostra do	
alumínio utilizada na análise da composição química	4
Figura 14 - Espectrofotômetro de Emissão Ótica	5
Figura 15 - Resultados da análise da composição química das amostras de Al líquido	7
Figura 16 - Resultados da análise da composição química das amostras Al líquido após adição	
de Al-4B	0
Figura 17 - Resultados da análise química das amostras do Al líquido variando tempo após	
adição de Al-4B4	1
Figura 18 - Condutividade elétrica % IACS4	2
Figura 19 - Micrografia (MEV) da liga padrão Al-4B (% peso)4	4
Figura 20 - Micrografias (MEV) do alumínio antes da adição da liga padrão Al-4B (%-peso) 4	5
Figura 21 - Micrografias (MEV) do alumínio (Al1D) após adição de uma barra da liga padrão	
Al-4B (%-peso)	5
Figura 22 - Micrografias (MEV) do alumínio após adição de uma barra da liga padrão (Al1P)	
mais o tempo (minutos) até chegada ao processo de transformação4	7

Figura 23 - Micrografias (MEV) do alumínio antes da adição de duas barras da liga padrão
(Al2A)
Figura 24 - Micrografias (MEV) do alumínio após adição de duas barras da liga padrão
(Al2A)
Figura 25 - Micrografias (MEV) do alumínio (Al2P) após a adição de duas barras da liga
padrão Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de
transformação49
Figura 26 - Micrografias (MEV) do alumínio (Al3A) antes da adição de três barras d liga
padrão Al-4B (%peso)
Figura 27 - Micrografias (MEV) do alumínio (Al3D) após a adição de três barras da liga
padrão Al-4B (%-peso)51
Figura 28 - Micrografias (MEV) do alumínio (Al3P) após a adição de três barras da liga
padrão Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de
transformação
Figura 29 - Micrografias (MEV) do alumínio (Al4A) antes da adição de quatro barras da liga
padrão Al-4B (%peso)53
Figura 30 - Micrografias (MEV) do alumínio (Al4D) após a adição de quatro barras da liga
padrão Al-4B (%peso)53
Figura 31 - Micrografias (MEV) do alumínio (Al4P) após adição de quatro barras da liga
padrão Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de
transformação54
Figura 32 - Difratogramas de Raios-X das amostras: (a) Al1D; (b) Al1P e (c) ângulo de
difração55
Figura 33 - Difratogramas de Raios-X das amostras: (a) Al2D; (b) Al2P e (c) ângulo de
difração55
Figura 34 - Difratogramas de Raios-X das amostras: (a) Al3D; (b) Al3P e (c) ângulo de
difração

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Resistividade elétrica do Al em função do teor de solutos – porcentagem m/m 1	6
Tabela 2 - Comparação de características físicas do cobre e do alumínio 1'	7
Tabela 3 - Composição química da liga de alumínio 1350 (% peso)	0
Tabela 4 - Propriedades típicas e aplicações da liga de alumínio 1350	0
Tabela 5 - Reações importantes do diagrama Al-B 22	2
Tabela 6 - Classificação estrutural dos boretos 23	3
Tabela 7 - Composição química da anteliga comercial (% peso) 23	5
Tabela 8 - Composição química do alumínio AA107029	9
Tabela 9 - Composição química das amostras de Al líquido retirada antes da adição da	
anteliga boro alumínio	7
Tabela 10 - Cálculo da quantidade teórica de Al-B para remoção das impurezas no alumínio	
líquido - tratamento do metal	8
Tabela 11 - Quantidade real de adição de Al-B para remoção das impurezas no alumínio	
líquido	9
Tabela 12 - Composição química Al líquido após adição de Al-4B 39	9
Tabela 13 - Composição química Al líquido variando tempo após adição de Al-4B40	0
Tabela 14 - Microanálise EDS da liga padrão Al-4B (% peso)44	4
Tabela 15 - Microanálise por EDS do alumínio líquido antes da adição da liga padrão Al-4B	
(%-peso)	5
Tabela 16 - Microanálise EDS do alumínio líquido após adição de uma barra da liga padrão	
Al-4B (%peso)	б
Tabela 17 - Microanálise EDS do alumínio líquido após adição de uma barra da liga padrão	
Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de	
transformação4	б
Tabela 18 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al2A) antes adição de duas barras da	
liga padrão Al-4B (%peso)	8
Tabela 19 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al2D) depois da adição de duas	
barras da liga padrão Al-4B (%peso)4	9

LISTA PRINCIPAIS ABREVIATURAS E SIGLAS

ABAL	Associação Brasileira do Alumínio					
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas					
Al	Elemento químico Alumínio					
Al-4B	Anteliga Boro Alumínio com 4% de Boro em porcentagem peso.					
Al-Ti-B	Liga do grupo Alumínio Titânio e Boro					
ASM	American Society for Metals					
B	Elemento químico Boro					
Cr	Elemento químico Cromo					
CrB ₂	Boreto de Cromo					
DRX	Difração de Raios-X					
DTA	Análise Térmica Diferencial					
EC	Electrical Conductor					
EEL-USP	Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo					
FAPEMIG	Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais					
Fe	Elemento químico Ferro					
IACS	International Annealed Copper Standard - Padrão internacional do cobre					
	recozido, tomado como referência 100% de condutividade					
K	Elemento químico Potássio					
Kg	Kilograma					
Na	Elemento químico Sódio					
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura					
Mg	Elemento químico Magnésio					
Mn	Elemento químico Manganês					
MO	Microscopia Ótica					
MPa	Mega Pascal					
MT	Metais de transição					
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora					
PPGCEM	Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais.					
UNIFAL	Universidade Federal de Alfenas, campus de Poços de Caldas					

Si	Elemento químico Silício
Ti	Elemento químico Titânio
TiB ₂	Boreto de Titânio
V	Elemento químico Vanádio
VB ₂	Boreto de Vanádio
Zr	Elemento químico Zircônio
ZrB ₂	Boreto de Zircônio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1	ALUMÍNIO	15
2.2	PROPRIEDADES ELÉTRICAS DO ALUMÍNIO	16
2.3	COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES DA LIGA 1350 UTILIZADA NA INDÚSTI	RIA
	ELÉTRICA	19
2.4	DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA AL-B	21
2.5	ESTRUTURA DOS BORETOS	23
2.6	ANTELIGAS BORO ALUMÍNIO	24
2.7	EFEITO DA ADIÇÃO DE Al-B	27
3	MATERIAIS E MÉTODOS	
3.1	AMOSTRAGEM	33
3.2	ANÁLISE QUÍMICA	35
3.2	CONDUTIVIDADE ELÉTRICA	35
3.4	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	36
3.4.1	Preparação das amostras para análise em Microscopia Eletrônica de Varredu	ra 36
3.5	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	36
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	
4.1	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE ELEMENTOS DE IMPUREZAS DO	
	ALUMÍNIO LÍQUIDO	37
4.2	QUANTIDADE TEÓRICA DE ALUMÍNIO BORO	
4.3	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE ELEMENTOS DE IMPUREZAS APÓS	
	ADIÇÃO DE AL-4B	39
4.4	CONDUTIVIDADE ELÉTRICA (% IACS)	42
4.5	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	43
4.6	RESULTADOS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	54
5	CONCLUSÕES	58
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	59
	REFERÊNCIAS	60

1 INTRODUÇÃO

Historicamente, o cobre foi o primeiro metal utilizado na transferência de energia elétrica por apresentar satisfatoriamente alta condutividade elétrica e propriedades mecânicas. No entanto, sabe-se que a crosta da terra consiste de apenas 0,12% de cobre, sendo assim, o uso deste metal é limitado, e por esse motivo, preços e aquisição no mercado internacional acontece sob especulações. Por outro lado, 8,0% da crosta da Terra é fonte de matéria-prima do alumínio, que tem sido utilizado nos mais diversos setores industriais por apresentar propriedades satisfatórias em diversas aplicações (MAZLEE et al., 2009).

Na indústria elétrica, o alumínio se torna atraente por possuir boa condutividade elétrica, resistência mecânica e baixa densidade, como características excelentes na transmissão de energia elétrica (HATCH, 1990). Nos últimos anos, foram transformados em média 140 mil toneladas de alumínio em fios, cabos e vergalhões, sendo a quarta maior produção de produtos transformados, ficando atrás somente de chapas, extrudados, fundidos e forjados (ABAL, 2015).

O alumínio tem sido amplamente utilizado na transmissão e distribuição de energia elétrica, tanto nas linhas subterrâneas, como, aéreas e também em cabos para-raios que protegem os diferentes sistemas e estruturas (COOPER et al., 1997). Por apresentar leveza (baixo peso), a utilização deste metal se torna benéfica por reduzir custos na montagem e manutenção das estruturas que sustentam os sistemas. Além de apresentar ótima capacidade de transmissão, o alumínio é resistente às altas temperaturas, e não altera suas propriedades físicas (KAUFMAN; ROOY, 2004).

De acordo com Massarete et al. (2013), nos últimos anos o setor elétrico que utiliza alumínio como matéria-prima de fios e cabos tem se mantido no mercado praticamente com a mesma gama de produção, sendo que a melhor marca obtida foi em 2011. O setor de cabos de alumínio depende muito das obras de infraestrutura, principalmente dos projetos das linhas de transmissão, o que tem acontecido fortemente em anos anteriores e com expectativa de crescimento para o futuro.

Para manter o mercado, os fornecedores de alumínio líquido buscam oferecer produtos cada vez melhores e por esse motivo precisam entregar matéria-prima pura, livre de impurezas que impedem a corrente elétrica.

