# MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

## UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

# CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DA LIGA DE MAGNÉSIO ZAXLa05413 PARA APLICAÇÃO NO PROCESSO DE INJEÇÃO SOB PRESSÃO

THIAGO VIEIRA FERRI

Dissertação para a obtenção do título de

Mestre em Engenharia

Porto Alegre

2008

# MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

## UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGEM)

# CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DA LIGA DE MAGNÉSIO ZAXLa05413 PARA APLICAÇÃO NO PROCESSO DE INJEÇÃO SOB PRESSÃO

Thiago Vieira Ferri Engenheiro Metalúrgico

Trabalho realizado no Laboratório de Fundição, Departamento de Engenharia Metalúrgica da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGEM), como parte dos requisitos para exame de qualificação de mestrado em Engenharia.

Área de Concentração: Processos de Fabricação

Porto Alegre (RS)

2008

Esse trabalho foi julgado adequado como qualificação para dissertação de mestrado em Engenharia, área de concentração de Processos de Fabricação e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Jaime Alvares Spim Jr. (PPGEM – UFRGS) Co-orientador: Prof. Dr. Carlos Alexandre dos Santos (PGETEMA-PUCRS)

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Lírio Schaeffer (PPGEM)

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Berenice Anina Dedavid (PUCRS)

Dr. Mario Wolfart Junior (STHIL Moto Serras)

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann

Coordenador do PPGEM

#### AGRADECIMENTOS

Manifesto os sinceros agradecimentos as seguintes pessoas, instituições e empresas pela valiosa colaboração na execução deste trabalho:

Ao Professor Dr. Jaime Alvares Spim Jr., pela orientação, reconhecimento e estímulo proporcionado.

A CAPES, pelo apoio financeiro.

Ao Professor Dr. Carlos Alexandre dos Santos, pela contribuição e auxílio no desenvolvimento do projeto.

À empresa ANDREAS STIHL MOTO SERRAS LTDA em especial ao Eng. Martini Karantanis, e ao Eng. Ranieri Karkow, pelo auxílio e colaboração na realização dos ensaios experimentais.

Ao apoio financeiro da Fundação de Amparo e Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (FAPERGS) no programa de apoio a pesquisa nas empresas (PAPPE) para montagem do aparato utilizado nos ensaios experimentais.

Aos colegas do Laboratório de Fundição da UFRGS, em especial ao Eng. Arlan Figueiredo Pacheco, MSc. Eng. Carlos R. Frick Ferreira, MSc. Eng. Vinícius Karlinsk de Barcellos, Vinícius Paz, Juliano Todeschini, pelas sugestões e observações valiosas.

À minha família, pelo apoio e compreensão.

A todos que colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho, o meu reconhecimento.

# SUMÁRIO

LIST	ra di	E FIGU	JRAS	VIII
LIST	ra di	E TABI	ELAS	XII
LIST	ra di	E ABRI	EVIATURAS E SÍMBOLOS	ίν
RES	UMO	)	Σ	ΚVI
ABS	TRA	СТ	Х	VII
1.0	INT	RODU	CÃO	1
2.0	OBI	FTIVO	)S	3
2.0	ODJ			
3.0	REV	ISAO .	BIBLIOGRAFICA	4
	3.1	Histór	rico	4
	3.2	Dema	nda por magnésio	4
	3.3	Produ	ção de magnésio	6
		3.3.1	Eletrólise do magnésio	6
		3.3.2	Processo ferrossílico ou silicotérmico	6
	3.4	Custo	s	7
	3.5	Aplica	ações	7
		3.5.1	Setor aeronáutico	9
		3.5.2	Setor automobilístico	9
		3.5.3	Setor aplicações eletrônicas e esportivas	9
	3.6	Carac	terísticas do magnésio	.10
		3.6.1	Propriedades físico-químicas	. 10
		3.6.2	Vantagens e Desvantagens	.11
		3.6.3	Classificação e nomenclatura das ligas de magnésio	.12
		3.6.4	Processos de fundição do magnésio	.14
	3.7	Comp	oosição química	.16
		3.7.1	Elementos de liga	.17
	3.8	Propri	iedades mecânicas do magnésio	.18
		3.8.1	Fluência da liga	. 19
		3.8.2	Fadiga e resistência a fratura	. 20
		3.8.3	Corrosão	.21
	3.9	Recic	lagem	.23