Fatores como composição química, estrutura cristalina e processamento podem influenciar a condutividade elétrica do material. A composição química é a mais relevante dos fatores. Ligas da série 1000 possuem uma faixa de especificação estreita de impurezas dissolvidas. A influência sobre a condutividade se dá porque os compostos de impurezas tendem a dissolver na matriz do Al, causando distorção da estrutura. Os metais refratários são ativos no alumínio fundido e facilmente reagem com o Al formando Al-MT, compostos que dificultam a passagem de elétrons livres e consequentemente a transmissão eletrônica (WANG et. al., 2009).

Neste contexto, o metal pode ser utilizado como um condutor elétrico se o nível de impurezas estiver controlado, em particular, a concentração de impurezas como Ti, Zr, V e Cr, que tem efeito minimizado quando estão em forma combinada. Comercialmente, o tratamento com boro tem sido usado para remover estes elementos através da formação de boretos. Este processo é realizado através da adição de anteligas de Boro Alumínio (SETZER; BOONE, 1992).

Contudo, este trabalho objetivou avaliar os benefícios oferecidos em %IACS (*International Annealed Copper Standard*), pelo acréscimo de anteligas de Boro Alumínio no alumínio líquido. Todos os ensaios foram realizados em âmbito industrial para certificar que o produto final destinado à produção de fios e cabos elétricos, especificamente a liga 1350 H19, atendesse às especificações segundo a norma NBR 5118, na qual a condutividade mínima dos fios de alumínio exigida após o encordoamento deve ser de 61% IACS. Para tal efeito realizou-se testes de diferentes quantidades de Al-B com 4% de Boro; Caracterização microestrutural do alumínio em quatro etapas por MEV, Difração de Raios-X e Análise Química; Análise de Condutividade Elétrica e Análise da eficácia em termos da quantidade estequiométrica teórica exigida de anteliga a partir de análises no processo industrial.

Os resultados obtidos por meio deste estudo podem colaborar para o controle do nível de impurezas presentes no processamento do alumínio, contribuindo em termos de qualidade e economia para as indústrias que utilizam desta técnica, visto que fomentará a possibilidade de adição exata de Al-B em termos de quantidade estequiométrica, sem alterações significativas de resultado, tornando-se uma efetiva contribuição para as indústrias do ramo.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ALUMÍNIO

A bauxita é o minério fundamental na produção do alumínio. No processo Bayer, a matéria prima é processada para se extrair a alumina. Através da utilização de solução com soda cáustica, os sólidos gerados que não possuem valor para o processo são removidos. Depois de purificada, a solução segue para a etapa de precipitação da alumina, com a aplicação de altas temperaturas, em que o hidróxido de alumínio é calcinado, dando origem à formação de óxido de alumínio. O óxido de alumínio é diluído em um banho eletrolítico fundido a 950 °C dentro das cubas eletrolíticas. O alumínio metálico líquido é depositado no fundo da cuba e periodicamente retirado em cadinhos industriais, este produto apresenta 99,5% de alumínio e algumas impurezas tais como ferro, silício, titânio, zircônio, cromo, vanádio, dentre outros (HATCH, 1990).

O alumínio é um metal que possui grande importância industrial devido suas propriedades favoráveis a uma gama de aplicações. Dentre as propriedades podemos destacar: baixa densidade, 2,70 g/cm³ proporcionando leveza; resistência à corrosão, o alumínio líquido quando é exposto à atmosfera, forma-se imediatamente uma fina e invisível camada de óxido, a qual protege o metal; resistência mecânica, o metal comercialmente puro tem uma resistência à tração de aproximadamente 90 MPa, a qual pode ser aumentada por meio de pequenas adições de outros metais como elementos de liga; condutividade elétrica, o alumínio puro possui resistividade de 0,00000263 ohm/cm³ e condutividade elétrica de 64,94% IACS (*International Annealed Copper Standard*), propriedades que o torna bom condutor; condutividade térmica que proporciona transferência de energia no aquecimento e no resfriamento (ABAL, 2008).

Devido estas propriedades, já no passado o alumínio era considerado potencial substituto do aço e plástico, mas o quesito preço ainda anteparava o crescimento do metal. No entanto, a conscientização sobre desempenho socioambiental e economia verde trouxe incremento na demanda de produtos em alumínio no comércio nacional (MASSARETE et al. 2013). Atualmente dentre os metais mais consumidos por ano, o alumínio fica em destaque junto com o ferro e aço (CUI et al., 2015).

2.2 PROPRIEDADES ELÉTRICAS DO ALUMÍNIO

Dentre suas principais aplicações, o alumínio destaca-se como o segundo metal mais usado na transmissão de eletricidade, resultado da crescente vantagem em substituir cada vez mais o cobre. Os aspectos econômicos englobam principalmente o custo e a elevada produção nacional do alumínio (CUI et al., 2015)

O alumínio apresenta na sua composição final alguns elementos que advêm do processo de produção do metal e podem interferir negativamente na qualidade do produto, principalmente quando este é destinado à produção de cabos elétricos (COOPER et al., 1997).

Segundo Cooper et al. (1997), quanto mais puro o metal, melhores as condições de condutividade elétrica. A Tabela 1 apresenta a resistividade elétrica do alumínio em função do teor de solutos.

		Média do aumento na resistividade por % m/m					
	Máxima Solubilidade em	μ.Ω.cm					
Elementos	Al (% m/m)	Em solução	Fora da solução				
Titânio	1,000	2,880	0,120				
Zircônio	0,280	1,740	0,044				
Vanádio	0,500	3,580	0,280				
Cromo	0,770	4,000	0,180				

Tabela 1 - Resistividade elétrica do Al em função do teor de solutos - porcentagem massa/massa (m/m).

Fonte: COOPER et al., 1997.

O valor de resistividade elétrica aceito para alumínio altamente puro (99,990%) a 20°C é de 2,26548 x 10^{-8} Ω .m ou 64,94% do *International Annealed Copper Standard* (IACS). Tal condutividade associada à sua baixa densidade resulta em um material condutor capaz de conduzir bastante corrente quanto um condutor de cobre, que por sua vez apresenta densidade duas vezes maior e maior custo (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1984). A comparação das características físicas do cobre e do alumínio está mostrada na Tabela 2, onde é possível perceber que a capacidade de condução mínima do cobre é maior do que a do alumínio, no entanto, quando se compara com outros parâmetros como resistividade máxima, coeficiente de variação de resistência os valores são próximos. Enquanto que, em termos de densidade o alumínio apresenta vantagens.

	Alumínio	Cobre	Padrão
Característica Física	(duro)	(duro)	IACS*
Densidade a 20°C (g/cm ³)	2,7	8,89	8,89
Condutividade mínima percentual a 20°C	61	97	100
Resistividade máxima a 20°C (Ω mm ² /m)	0,0282	0,0177	0,0172
Relação entre os pesos de condutores de igual resistência em			
corrente contínua e igual comprimento	0,48	1,03	1,00
Coeficiente de variação da resistência por °C a 20°C	0,004	0,0038	0,0039
Calor específico (cal/g°C)	0,214	0,092	0,092
Condutividade térmica (cal/cm ³ .s.°C)	0,48	0,93	0,93
Módulo de elasticidade do fio sólido (kgf/mm ²)	7.000	12.000	-
Coeficiente de dilatação linear/°C	23x10 ⁻⁶	17x10 ⁻⁶	17x10 ⁻⁶

Tabela 2 - Comparação das características físicas do cobre	e do alumínio.
--	----------------

Fonte: ADAPTADO de COMPANHIA BRASILEIRA DE ALUMÍNIO (2014).

Nota: *Padrão IACS: Padrão internacional do cobre recozido, tomado como referência de 100% de condutividade.

A resistividade elétrica do alumínio em diversos níveis de pureza pode ser observada na Figura 1.

O efeito do tamanho de partículas em materiais comerciais é considerado desprezível. O material processado a frio, entretanto, apresenta condutividade de 0,5 a 1% melhor na direção de deformação. O alumínio não apresenta efeito fotocondutivo. A resistividade do alumínio puro a temperaturas muito baixas (< 100 K) é altamente sensível ao seu grau de pureza. Portanto, a razão da resistividade a 290 K pela mesma a 4,2 K é muitas vezes utilizada como medida de pureza, onde valor como 30.000 tem caracterizado materiais 99,999% puro. O grau de pureza influencia no caminho livre do elétron, λ , quanto mais puro o material, maior valor λ . Assim, para materiais de alta pureza à baixas temperaturas, o λ pode tornar-se comparável à variável tamanho, e um efeito significante no tamanho pode ocorrer. Para materiais altamente puros, o produto $\rho x \lambda$, em que ρ representa a resistividade, deve ser constante, é proporcional ao número de elétrons de valência. O valor é aproximadamente $7x10^{-16} \Omega.m$ (STROUP, 1985).

O alumínio é supercondutor a temperaturas próximas ao zero absoluto. Dentre as variáveis de transição supercondutoras foram observadas temperaturas de transição, Tc, variando de 1,164 a 1,200 K.



Figura 1 - Resistividade elétrica do alumínio puro e suas ligas de alumínio em função da temperatura. **Fonte:** American Society For Metals, 1984.

De acordo com os estudos empíricos (ASM, 1984) obteve-se temperaturas de transição de Tc = $1,175 \pm 0,001$ K, além de uma curva parabólica representada pela equação H_c =

 $H_0 (1 - (\frac{T}{Tc})^2)$, onde $H_0 = 8340 \pm 5$ Å ou A/m e (dHc/dT)Tc = 12570 \pm 30 Å ou A (1/mK). Alta concentração de impurezas pode resultar em um aumento de Tc. Alta concentração de impurezas pode resultar em um aumento de Tc.

A dependência da resistividade do alumínio em relação a baixas temperaturas (< 100 K), $\rho(T)$, pode ser expressa por:

$$\rho(T) = \rho(0) + AT^2 + BT^5, \tag{1}$$

em que $\rho(0)$ é a resistividade residual, T é expresso em graus Kelvin, e A e B são constantes que devem ser determinadas para cada grau de pureza. O termo T² surge da dispersão elétronelétron, enquanto o termo T^5 surge da dispersão elétron-fóton. Entre 273 e 573 K, a dependência da temperatura do alumínio de diversos graus de pureza é aproximadamente linear, com coeficiente 1,15 x10⁻⁸ Ω .m/k (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1984).

2.3 COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES DA LIGA 1350 UTILIZADA NA INDÚSTRIA ELÉTRICA

O alumínio fundido consegue dissolver outros metais. Após o resfriamento, alguns dos constituintes da liga podem ser retidos em solução sólida, o que torna a estrutura atômica do metal mais rígida. O alumínio sólido em elevadas temperaturas pode reter uma vasta quantidade de elementos de liga em solução sólida, durante o resfriamento o excesso dos elementos na solução favorece a formação de precipitados, os quais são constituídos de partículas duras de compostos intermetálicos (KAUFMAN, ROOY, 2004).

As ligas de alumínio são muito utilizadas devido ao fato do alumínio combinar-se com a maior parte dos elementos de liga, formando produtos com características tecnológicas convencionadas de acordo com a aplicação final, que proporcionam à indústria a possibilidade de obter produtos cada vez mais qualificados, com propriedades adequadas, tais como, resistência mecânica, condutividade elétrica, resistência à corrosão, ductilidade, conformabilidade, dentre outras.

Segundo a NBR ISO 209 (ABNT, 2010), as ligas de alumínio possuem entre 99,0% e 99,5% de alumínio, sendo o restante, principalmente, ferro e silício e elementos de transição.

A obtenção de um metal mais puro (até 99,99%) também pode ser alcançada, no entanto, o custo é superior. Estas ligas mais puras são feitas para aplicações que necessitam de alta condutividade elétrica e elevada resistência à corrosão.

A liga 1350 ou liga EC (do inglês *Electrical Conductor*) possui baixos teores de elementos solutos, sendo eles principalmente, silício, magnésio e ferro. As principais aplicações desta liga compreendem condutores elétricos, indústrias química e alimentícia, e trocadores de calor.

Na indústria elétrica, a liga possui grande aplicação quando se deseja alta condutividade elétrica, alta resistência à corrosão, boa conformabilidade, boa soldabilidade e boa resposta a anodização. No entanto, possui baixa resistência mecânica, e não é indicada para usinagem e nem é tratável termicamente (COLPAERT, 2008). Comercialmente são disponibilizadas nas formas de tubo, vergalhão e barra chata.

As Tabelas 3 e 4 fornecem, respectivamente, a composição química e as propriedades típicas e aplicações da liga de alumínio 1350.

Tubela e Coli	iposiçu	o quinn		gu ue i	iiuiiiiii	5 1 5 5	0 (70 PC					
Designação	S	Fe	Mn	Mg	Cr	N	Zr	Ti	V	Variações	Total	Al
1350	0,10	0,40	0,01	-	0,01	-	0,05	-	-	0,05B	0,10	99,50
										0,02V + Ti		

Tabela 3 – Composição química da liga de alumínio 1350 (% peso).

Fonte: ADAPTADO de ASM, (1993).

Tabela 4 - Propriedades típicas e aplicações da liga de alumínio 1350.

Liga	Limite de	Limite de	Alongamento	Resistência	Conformação	Usinagem			
	Resistência	escoamento	em 50 mm%	à corrosão	à frio				
	MPa	MPa							
1350	186	165	-	A	A	Е			

Fonte: ASM, (1993).

Nota: Alongamento obtido em corpo-de-prova com \emptyset 13 mm; 2- Classificação qualitativa de resistência à corrosão – A e B podem ser submetidos a atmosferas industriais e marinhas sem proteção e C, D e E devem ser protegidas. As letras representam ordem decrescente de resistência à corrosão, A é a melhor. Classificação qualitativa de conformação mecânica ("trabalhabilidade") e "usinabilidade" em ordem decrescente, A é a melhor.

Segundo a norma, NBR 5118 (ABNT, 2007), os cabos de alumínio devem ser compostos por fios do tipo 1350, têmpera H19, e atender aos requisitos dimensionais, mecânicos e elétricos especificados na norma.

Os fios de alumínio retirados do cabo devem apresentar limite de resistência à tração de, no mínimo, 95% do valor individual antes do encordoamento, mantendo as características de ductilidade. As características de alongamento após o encordoamento não são requeridas.

A condutividade mínima dos fios de alumínio exigida após o encordoamento deve ser no mínimo de 61% IACS a 20°C. Para efeito de cálculo para os fios de alumínio considera-se: massa específica a 20°C igual a 2,703 g/cm³; resistividade elétrica a 20°C igual a 0,028264 Ω .mm 2/m (correspondente à condutividade mínima de 61% IACS) e coeficiente de dilatação linear a 20°C igual a 23 x 10⁻⁶ °C⁻¹.

2.4 DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA Al-B

O ponto rico em alumínio do sistema Al-Ti-B tem recentemente recebido considerável atenção, tendo em vista que o uso de Titânio e Boro adicionados ao alumínio promove o refino dos grãos (CARISON, 2001).

O sistema Al-B, apresenta três fases, AlB_2 , $AlB_{10} e AlB_{12}$. A fase AlB_{12} apresenta a transformação polimórfica, de β (ortorrômbica) para α (tetragonal) a 1550°C e a fase AlB_{10} decompõe por reação catalítica a 1660°C. Há evidências, que $\beta AlB_{12} e AlB_{10}$, não são considerados verdadeiros compostos binários, mas sim, fases estabilizadas de carbono, entretanto, os resultados encontrados em recentes avaliações contradizem a informação (CARISON, 2001). O diagrama de fases Al-B avaliado pode ser observado na Figura 2.

Estudos sobre a solubilidade do boro no alumínio líquido demonstraram uma reação eutética a 565°C, aproximadamente a 35 at.%B. Outas pesquisas demonstraram através do método de saturação e por análise térmica diferencial (DTA) que os resultados obtidos desta maneira apresentariam maior grau de confiabilidade e, portanto foram incorporados à avaliação do diagrama de fases Al-B ilustrado na Figura 2. O eutético a 659,7 °C e 0,55 at.% B e o ponto de fusão para o alumínio para 660,452°C foram corrigidos. Esta informação e

outras variáveis das reações associadas à avaliação do diagrama de fases Al-B são apresentadas na Tabela 5.



Figura 2 – Diagrama de fases do sistema Al-B. **Fonte:** CARISON, (2001).

Tabela 5 – Reações importar	Tabela 5 Reações importantes do diagrama de fases do sistema Ai-D.							
Reação	Composição das	fases, at.%B	Temperatura °C	Tipo de reação				
L₩AI	0		660,452	Fusão				
$L \rightleftharpoons (Al) + AlB_2$	<0,025	66,7	659,7	Eutética				
$L + \alpha AlB_{12} \rightleftharpoons AlB_2$	92,3	66,7	980	Peritética				
$\beta AlB_{12} \rightleftharpoons \alpha AlB_{12}$	92,3		1550	Polimórfica				
$AlB_{10} \rightleftharpoons L + \beta AlB_{12}$	-62	92,3	1660	Catalítica				
$L + \beta AlB_{12} \rightleftharpoons AlB_{10}$	92,3	90,9	1850	Peritética				
$L \rightleftharpoons \beta AlB_{12}$	92,3		2150	Congruente				
L≓βB	100		2092	Fusão				
E. A. CADICON (2001)								

Tabela 5 – Reações importantes do diagrama de fases do sistema Al-B.

Fonte: CARISON, (2001).

2.5 ESTRUTURA DOS BORETOS

A união dos átomos de boro na estrutura dos boretos se dá por meio de várias ligações. O boro se encontra bastante diluído em boretos ricos em metal, de forma que há distância considerável para ocorrer ligações entre si, conservando o boro como átomo isolado. Com o acréscimo de concentração de boro, o tamanho das moléculas aumenta, e então os átomos formam ligações em pares sucessivos podendo obter vários tipos de cadeia, simples, duplas, bidimensionais e tridimensionais, conforme mostrado na Tabela 6.

Classificação	Estrutura Atômica	Exemplos	B-B distância (nm)	
Átomos de B isolados	$\begin{array}{c} M_4B\\ M_3B\\ M_2B \end{array}$	Mn ₄ B CO ₃ B Ni ₃ B	Acima de 0,21 0,33	
Par de átomos de B	M_3B_2	V_3B_2	0,179	
Cadeia simples	MB	FeB	0,177	1 - 1 -
Cadeia Dupla	M_3B_4	$\begin{array}{c} Ta_{3}B_{4}\\ Cr_{3}B_{4}\end{array}$	0,175	
Cadeias bidimensionais (Rede hexagonal)	MB_2	TiB ₂ YB ₂	0,175 0,190	
Cadeias tridimensionais	${f MB_4} {f MB_6} {f MB_{12}}$	UB_4 CaB_6 ZrB_{12}	0,17 0,174 0,175	

Tabela	6 - Classificação	estrutural do	s boretos.

Fonte: NYHOLM, (1991).

Em relação à estrutura MB_2 , as cadeias dos átomos de boro ligam entre si, obtendo uma estrutura hexagonal, como ilustrado na Figura 3. Esta estrutura é compacta com as redes

de boro compondo um "sanduíche" entre as camadas hexagonais compactas dos átomos metálicos, permanecendo cada boro no centro de um prisma trigonal dos átomos metálicos.



Figura 3 – Estrutura hexagonal compacta do MB₂. **Fonte:** NYHOLM, (1991).