	3.10	Solidi	ficação	24
		3.10.1	Microestrutura dendrítica	
		3.10.2	Solidificação unidirecional vertical ascendente	
	3.11	Propri	edades mecânicas versus estrutura bruta de solidificação	29
4.0	MA	ΓERIAI	IS E MÉTODOS	31
	4.1	Fase I		
		4.1.1	Aparato de solidificação unidirecional vertical ascendente	
		4.1.2	Cálculos para o diâmetro do cadinho	
		4.1.3	Cadinho	35
		4.1.4	Base do sistema de resfriamento	
		4.1.5	Preparação da carga	
		4.1.6	Cálculo de potência para o forno	
		4.1.7	Placa de aquisição de dados	
		4.1.8	Gás utilizado no processo de fusão	40
		4.1.9	Alterações experimentais	40
		4.1.10	Procedimento de fusão do magnésio	45
	4.2	Fase I	Ι	46
		4.2.1	Procedimento experimental	46
		4.2.2	Experimentos escolhidos para análise.	49
		4.2.3	Análise macroestrutural	50
		4.2.4	Análise microestrutural	51
		4.2.5	Medida de espaçamento dendrítico secundário (EDS) ( $\lambda_2$ )	
		4.2.6	Medidas do percentual total de segregação (fases formadas)	55
		4.2.7	Ensaio de propriedades mecânicas	
		4.2.8	Medida de dureza	61
		4.2.9	Medida de microdureza	62
5.0	RES	ULTAI	DOS E DISCUSSÃO	64
	5.1	Fase I		64
		5.1.1	Aferição do aparato de solidificação unidirecional	64
	5.2	Fase I	Ι	67
		5.2.1	Análise térmica das ligas ZAXLa05413 e AZ91	67
		5.2.2	Estruturas brutas de fusão (macroestrutura de solidificação)	76
		5.2.3	Medidas de tamanho de grão (TG)	
		5.2.4	Medidas de espaçamento dendrítico secundário (EDS) ( $\lambda_2$ )	

	5.2.5	Medidas do total de segregação - fases formadas	85
	5.2.6	Medidas de dureza	
	5.2.7	Medidas de microdureza das dendritas	91
	5.2.8	Ensaio de tração	93
	5.2.9	Relação das propriedades mecânicas ao longo do lingote	99
	5.2.10	Limites de resistência à tração	
	5.2.11	Limites de escoamento	
	5.2.12	Alongamento específico	
	5.2.13	Relação das propriedades mecânicas versus EDS ( $\lambda_2)$	
6.0	CONCLUS	ĎES	126
7.0	PROPOSTA	PARA TRABALHOS FUTUROS	
8.0	REFERÊNC	IAS BIBLIOGRÁFICAS	
	ANEXO I: F	Estudo prévio da liga de magnésio	132
	ANEXO II:	Diagramas de fases	136
	ANEXO III:	Microestruturas das ligas de magnésio ZAXLa05413 e AZ91	140

# LISTA DE FIGURAS

# Pág.

Figura 3.1: Processo de Thixomoldagem (Kainer 2003)15
Figura 3.2: Processo de injeção vertical (Kainer 2003)16
Figura 3.3: Elementos nocivos a corrosão do magnésio (Kainer. and V 2003)16
Figura 3.4: Teste de corrosão em ligas de Magnésio com alta pureza (Kurze 2003)22
Figura 3.5: Simulação do crescimento dendrítico colunar na solidificação unidirecional. Adaptado (Folle 2005)25
Figura 3.6: Forma tridimensional da Dendritas (Garcia 2001)27
Figura 3.7: Solidificação unidirecional ascendente (Garcia 2005)28
Figura 4.1: Aparato experimental de solidificação32
Figura 4.2: Dimensões do corpo de prova extraído para ensaio mecânico (ASTM B557-02a).
Figura 4.3: Representação de um corte transversal do lingote magnésio
Figura 4.4: Dimensões do cadinho
Figura 4.5: Conjunto cadinho e base do sistema de resfriamento
Figura 4.6: Base do cadinho com sistema de refrigeração
Figura 4.7: Foto do forno utilizado na fusão do magnésio
Figura 4.8: Cadinho de aço(SAE 1020), utilizado no forno de solidificação unidirecional41
Figura 4.9: Cadinho alternativo construído em aço 42042
Figura 4.10: Sistema de resfriamento danificado devido à intensa oxidação durante realização do experimento
Figura 4.11: Sistema de resfriamento alternativo após danificação do sistema por serpentina.
Figura 4.12: Sistema de resfriamento alternativo da base refrigerada
Figura 4.13: Sistema de captura da água de refrigeração44
Figura 4.14: Representação esquemática dos termopares inseridos no banho metálico de magnésio, medidas em [mm]47
Figura 4.15: Fluxograma com a metodologia utilizada na FASE II
Figura 4.16: Regiões extraídas do lingote para análises estrutural e mecânica51
Figura 4.17: Representação esquemática dos cortes para análise microestrutural52
Figura 4.18: Microscópio Óptico com sistema de aquisição de imagens53
Figura 4.19 – Medida do espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) da liga de magnésio ZAXLa05413
Figura 4.20: Método de medida do $\lambda_2$
Figura 4.21: Foto ilustrativa do calculo total da segregação interdendrítica55

Figura 4.22: Garra para ensaio de tração projetada segundo norma ASTM B 557 -02ª	57
Figura 4.23: Máquina de ensaios universal (EMIC DL-500B).	58
Figura 4.24: Projetor de Perfil Mitutoyo	60
Figura 4.25: Matriz de auxilio para medição entre marcas e alongamento após ensaio	61
Figura 4.26: Durômetro Mitutoyo	61
Figura 4.27: Aparelho para medir microdureza	62
Figura 4.28: Formato de identação do microdurômetro	63
Figura 5.1: Parte inferior do lingote após realização do experimento	64
Figura 5.2: Agitador mecânico	65
Figura 5.3: Dispositivo de fixação dos termopares e agitador mecânico	65
Figura 5.4: Lingote de magnésio solidificado no aparato experimental de solidific unidirecional.	cação 66
Figura 5.5: Análise térmica da liga ZAXLa05413, experimento 1	67
Figura 5.6: Análise térmica da liga ZAXLa05413, experimento 2	69
Figura 5.7: Análise térmica da liga ZAXLa05413, fusão 11/12/07	70
Figura 5.8: Análise térmica da liga ZAXLa05413, experimento 4	72
Figura 5.9: Análise térmica da liga ZAXLa05413, experimento 5	73
Figura 5.10: Taxas de Resfriamento dos experimentos 2, 3 e 4	74
Figura 5.11: Velocidade da interface dos experimentos 2, 3 e 4	75
Figura 5.12: Gradiente térmico dos experimentos 2, 3 e 4	75
Figura 5.13: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio ZAXLa05413 experimento 1	3, do 76
Figura 5.14: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio ZAXLa05413 experimento 2.	3, do 77
Figura 5.15: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio ZAXLa05413 experimento 3	3, do 78
Figura 5.16: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio ZAXLa05413 experimento 4.	3, do 79
Figura 5.17: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio AZ91, do experimen	1to 5. 80
Figura 5.18: Gráfico correlacionando TG versus posição [mm] do experimento 1	81
Figura 5.19: EDS versus posição do experimento 2	83
Figura 5.20: EDS versus posição do experimento 3	83
Figura 5.21: EDS versus posição do experimento 4	84
Figura 5.22: EDS versus posição do experimento 5	85
Figura 5.23: Segregação total do experimento 5	86
Figura 5.24: Segregação total da liga ZAXLa05413 em diferentes condições de solidific para os experimentos 1,2,3 e 4	cação 87

Figura 5.25:	Dureza pela posição do lingote do experimento 1	.88
Figura 5.26:	Dureza pela posição do lingote do experimento 2	. 89
Figura 5.27:	Dureza pela posição do lingote do experimento 3	. 89
Figura 5.28:	Dureza pela posição do lingote do experimento 4	.90
Figura 5.29:	Dureza pela posição do lingote do experimento 5	.91
Figura 5.30:	Microdureza das dendritas ao longo dos lingotes de todos os experimentos	.92
Figura 5.31:	Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 1	.99
Figura 5.32:	Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 2	100
Figura 5.33:	Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 3	100
Figura 5.34:	Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 4	101
Figura 5.35:	Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 5	102
Figura 5.36:	Limite de Escoamento versus posição do experimento 1	103
Figura 5.37:	Limite de Escoamento versus posição do experimento 2	103
Figura 5.38:	Limite de Escoamento versus posição do experimento 3	104
Figura 5.39:	Limite de Escoamento versus posição do experimento 4	104
Figura 5.40:	Limite de Escoamento versus posição do experimento 5	105
Figura 5.41:	Alongamento Específico versus posição do experimento 1	106
Figura 5.42:	Alongamento Específico versus posição do experimento 2	107
Figura 5.43:	Alongamento Específico versus posição do experimento 3	107
Figura 5.44:	Alongamento Específico versus posição para experimento 4	108
Figura 5.45:	Alongamento Específico versus posição para experimento 5	109
Figura 5.46:	Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 1	110
Figura 5.47:	Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 2	111
Figura 5.48:	Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 3	111
Figura 5.49:	Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 4	112
Figura 5.50:	Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 5	113
Figura 5.51:	Limite de Escoamento para o lingote do experimento 1	114
Figura 5.52:	Limite de Escoamento para o lingote do experimento 2	115
Figura 5.53:	Limite de Escoamento para o lingote do experimento 3	115
Figura 5.54:	Limite de Escoamento para o lingote do experimento 4	116
Figura 5.55:	Limite de Escoamento para o lingote do experimento 5	117
Figura 5.56:	Alongamento Específico para a liga ZAXLa05413 do experimento 1	118
Figura 5.57:	Alongamento Específico para a liga ZAXLa05413 do experimento 2	119
Figura 5.58:	Alongamento Específico para a liga ZAXLa05413 do experimento 3	120
Figura 5.59:	Alongamento Específico para a liga ZAXLa05413 do experimento 4	121
Figura 5.60:	Alongamento Específico para a liga AZ91 do experimento 5	122