2.6 ANTELIGAS BORO ALUMÍNIO

As principais anteligas produzidas são AlB_{12} e AlB_2 , ambas reagem assim que são introduzidas no alumínio líquido, formando boretos com as impurezas de Cr, Ti, V, Zr (KHALIQ et al. 2011).

Na estrutura do AlB₂, os átomos de boro estão dispostos em camadas, entre elas se encontram os átomos de alumínio. Cada átomo de boro é equidistante de três outros de boro (0,173 nm) e tem como vizinhos mais próximos um conjunto de seis átomos de alumínio dispostos no topo de um prisma trigonal. As estruturas dos boretos, TiB₂, ZrB₂, VB₂, ocorrem em camadas alternadas de átomos do metal e de boro, com os átomos metálicos constituindo redes hexagonais simples (NYHOLM, 1991).

As morfologias das partículas AlB_{12} e AlB_2 , estão demonstradas na Figura 4. É possível observar que as partículas AlB_{12} são maiores quando se compara com as partículas



Figura 4 – Microscopia eletrônica de varredura: A e B) Morfologia da fase AlB₁₂, C e D) Morfologia da fase AlB₂. **Fonte:** ADAPTADO de WANG, (2009). p. 13.

A composição química da anteliga comercial está mostrada na Tabela 7 (WANG, 2009).

Tabela 7 – Composição química da anteliga comercial (% peso).

В	Si	Fe	Ti	K	Na	Outros	Total
3,5-4,5	0,20	0,30	0	1,0	0,50	0,03	0,10

Fonte: ADAPTADO DE WANG, (2009).

A quantidade necessária da liga Al-B depende da quantidade de metais de transição presentes na carga de alumínio fundido. Segundo Zhang et al. (2007) é possível executar o cálculo estequiométrico, para determinar a quantidade teórica de adição, para retirar os componentes indesejáveis, como, cromo, titânio, vanádio e zircônio, como boretos insolúveis. O cálculo da quantidade da liga boro alumínio deve ser efetuado conforme, Equação 2:

$$\mathbf{B} = \left(\frac{M}{P}\right) * \frac{Cr + Ti + V + Zr}{2} \tag{2}$$

Em que:

B = peso total da liga Boro Alumínio requerido em kg;

M = peso do alumínio a ser tratado em kg;

P = Concentração de boro na liga principal, em porcentagem peso;

Cr, Ti, V, Zr = Concentração do elemento de impureza, em porcentagem peso.

Em estudos anteriores Cooper et al. (1996) realizou experimentos em que concluiu que a condutividade melhora nos estágios iniciais de reação após adição da anteliga, e que para obtenção de maior eficiência recomendou-se utilizar de um excesso de 50% acima da exigência teórica, a fim de garantir que todos os metais de transição sejam removidos. A Equação 2 calcula a quantidade de Al-B já considerando o excesso recomendado.

Cooper et al. (1996) também relacionou a cinética de reação dos boretos estudando o decaimento em % porcentagem peso dos elementos Vanádio e Titânio a partir da adição de boro em excesso, através da variação de tempo.

O mesmo concluiu que a reação de boro com os elementos de transição segue o seguinte modelo cinético:

$$C_i = C_0 \exp(-kt) \tag{3}$$

$$\mathbf{K} = \mathbf{f} \left(\mathbf{T}, \mathbf{E}\mathbf{a}, \mathbf{C}_{\mathbf{o}} \right) \tag{4}$$

Em que:

 C_i = Concentração final dos reagentes;

C_o = Concentração inicial dos reagentes;

K = Constante de velocidade;

T = Temperatura;

Ea = Energia de ativação;

t = tempo.

Desta forma, tem-se uma diminuição na concentração dos elementos de impurezas em relação ao tempo. Como a constante de velocidade depende também da concentração dos reagentes, para uma maior eficácia de precipitação é apropriado que a quantidade de boro a ser adicionada seja calculada a partir do valor estequiométrico.

2.7 EFEITOS DA ADIÇÃO DE Al-B

Segundo Cooper e Kearns (1996), considerando escala atômica no estado sólido, pode-se dizer que os elementos de impurezas alongam os átomos de alumínio e tornam o fluxo de elétrons mais complicado, reduzindo assim a condutividade elétrica.

Com intuito de demonstrar tal efeito que o boro provoca no alumínio fundido, muitos testes já foram executados. As Figuras 5 e 6, ilustram, respectivamente, o resultado de difração de Raios-X do resíduo precipitado após a experimentação com um lingote de alumínio de dois quilos levado ao forno para fundição e adicionado anteliga Al-B e a morfologia dos boretos formados, que apresentou formato hexagonal e um aglomerado de partículas pequenas (WANG et al., 2002).



Figura 5 – Espectro de difração de Raios-X do resíduo insolúvel. **Fonte:** WANG et al,.(2002).



Figura 6 – Microscopia eletrônica de varredura do resíduo insolúvel. **Fonte:** WANG et al. 2002.

Nos experimentos realizados com alumínio no estado fundido e adição de ligas Alumínio Boro Titânio, com Titânio variando em concentração porcentagem peso de 0,018 – 0,032%, houve decréscimo de IACS de 0,8%, mantendo o mesmo comportamento da curva (FIGURA 7). Esta condição mostra que o titânio colabora para a redução da condutividade elétrica devido às distorções causadas pelo titânio em solução sólida na matriz do alumínio (MALLAPUR et. al., 2010).



Figura 7 – Diagrama de fases do sistema Al-Ti. **Fonte:** Grandfield et al., (2011).

De acordo com os estudos de Cui et al (2015), o refinamento de grão pode melhorar a deformação plástica e propriedades mecânicas do alumínio. Para obtenção de propriedades mecânicas e elétricas satisfatórias pode-se interagir refinamento de grão e tratamento com boro, como por exemplo, uma liga de Al-5Ti-B com Al-6B.

Estudou-se o alumínio AA1070 fundido em forno de frequência de 750 \pm 10 °C. A Tabela 8 mostra a composição química de AA1070.

Tabela 8 – Composição química do alumínio AA1070.								
Elemento	Fe	Si	Cu	Mg	V	Ti	Al	
Quantidade (% peso)	0,14	0,04	0,004	0,004	0,014	0,002	99,798	
Fonte: CUI et al., (2015).								

Neste experimento com tratamento de boro uma anteliga mestre Al-6B foi utilizada para descobrir um nível ideal para a melhoria da condutividade elétrica de alumínio AA1070, amostras com 0,2%, 0,5%, 1%, 2%, 4% e 8% de boro foram adicionadas.

A partir disto, foi possível verificar que Al-6B pode melhorar a condutividade elétrica obviamente, ainda que não pode refinar o tamanho de grão de alumínio AA1070. Assim, o efeito de diferentes adições de boro na condutividade elétrica do alumínio é mostrado na Figura 8.

Foi observado que a condutividade elétrica de alumínio AA1070 sem tratamento de boro foi de 60,8% IACS. Com tratamento de boro, a sua condutividade elétrica foi melhorada, como o previsto. Com 0,2% de adição de Al-6B, a condutividade elétrica pode chegar a 61,1% IACS, melhorou em 0,5%. Conforme a quantidade em peso de boro foi aumentando a condutividade elétrica melhorou significativamente. Até que a adição atingiu a 1,0%, e então a condutividade elétrica de alumínio AA1070 foi de 64% IACS, melhorando 5,3%. A partir deste momento, a melhoria da condutividade é progressivamente menor, contemplando neste caso a anteliga ideal de 1% de boro em porcentagem peso.

No experimento, as energias livres de Gibbs relativas em uma temperatura de 600 K-1300 K dos boretos também foram calculadas, conforme Figura 9. Uma amostra foi levada à análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), e o resultado está exposto na Figura 10.



Figura 8 – Efeito de diferentes adições de boro na condutividade elétrica de AA1070. **Fonte:** ADAPTADO de CUI et al., 2015.



Figura 9 – Energia livre de Gibbs dos boretos com variação de temperatura de 600 – 1300 K. **Fonte:** CUI et al, 2015.

Os elementos, vanádio e titânio reagem facilmente com boro formando os compostos VB_2 e TiB₂. A Figura 9 mostrou que as energias livres de Gibbs de TiB₂ e VB_2 são inferiores a AlB₂ e AlB₁₂, que indicou que VB_2 e TiB₂ podem ser facilmente formado e mais estáveis do que AlB₂ e AlB₁₂.



Figura 10 – Microscopia eletrônica de varredura da liga AA1070 após adição de 2%Al-6B. **Fonte:** CUI et al., 2015.

Na Figura 10, observou-se que a partícula branca contém principalmente elementos de V, Ti e B, confirmando ser (V, Ti) B₂ e a partícula preta é o resto de AlB₂. A densidade de boretos é muito maior do que Al, de modo que mantendo a temperatura, os boretos depositam no fundo facilmente. A introdução do elemento B por adição de Al-6B pode reduzir a quantidade de V e Ti. Assim, o tratamento de boro pode melhorar a condutividade elétrica da liga, em certa medida. Quando a adição de Al-6B é inferior a 1%, V e Ti ainda estão contidos no Al fundido, por isso ainda há um enorme potencial para a melhoria de condutividade.

Quando a adição da anteliga foi maior que 1%, o excedente de B continuou reagindo com Al formando AlB₂ ou AlB12. A formação destes boretos dependendo a quantidade pode aumentar as difrações de elétrons causando a redução da condutividade elétrica. Além disso, muito mais impurezas podem ser apresentadas ao Al fundido o que podem influenciar a eficácia do tratamento de boro. Somente quando a adição de Al-6B foi de 1% foi possível reagir V e Ti suficientemente e pequenas impurezas foram introduzidas ao alumínio fundido. Nesta condição, a eficiência do tratamento com boro foi a melhor, obtendo a mais elevada condutividade elétrica.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma mostrado na Figura 11 ilustra as etapas seguidas nos procedimentos adotados para a elaboração e execução dos ensaios, assim como a metodologia de coleta dos resultados.



Figura 11 - Organograma do procedimento experimental utilizado. **Fonte:** Próprio autor.

3.1 AMOSTRAGEM

.

As amostras de Boro Alumínio utilizadas foram barras tipo waffle com concentração de 4% de boro (porcentagem em peso), com peso médio de 3,5 kg cada barra, conforme Figura 12.

As amostras de alumínio líquido foram retiradas dos cadinhos industriais de armazenagem para transporte, que possuem capacidade de 7000 kg, no entanto, em termos de cálculos considerou-se 6500 kg, que foi a capacidade real utilizada do cadinho. O cadinho e o formato das amostras obtidas para caracterização estão ilustrados na Figura 13.



Figura 12 - Barras tipo waffle da anteliga Boro Alumínio. **Fonte:** Próprio autor.



Figura 13 - A) Cadinho industrial de armazenamento do alumínio líquido; B) Amostra do alumínio utilizada na análise da composição química. **Fonte:** Próprio autor.

Para o tratamento do metal, foram utilizadas anteligas Al-B com características de remoção das impurezas do banho de alumínio. Assim, as análises foram realizadas utilizando amostras tratadas com Al-4B. O procedimento foi feito em quatro etapas, sendo que cada etapa foi representada por 10 amostras e uma quantidade diferente de anteliga.

Em cada etapa há três situações em que foi realizado caracterizações, conforme mostrado na Figura 11. Neste trabalho adotou-se o seguinte sistema:

 1^{a} situação – Al líquido = A - amostragem de alumínio após sair do processo.

 $2^{\underline{a}}$ situação – Al líquido + Al-4B = D - amostragem do alumínio logo após adição de anteliga. $3^{\underline{a}}$ situação – Al líquido + Al-4B (verificação da eficácia) + tempo = P, neste caso considerouse as condições reais que a liga 1350 sofre em termos de transporte e perda de temperatura até o momento de ser transformada em produto de transmissão de energia.

3.2 ANÁLISE QUÍMICA

A análise química dos corpos de prova foi realizada com auxílio de um Espectrômetro de emissão ótica *Thermo Scientific Arc/Spark*, localizado no laboratório de metalografia da empresa Alcoa em Poços de Caldas MG, como mostrado na Figura 14.



Figura 14 – Espectrofotômetro de Emissão Ótica. Fonte: Próprio autor.

3.3 CONDUTIVIDADE ELÉTRICA

Os ensaios de condutividade elétrica foram realizados em temperatura ambiente, com uso do aparelho condutivímetro digital modelo DC-9 que expressa condutividade elétrica em porcentagem de IACS (*International Annealed Copper Standard %*). Os experimentos foram realizados no equipamento instalado no laboratório industrial da Alcoa em Poços de Caldas - MG.

3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Para obter informações morfológicas e composicionais e identificação das fases, as amostras foram preparadas de acordo com os padrões usuais de metalografia.

3.4.1. Preparação das amostras para análise em Microscopia Eletrônica de Varredura

As amostras foram cortadas com o auxílio de disco de corte em cortadeira Fortel, embutidas em resina sintética à quente (baquelite) e lixadas com lixas até granulometria de 1200. Após lixamento, as amostras foram polidas com o auxílio da pasta Brasso por 15 minutos, seguido do polimento com solução de sílica coloidal . Os equipamentos utilizados para preparação metalográfica estão instalados no Laboratório de Caracterização Microestrutural da Unifal no *campus* Poços de Caldas.

As análises por microscopia eletrônica de varredura foram executadas em microscópio modelo XL-30 da Philips do Laboratório de Materiais da EEL-USP, Lorena-SP. As imagens das microestruturas foram obtidas através dos detectores de elétrons secundários e elétrons retroespalhados. Microanálises de espectrometria por energia dispersiva (EDS) foram realizadas em laboratório de materiais da EEL-USP, em Lorena.

3.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

As análises de difração de Raios-X foram realizadas em amostras na forma de *bulk*, no difratômetro da marca RIGAKU, modelo ULTIMA IV. As condições adotadas foram tensão de 40 kV; corrente de 30 mA; ângulo (2 θ) variando de 10° a 120°; passo angular de 0,05° e tempo de contagem por passo de 2s, à temperatura ambiente, sob radiação Cu-K α e com filtro de Ni. As fases presentes foram identificadas com o uso dos dados contidos nos registros JCPDS e o auxílio do programa de computador Powdercell (NOLZE; KRAUSS, 1998). As análises foram executadas no laboratório de cristalografia da Unifal no *campus* Alfenas.

4.1 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DOS ELEMENTOS DE IMPUREZAS NO ALUMÍNIO LÍQUIDO

Os resultados das análises da composição química do alumínio líquido, em amostras retiradas do processamento industrial, se encontram na Tabela 9 e ilustrados na Figura 15.

Tabela 9 – Composição química das amostras de Al líquido retirada antes da adição da anteliga boro alumínio.

Amostras	Cr%	Ti%	V%	Zr%	B%
AllA	0,0008±0,0004	0,0019±0,0005	0,0027±0,0004	0,0027±0,0004	0,0011±0,0002
Al2A	$0,0014 \pm 0,0006$	$0,0021\pm0,0002$	$0,0035 \pm 0,0005$	0,0030±0,0003	$0,0013 \pm 0,0001$
Al3A	0,0030±0,0009	$0,0021 \pm 0,0001$	0,0036±0,0002	0,0040±0,0010	$0,0038 \pm 0,0004$
Al4A	0,0050±0,0018	0,0024±0,0002	0,0045±0,0001	0,0039±0,0004	0,0035±0,0001

Fonte: Próprio autor.

Nota: Al1A; Al2A; Al3A; Al4A – amostras de alumínio retiradas do processo, antes da adição da anteliga.



Figura 15 – Resultados das análises da composição química das amostras do Al líquido. Fonte: Próprio autor.

Nota: Al1A; Al2A; Al3A; Al4A – amostras de alumínio retiradas do processo, antes da adição da anteliga.

A Figura mostra que o produto obtido das cubas eletrolíticas ou dos fornos de fundição apresenta variações nas composições dos elementos de impurezas, por esse motivo cada batelada de produto retirado e destinado ao setor de cabos elétricos deve ser tratada a partir da quantidade destes elementos presentes.

4.2 CÁLCULO DA QUANTIDADE TEÓRICA DE BORO ALUMÍNIO

A porcentagem teórica da liga Boro Alumínio (4% em peso B), a ser adicionado para tratamento do metal foi calculada por meio da Equação 2 (p. 29). Os valores estão reportados na Tabela 10.

Tabela 10 - Cálculo da quantidade teórica de Al-B para remoção das impurezas no alumínio líquido - tratamento do metal.

Etapas	Quantidade teórica de Al-B (Kg)
Al1A	6,58±0,02
Al2A	8,13±0,05
A13A	10,32±0,02
Al4A	12,84±0,03

Fonte: Próprio autor.

Nota: Al1A; Al2A; Al3A; Al4A – amostras de alumínio retiradas do processo, antes da adição da anteliga.

O resultado da quantidade teórica de anteliga para adição no metal, mostra que quanto mais elementos de impurezas se encontram dissolvidos no banho, mais Al-B é necessário para a remoção dos elementos de transição.o tratamento do mesmo.

Para maior facilidade em relação ao ambiente industrial a adição foi realizada através de barras de anteliga, conforme descrito no procedimento experimental, desta forma, a quantidade real de Al-B adicionada encontra-se na Tabela 11.

Utilizou-se valores abaixo, igual e acima da quantidade teórica de B, para obter uma análise comparativa em relação ao resultado de condutividade elétrica.

Etapas	Quantidade de Al-4B (Kg)		
1	3,5±0,2		
2	$7,0\pm0,5$		
3	$10,5{\pm}0,2$		
4	14,0±0,4		

Tabela 11 – Quantidade real de adição de Al-B para remoção das impurezas no alumínio líquido.

Nota: Al1A; Al2A; Al3A; Al4A – amostras de alumínio retiradas do processo, antes da adição da anteliga.

4.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE ELEMENTOS DE IMPUREZAS APÓS ADIÇÃO Al-4B

Os ensaios de análise química realizados imediatamente após adição de Al-4B com o banho a temperatura de 810 °C variando o tempo mostraram que após a adição é possível observar alterações nas concentrações dos elementos de impurezas (FIGURA 16), sendo que em alguns casos a concentração aumentou, sugerindo que a anteliga possui alguns destes elementos dissolvidos em sua composição. Os valores da composição química do alumínio líquido após adição da anteliga Al-4B, estão descritos na Tabela 12.

Tabela 12 – Composição química Al líquido após adição da anteliga Al-4B.

Amostras	Cr%	Ti%	V%	Zr%	B%
Al1D	0,0020±0,0002	0,0019±0,0002	0,0027±0,0005	0,0027±0,0001	0,0045±0,0013
Al2D	0,0012±0,0001	$0,0021 \pm 0,0004$	$0,0035 \pm 0,0002$	$0,0030 \pm 0,0005$	0,0046±0,0001
Al3D	$0,0020\pm0,0001$	0,0021±0,0001	$0,0036 \pm 0,0004$	$0,0040\pm0,0004$	0,0059±0,0010
Al4D	$0,0070 \pm 0,0017$	0,0024±0,0002	$0,0045 \pm 0,0002$	0,0039±0,0002	0,0058±0,0010

Fonte: Próprio autor.

Nota: Al1D – amostras de alumínio logo após adição de uma barra da anteliga; Al2D - amostras de alumínio logo após adição de duas barras da anteliga; Al3D – amostras de alumínio logo após adição de três barras da anteliga; Al4D – amostras de alumínio logo após adição de quatro barras da anteliga.



Figura 16 – Resultados das análises da composição química das amostras do Al líquido após adição da anteliga Al-4B.

Nota: Al1D – amostras de alumínio logo após adição de uma barra da anteliga; Al2D - amostras de alumínio logo após adição de duas barras da anteliga; Al3D – amostras de alumínio logo após adição de três barras da anteliga; Al4D – amostras de alumínio logo após adição de quatro barras da anteliga.

Na terceira situação em que foi realizada análise química, monitorou-se variação de temperatura, que em média atingiu valores de 730°C e tempo médio de reação após adição da anteliga de 57 minutos, para este caso específico, obteve-se o resultado de % dos elementos de impurezas, conforme Tabela 13 e Figura 17.

_								
	Amostras	Cr%	Ti%	V%	Zr%	B%		
_	Al1P	$0,0017 \pm 0,0001$	0,0008±0,0002	0,0003±0,0001	0,0021±0,0011	0,0018±0,0002		
	Al2P	0,0012±0,0003	0,0003±0,0001	0,0003±0,0001	0,0019±0,0005	0,0022±0,0001		
	A13P	$0,0020 \pm 0,0005$	0,0010±0,0003	0,0008±0,0002	0,0030±0,0002	$0,0046 \pm 0,0007$		
	Al4P	$0,0009 \pm 0,0002$	0,0021±0,0008	0,0012±0,0004	0,0038±0,0004	$0,0059 \pm 0,0004$		

Tabela 13 - Composição química Al líquido variando tempo após adição de Al-4B.

Fonte: Próprio autor.

Nota: Al1P – amostras de alumínio após adição de uma barra de Al-4B + tempo (verificação da eficácia); Al2P - amostras de alumínio logo após adição de duas barras de Al-4B + tempo (verificação da eficácia); Al3P – amostras de alumínio logo após adição de três barras de Al-4B + tempo (verificação da eficácia); Al4P – amostras de alumínio logo após adição de quatro barras de Al-4B + tempo (verificação da eficácia).



Figura 17 – Resultados das análises da composição química das amostras do Al líquido variando tempo após adição de Al-4B.

Nota: Al1P – amostras de alumínio após adição de uma barra de Al-4B + tempo (verificação da eficácia); Al2P - amostras de alumínio logo após adição de duas barras de Al-4B + tempo (verificação da eficácia); Al3P – amostras de alumínio logo após adição de três barras de Al-4B + tempo (verificação da eficácia); Al4P – amostras de alumínio logo após adição de quatro barras de Al-4B + tempo (verificação da eficácia).

O resultado da análise química demonstrou que os elementos de impurezas sofrem decréscimo em % peso, o que sugere que houve formação de boretos e estes se encontravam em precipitação, já que a partir da variação do tempo o metal apresentou menos elementos de impurezas em sua composição. Para última etapa (Al4P), os elementos tiveram seus valores em % peso em geral diminuídos, mas mesmo com excesso de boro, o resultado não foi tão satisfatório como os demais, sugerindo, que houve pouco tempo para que a reação de precipitação se completasse.

Neste caso, os elementos de V e Ti reagiram completamente com o boro, sendo que o tempo monitorado no experimento, que foi em média 57 minutos, foi suficiente para reagir e precipitar grande parte dos boretos formados, por esse motivo a concentração final analisada

foi baixa. Fato este, que está de acordo com a literatura (CUI *et al.*, 2015), em que expõe que os elementos V e Ti reagem facilmente com B formando os compostos VB_2 e Ti B_2 .

Além disso, foi possível observar que a quantidade Boro aumentou progressivamente, devido ao acréscimo da quantidade do elemento adicionado por meio da adição da anteliga Al-4B, em cada etapa.

4.4 CONDUTIVIDADE ELÉTRICA (%IACS)

Os resultados analíticos de condutividade elétrica permitiram construir o gráfico comparativo dos valores nas quatro etapas de avaliação deste estudo, conforme mostrado na Figura 18.



Figura 18 – Condutividade elétrica (% IACS). **Fonte:** Próprio autor.

Nota: Al-A – amostra de alumínio antes da adição de Al-4B; Al-D – amostra de alumínio logo após adição de Al-4B; Al-P amostra de alumínio após adição de Al-4B + tempo (verificação da eficácia).

Observou-se que a condutividade elétrica aumenta no início da reação (Al-D), até 0,91% IACS. Conforme a reação vai acontecendo com a variação de tempo, este parâmetro evolui atingindo 62,38% (Al2P). O aumento significativo da condutividade elétrica também é percebido em Al3P, em que o valor médio foi de 62,35%. No entanto, para as amostras

(indicar o quanto é muito) com excesso de boro (Al4P), o resultado não foi satisfatório, o que evidencia que neste a quantidade impurezas no alumínio fundido é elevada.

De acordo com os valores de condutividade, sugere-se que o cálculo da quantidade teórica pela Equação 2 desenvolvida é válido (ZHANG et al., 2007). Para os valores inferiores e superiores à adição teórica de boro exigida, não resultaram resultados consideráveis, o que pode ser comparado com os estudos de Cui et al., (2015), onde se obteve o valor ideal de boro com 1%. Valores acima disto, não foi aceitável devido ao excesso e verificação de muitas impurezas no banho e abaixo de 1% notou-se ainda muito potencial para melhoria de condutividade.

4.5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Para identificação das fases presentes, análises morfológicas e composicionais foram realizadas análises por meio de microscopia eletrônica de varredura.

A liga Al-4%B foi utilizada para minimizar as impurezas contidas no alumínio líquido. De acordo com o diagrama de fases do sistema Al-B, a liga 4%B apresenta uma microestrutura eutética formada pelas fases Al_{SS} e AlB₂ a 659,7°C. A microestrutura da liga Al-4%B apresenta a presença de uma matriz Alss, com segregação de impurezas, de coloração branca, nos contornos de grão do alumínio, conforme mostrada na Figura 19. Observam-se colônias aleatórias ricas de precipitados de boro (FIGURA C). Resultados de EDS confirmam a presença do alumínio, conforme visto na Tabela 14.



Figura 19 – Micrografias (MEV) da anteliga Al-4B (%-peso). **Fonte:** Próprio autor.

Tabela 14 – Microanálise por EDS da anteliga Al-4B (%peso).

	1			
Al-4B	Al (%-at.)	Ti (%-at.)	Fe (%-at.)	Zr% (%-at.)
Matriz	99,169	0,045	0,025	0,024
Fase branca	94,210		4,681	

As micrografias do alumínio líquido antes da adição (Al1A) da liga padrão Al-B e os resultados de microanálise por EDS do alumínio estão expostas na Figura 20 e Tabela 15, respectivamente. Observa-se a presença de uma matriz Alss, com segregação de impurezas, de coloração branca, nos contornos de grão do alumínio. As impurezas se apresentam uniformemente distribuídas na microestrutura.



Figura 20 – Micrografias (MEV) do alumínio antes da adição da liga padrão Al-4B (%-peso). **Fonte:** Próprio autor.

 Tabela 15 - Microanálise por EDS do alumínio líquido antes da adição da liga padrão Al-4B (%-peso).

Al1A	Al (%-at.)	Fe (%-at.)	Cr (%-at.)	Zr (%-at.)	Nb (%-at.)
Matriz	99,864	0,136			
Fase branca	95,416	4,584			

As micrografias do alumínio líquido após adição de uma barra da liga padrão (3,5 kg) Al-B (Al1D) estão mostradas na Figura 21.



Figura 21 – Micrografias (MEV) do alumínio (Al1D) após adição de uma barra da liga padrão Al-4B (%-peso).

Fonte: Próprio autor.

As microestruturas da amostra (Al1D) apresentam a presença da fase alumínio como matriz e partículas incrustadas na mesma, devido à preparação metalográfica com solução de alumina. Não foi observada a presença de boretos, porém, uma diminuição da quantidade da fase branca relacionada às impurezas nos contornos de grãos do alumínio, sugerindo a formação dos mesmos. Os resultados das microanálises por EDS indicam a presença do alumínio na matriz, como resultados mostrados na Tabela 16.

Tabela 16 - Microanálise por EDS do alumínio líquido após adição de uma barra da liga padrão Al-4B(%peso).

Al1D	Al(%-at.)	Ti(%-at.)	Fe(%-at.)	Cr(%-at.)	Zr(%-at.)
Alumínio (Matriz)	99,670	0,020	0,0	0,148	0,162

Fonte: Próprio autor.

As micrografias da amostra (Al1P) expõem a presença da fase alumínio com matriz, segregação de impurezas, de coloração branca, nos contornos de grão do alumínio, porém, uma menor quantidade de partículas incrustadas, conforme mostradas na Figura 22. A presença de boretos não foi observada, entretanto, observa-se uma diminuição da quantidade da fase branca. Os resultados das microanálises por EDS indicam uma diminuição na quantidade de impurezas na amostra, conforme mostrados na Tabela 17.

Tabela 17 - Microanálise por EDS do alumínio líquido após adição de uma barra da liga padrão Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de transformação.

			.		<u>,</u>		
Al1P	Al(%-at.)	Ti(%-at.)	Fe(%-at.)	Cr(%-at.)	V (%-at.)	Zr(%-at.)	O (%-at.)
Alumínio (Matriz)	98,937	0,019	0,745	0,142		0,157	
Al_2O_3	35,290						64,710

Fonte: Próprio autor.



Figura 22 – Micrografias (MEV) do alumínio após adição de uma barra da liga padrão (Al1P) mais o tempo (minutos) até chegada ao processo de transformação. **Fonte:** Próprio autor.

As micrografias do alumínio líquido (Al2A) antes da adição de duas barras da liga padrão Al-B (7,0 kg) estão representadas na Figura 23. Observa-se o mesmo comportamento da amostra antes da adição de uma barra da liga padrão. A micrografia da amostra Al2A indica a presença de uma matriz Alss e imperfeições devido à preparação metalográfica. Uma quantidade muito pequena de impureza (fase branca) foi observada. Os resultados das microanálises por EDS da amostra Al2A estão mostrados na Tabela 18.



Figura 23 – Micrografias (MEV) do alumínio antes da adição de duas barras da liga padrão (Al2A). **Fonte:** Próprio autor.

Al2A	Al(%-at.)	Ti(%-at.)	Cr(%-at.)	Zr(%-at.)
Alumínio (matriz)	98,420-99,954	0,049-1,366	0,023-0,033	0,029-0,144
Fonto: Próprio autor				

Tabela 18 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al2A) antes adição de duas barras da liga padrão Al-4B (%peso).

As micrografias do alumínio líquido (Al2D) após a adição de duas barras da liga padrão Al-B estão mostradas na Figura 24. Observa-se a presença de uma matriz Alss e uma pequena quantidade de impurezas. A microestrutura indica a presença de cavidades que podem estar relacionadas às partículas de alumina, devido ao polimento realizado, que pode não ter sido eficiente para preparação metalográfica do alumínio, não permitindo obter uma superfície lisa em algumas situações para posterior análise. A Tabela 19 apresenta os resultados de microanálise por EDS do alumínio (Al2D) após adição de duas barras da liga padrão Al-4B(%-peso). Os valores de microanálise nas cavidades sugerem a fase alumínio.



Figura 24 – Micrografias (MEV) do alumínio após adição de duas barras da liga padrão (Al2D). **Fonte:** Próprio autor.

Al2D	Al(%-at.)	V(%-at.)	Fe(%-at.)	Cr(%-at.)	Zr(%-at.)
Alumínio	99,944	0,001	0,040		0,016
Cavidades	99,943	0,024		0,032	

Tabela 19 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al2D) depois da adição de duas barras da liga padrão Al-4B (%peso).

As micrografias do alumínio líquido (Al2P) após a adição de duas barras da liga padrão Al-B mais o tempo (minutos) até chegada ao processo de transformação estão mostradas na Figura 25. A microestrutura apresenta o mesmo comportamento da amostra (Al1P), presença do Al_{SS} como matriz, impurezas (fase branca) e partículas de Al₂O₃. Os resultados de microanálise por EDS do alumínio (Al2P) após adição de duas barras da liga padrão Al-4B(%-peso) mais o tempo (minutos) até chegada ao processo de transformação estão mostrados na Tabela 20.



Figura 25 – Micrografias (MEV) do alumínio (Al2P) após a adição de duas barras da liga padrão Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de transformação. **Fonte:** Próprio autor.

Tabela 20 - Microanálise por EDS do alumínio líquido	(Al2P) após a adição de duas barras da liga padrão
Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ac	processo de transformação.

	1	<u> </u>		5	
Al2P	Al(%-at.)	Ti(%-at.)	O(%-at.)	Cr(%-at.)	Zr(%-at.)
Alumínio (matriz)	99,881	0,01		0,058	0,050
Al_2O_3	35,063		64,937		

Fonte: Próprio autor.

As micrografias da amostra de alumínio (Al3A) antes da adição de três barras da liga padrão Al-4B(%-peso) apresentam somente a presença da fase alumínio solução sólida e impurezas como fase branca, conforme estão mostradas na Figura 26. A Tabela 21 apresenta os resultados de microanálise por EDS do alumínio (Al3A) antes da adição de três barras da liga padrão Al-4B (%-peso). Os valores de microanálise na fase branca indicam teores de Ti, V e Cr.



Figura 26 – Micrografias (MEV) do alumínio (Al3A) antes da adição de três barras da liga padrão Al-4B (%peso). **Fonte:** Próprio autor.

Tabela 21 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al3A) antes da adição de três barras da liga padrão Al-4B (%peso).

AI3A	AI (%-at.)	T1 (%-at.)	Fe (%-at.)	Cr (%-at.)	V (%-at.)	Zr (%-at.)
Alumínio (Matriz)	99,850	0,03	0,0	0,12	0,0	0,0
Fonto: Próprio autor						

Fonte: Próprio autor.

As micrografias do alumínio líquido (Al3D) após a adição de três barras da liga padrão Al-B estão mostradas na Figura 27. Além do alumínio solução sólida, observa-se a presença de uma grande quantidade de partículas, na qual os resultados de microanálise por EDS sugerem a presença do boreto AlB₁₂, conforme indicado na Tabela 22.



Figura 27 – Micrografias (MEV) do alumínio (Al3D) após a adição de três barras da liga padrão Al-4B (%-peso). **Fonte:** Próprio autor.

Tabela 22 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al3D) após da adição de três barras da liga padrão Al-4B (%peso).

Al3D	B (%-at.)	Al (%-at.)	Ti (%-at.)	Cr (%-at.)	Zr (%-at.)
Boreto (AlB ₁₂)	92,751	7,235	0,002		
Boreto (AlB ₁₂)	93,381	6,606	0,007		
Boreto (AlB ₁₂)	93,389	6,604	0,007		

As micrografias do alumínio líquido (Al3P) após a adição de três barras da liga padrão Al-B (10,5 kg) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de transformação estão mostradas na Figura 28 e a microanálise de EDS na Tabela 23. A microestrutura apresenta o mesmo comportamento da amostra (Al2P) após a adição de duas barras da liga padrão. Não foram observados resultados referentes à formação de boretos.



Figura 28 – Micrografias (MEV) do alumínio (Al3P) após a adição de três barras da liga padrão Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de transformação. **Fonte:** Próprio autor.

Tabela 23 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al3P) depois da adição de três barras da liga padrão Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de transformação.

A13P	Al(%-at.)	Ti(%-at.)	V(%-at.)	Cr(%-at.)	Zr(%-at.)
Alumínio (matriz)	99,948	0,0	0,0	0,052	0,0
Fase Branca	99,601				0,399

As micrografias do alumínio líquido antes (Al4A), após a adição de quatro barras da liga padrão Al-B (14,0 kg) - Al4D e após determinado tempo antes de entrar no processamento de transformados (Al4P), estão mostradas nas Figuras, 29, 30 e 31, respectivamente. As amostras (Al4A; Al4D e Al4P) apresentam alumínio solução sólida, partículas oriundas do polimento. Os resultados da microanálise por EDS das amostras, Al4A, Al4D e Al4P estão mostradas nas Tabelas 24, 25 e 26, respectivamente.



Figura 29 – Micrografias (MEV) do alumínio (Al4A) antes da adição de quatro barras da liga padrão Al-4B (%peso). **Fonte:** Próprio autor.

Tabela 24 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al4A) antes da adição de quatros barras da liga padrão Al-4B (%peso).

Al4A	Al(%-at.)	Ti(%-at.)	V(%-at.)	O(%-at.)	Zr(%-at.)
Alumínio (matriz)	99,973	0,004	0,023		
Al_2O_3	32,455			67,545	



Figura 30 – Micrografias (MEV) do alumínio (Al4D) após a adição de quatro barras da liga padrão Al-4B (%peso).

Fonte: Próprio autor.

Tabela 25 - Microanálise por EDS do alumínio líquido (Al4D) após da adição de quatro barras da liga padrão Al-4B (%peso).

Al4D	Al (%-at.)	Ti (%-at.)	V (%-at.)	Cr (%-at.)	Zr (%-at.)
Alumínio	99,896	0,003	0,068	0,0	0,032



Figura 31 – Micrografias (MEV) do alumínio (Al4P) após a adição de quatro barras da liga padrão Al-4B (%peso) mais o tempo (minutos) até a chegada ao processo de transformação. **Fonte:** Próprio autor.

Tabela 26 - Microanálise EDS do alumínio líquido (Al4P) após da adição de quatro barras da liga padrão Al-4B (%peso).

Al4D	Al (%-at.)	Ti (%-at.)	Cr (%-at.)	Zr (%-at.)	V (%-at.)	Fe (%-at.)
Alumínio	99,830	0,101	0,039	0,030	0,039	_

Fonte: Próprio autor.

4.6 RESULTADOS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Os difratogramas de Raios-X das amostras Al1D e Al1P indicam a presença dos picos de Al, B e AlB₂, conforme mostrado nas Figuras 32(a) e 32(b). A presença da fase AlB₂ não foi identificada na microestrutura. Observa-se que os picos de Al foram deslocados no sentido de menores ângulos de difração para as amostras Al1D e Al1P, conforme mostrado na Figura 32(c). Os valores dos parâmetros de rede e do volume da célula do Al₅₅ (ss-solução sólida)

foram reduzidos, o que sugere a dissolução do boro e a formação da solução sólida, devido ao menor raio atômico do elemento B. Observa-se um aumento na intensidade relativa dos picos de B, com o decorrer do tempo, conforme mostrado para o espectro da amostra Al1P, na Figura 32(b).



Figura 32 - Difratogramas de Raios-X das amostras: (a) Al1D; (b) Al1P e (c) ângulo de difração. **Fonte:** Próprio autor.

Nota: Al1D – amostra de alumínio retirada logo após adição de uma barra de Al-4B.

Al1P - amostra de alumínio retirada logo após adição de uma barra de Al-4B + tempo (verificação da eficácia).

Os espectros de difração de Raios-X das amostras Al2D e Al2P indicam a presença dos picos de Al e da fase AlB₂, conforme mostrados na Figura 33 (a) e (b). A presença da fase AlB₂ não foi identificada na microestrutura das amostras.. No difratograma da amostra Al2D, o pico principal do alumínio apresentou um alargamento e diminuição de intensidade quando comparado com a amostra Al2P, conforme Figura 33 (c).

Os difratogramas de Raios-X das amostras Al3D e Al3P indicam também a presença dos picos de Al e da fase AlB₂, conforme mostrado nas figuras 34(a) e 34(b). Os picos de Al não foram deslocados no sentido de menores ângulos de difração em nenhuma das amostras.

Observa-se um aumento na intensidade relativa dos picos de Al, com o decorrer do tempo, conforme mostrado no espectro da amostra Al3P, na Figura 34(c). Novamente a presença da fase AlB₂ não foi identificada na microestrutura e nem nos resultados de microanálise por EDS.



Figura 33 – Difratogramas de Raios-X das amostras: (a) Al2D; (b) Al2P e (c) ângulo de difração. **Fonte:** Próprio autor.

Nota: Al2D – amostra de alumínio retirada logo após adição de duas barras de Al-4B.

Al2P - amostra de alumínio retirada logo após adição de duas barras de Al-4B + tempo (verificação da eficácia).





2θ Figura 34 – Difratogramas de Raios-X das amostras: (a) Al3D; (b) Al3P e (c) ângulo de difração. **Fonte:** Próprio autor.

Nota: Al3D – amostra de alumínio retirada logo após adição de três barras de Al-4B.

Al1P - amostra de alumínio retirada logo após adição de três barras de Al-4B + tempo (verificação da eficácia).

Através dos difratogramas apresentados foi possível avaliar a relação abordada nas micrografias, em que a presença de alumínio é predominante em todas amostras analisadas com uma pequena tendência de formação de picos de Boro, que sugeriu a dissolução do boro na estrutura do alumínio.

Os resultados de MEV e DRX não estão de acordo com a literatura , tendo em vista observar uma maior quantidade de boretos para evidenciar a remoção das impurezas no alumínio líquido. Este efeito pode ter ocorrido por dificuldades na coleta de amostras no fundo do cadinho industrial devido questões de segurança de operação. No entanto, em termos de condutividade elétrica, os resultados atendem às especificações da norma NBR 5118, na qual a condutividade mínima dos fios de alumínio exigida após o encordoamento deve ser de 61 % IACS.

5 CONCLUSÕES

A análise dos resultados alcançados nas etapas do trabalho que propôs avaliar a melhoria em % IACS pelo acréscimo de anteligas de Boro Alumínio no alumínio líquido permitiu concluir:

- a) Para o processo de produção de Al líquido utilizado, as anteligas Al-4B com peso médio de 7,0 e 10, 5 kg tiveram melhor resultado de condutividade elétrica se comparadas às outras quantidades utilizadas, atingindo 62,38% e 62,35% respectivamente, confirmando a partir de situações reais de processamento industrial, a eficácia da quantidade teórica de adição de anteliga já estudada anteriormente, sendo que nesta faixa de trabalho, todos os valores de condutividade mínima exigida pela norma NBR 5118 foram atingidos. Neste contexto, os resultados foram atingidos conforme almejado neste trabalho.
- b) Os resultados de MEV e DRX não revelaram todos boretos conforme esperado, para aprovar a teoria estudada, devido questões de amostragem, seja na coleta ou na preparação metalográfica para análises. Assim sendo, estes pontos ainda necessitam ser revisados para comprovação da formação de boretos.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste capítulo, estão propostos temas correlacionados ao trabalho realizado como sugestão de oportunidade para andamento da pesquisa e trabalhos futuros:

- a) Realizar testes com outros tipos de anteligas de Boro Alumínio disponíveis no mercado para eficácia do resultado.
- b) Realizar polimento eletrolítico das amostras para realização do MEV para verificação de formação de boretos.
- c) Fazer caracterização do lodo obtido.
- d) Calcular retorno financeiro para as empresas fornecedoras de Al líquido destinado a produção de cabos e fios elétricos, por atingir às especificações da NBR 5118, a partir do tratamento com anteligas Al-B, e desta forma, não ter produto retornado causando prejuízo e multas.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Aluminum – Properties and Physical Metallurgy, Metals Park, Ohio, p. 6 – 10. 1984.

ASM. Aluminum and Aluminum Alloys, Specialty Handbook, ASM International. 1993.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. Coletânea de normas técnicas de alumínio e suas ligas. São Paulo, 758p. 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ALUMÍNIO. Estatísticas de transformados de Alumínio. Disponível em: http://www.abal.org.br/estatisticas/nacionais/transformados/producao/. Acesso em: 7 out. 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 209:2010. Alumínio e suas ligas – Composição química, Rio de Janeiro, 4p. 2010.

CARISON, O.N. **The Al-B** (**Aluminum-Boron**) **System.** Bulletion of Alloy Phase Diagrams. V.11, p.560-561, 1990.

CHEN, D.B.; XU, F.S.; WANG, R.L.; HE, Z.F. Effects of impurity elements on conductivity of the electric circular aluminum rod, **The 157th Light Alloy Fabr. Technol.** p.33–36, 2009.

COLPAERT, H. Metalografia dos produtos comuns. 4. ed. São Paulo: Editora Blucher, 2008.

COMPANHIA BRASILEIRA DE ALUMÍNIO. ALFA ALUMÍNIO. **Catálogo de produto**s. Disponível em: http://www.alfaaluminio.com.br/downloads/catalogo.pdf>. Acesso em: 14 nov. 2014.

COOPER, P., COOK R., KEARNS, M.A. Effects of Residual Transition Metal Impurities on Electrical Conductivity and Grain Refinement of EC Grade Aluminium. **The 126th TMS Annual Meeting & Exhibition,** Orlando, Florida, 1997.

COOPER, P. S.; KEARNS, M. A. Removal of trasition metal impurities in aluminium melts by boron additions. **Proceeding of 5th international conference, Materials Science Forum,** Transtec Publ Ltda, p.141 – 146. 1996.

CUI, X.; WU, Y.; LIU, X.; ZHAO, Q.; ZHANG, G. Effects of grain refinement and boron treatment on electrical conductivity and mechanical properties of AA1070 aluminum. **Materials and Design 86,** p. 397–403. 2015.

GRANDFIELD, J., KHALIQ, A., RHAMDHANI, M.A., DEWAN, M.A., EASTON, L. SWEET, C., DAVIDSON, J. MITCHELL, G.A. **Proceedings of the 10th Australian Aluminum Smelting Technology Conference,** Launceston, Australia, 2011.

HATCH, J.E. Aluminum: Properties and Physical Metallurgy. ASM, Metals Park, USA, 1990.

KHALIQ, A.; RHAMDHANI, M.A.; BROOKS, G. A.; GRANDFIELD, J. Thermodynamic Analysis of Transition Metals Impurities in automotive applications process technology extreme applications industry sustainability Aluminium Melt. **Light Metals**, p.751-756, 2011.

KAUFMAN, J. G.; ROOY, E. L. Aluminum Alloy Castings. Properties, Processes, and Applications. **ASM International**, December, 2004.

MALLAPUR D. G.; UDUPA R. K.; KORI S. A. Influence oh Ti, B and Sr on the Microstructure and Mechanical Properties of 356 alloys. **Journal of Materials Science**, v. 10, p. 4977-4983. 2010.

MASSALSKI, T. B. et. al. **Binary alloy phase diagrams.** Materials Park, Ohio, ASM International, 1990.

MASSARETE, M.; SERRANO, A.; MACHADO, L.; HARA, L.; FRAZÃO, V. Alumínio no Brasil: Transformações nos últimos 15 anos. Bain Brasil, Brochura, São Paulo. 2013. Disponível em: http://www.bain.com/offices/saopaulo/pt/publications/articles/aluminio-no-brasil.aspx. Acesso em: 4 nov. 2015.

MAZLEE, M. N.; SHAMSUL, J. B.; KAMARUDIN, H.; RIZAM, S. S. Microstructural Study And Differential Scanning Calorimetry Analysis At Elevated Temperatures Of Uperheated As-Cast A357 Alloy. **International Journal of Mechanical and Materials Engineering (IJMME)**, Arau, Perlis, Malaysia, v. 4, n. 2, p. 181-185, 2009.

NYHOLM, R.; BAI1J\R, J.C.; EMELÉUS, H.J.; TROTMAN-DICKENSON, A.F. **Comprehensive Inorganic Chemistry.** Pergamon Press, Oxford, 1991.

NOLZE, G., KRAUS, W., PowderCell 2.0 for Windows, Powder Diffr. v. 13, p. 256, 1998.

SETZER, W.C.; BOONE, G.W. The Use of Aluminum/Boron Master Alloys to Improve Electrical Conductivity. Light. Metals, p.837–843, 1992.

STROUP, P.T. **Purification of Aluminum,** in U. S. Patent: 3,198,625. Aluminum Company of America, Pittsburgh, 1985.

WANG, R.L.; LI, Y.P.; WAKOH, K.; Y. KOIZUMI, A. **Cu–Ti–C alloy with high strength and high electrical conductivity prepared by two-step ball-milling processes**, Mater. Des. 61, p.70–74. 2014.

WANG, R.L.; HE, Z.F.; TIAN, S.L. Effect of V, Ti, Cr, Mn on the conductivity of electrical aluminum rod, Conf. Nonferrous Metals Process, p. 12–14. 2009.

WANG, G.Q.; LIU, S.H.; LI, C.M.; GAO, Q. Reaction of boron to transition metal impurities and its effect on conductivity of aluminum. Conf. Nonferrous Met. Soc. China, p. 1112–1116, 2002.

ZHANG, Q.; GUO, F.; LI, Z.Q.; BAO, Y.Q. Influence of boronization treatment on the contents of Ti and V and properties of electrical aluminum. Found. Technol, p. 1338–1340, 2007.