Figura 5.61: Dureza Brinell (HB) para a liga ZAXLa05413 do experimento 1	123
Figura 5.62: Dureza Brinell (HB) para a liga ZAXLa05413 do experimento 2	123
Figura 5.63: Dureza Brinell (HB) para a liga ZAXLa05413 do experimento 3	124
Figura 5.64: Dureza Brinell (HB) para a liga ZAXLa05413 do experimento 4	124
Figura 5.65: Dureza Brinell (HB) para a liga AZ91 do experimento 5	125
Figura 1 – Coquilha de cobre	132

# LISTA DE TABELAS

# Pág.

Tabela I: Produção anual de magnésio de 2001 a 2006 em toneladas.
Tabela II: Propriedades físicas e químicas do magnésio puro (Kainer. and V 2003)10
Tabela III: Vantagens e desvantagens do uso de magnésio11
Tabela IV: Classificação das ligas de magnésio (American Society for Metals 1990)12
Tabela V: Classificação das ligas de magnésio (American Society for Metals 1990)13
Tabela VI: Classificação das ligas de magnésio (American Society for Metals 1990)13
Tabela VII – Composição química das ligas de magnésio em alta pureza ((Kurze 2003) 21
Tabela VIII: Composição química das ligas de magnésio em alta pureza (Kurze 2003) 22
Tabela IX: Mistura de gases indicada para evitar combustão do magnésio (R. Fink 2003) 40
Tabela X: Planejamento experimental utilizado na Fase III
Tabela XI: Posição dos termopares a partir da base (profundidade), e a partir do centro do lingote (radial)
Tabela XII: Representação dos dados .Txt que o software fornece
Tabela XIII: Representação da planilha do OriginPro7.5 para obtenção das curvas tensão versus deformação
Tabela XIV: Posição dos termopares a partir da base (profundidade), e a partir do centro do lingote (radial)
Tabela XV: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação com resfriamento lento no experimento 1.68
Tabela XVI: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação unidirecional no experimento 2.         69
Tabela XVII: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação unidirecional no experimento 3.         71
Tabela XVIII: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação unidirecional no experimento 4.         72
Tabela XIX: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação unidirecional no experimento 5.         74

Tabela	XX: Propriedades mecânicas ( $\sigma_{u}, \sigma_{e}, E, \delta$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 1
Tabela	XXI: Propriedades mecânicas ( $\sigma_{u}$ , $\sigma_{e}$ , E, $\delta$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 2
Tabela	XXII: Propriedades mecânicas ( $\sigma_{u}$ , $\sigma_{e}$ , E, $\delta$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 3
Tabela	XXIII: Propriedades mecânicas ( $\sigma_{u}$ , $\sigma_{e}$ , E, $\delta$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 4
Tabela	XXIV: Propriedades mecânicas ( $\sigma_{u}$ , $\sigma_{e}$ , E, $\delta$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 5
Tabela	XXV: Composição química sugerida para a liga a ser desenvolvida132
Tabela	XXVII: Resultado da análise química realizada por via úmida na UFSM do lingote solidificado no aparato de solidificação unidirecional do laboratório de fundição

# LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

$\sigma_{c}$	=	Tensão Convencional	[MPa]
σr	=	Tensão Real	[MPa]
σο	=	Tensão Nominal	[MPa]
$\sigma_{u}$	=	Limite de Resistência a Tração	[MPa]
$\sigma_{e}$	=	Limite de Escoamento	[MPa]
δ	=	Alongamento Específico	[%]
Р	=	Força aplicada	[N]
S	=	Área Total	$[mm^2]$
$\mathcal{E}_c$	=	Deformação Convencional	[adimensional]
$\Delta l$	=	Variação de Comprimento	[mm]
1 :	=	Comprimento Final	[mm]
lo	=	Comprimento Inicial	[mm]
$\mathcal{E}_r$	=	Deformação Real	[adimensional]
Ur	=	Módulo de Resiliência	[N.m/m <sup>3</sup> ]
$U_t$	=	Módulo de Tenacidade	[N.m/m <sup>3</sup> ]
HB	=	Dureza Brinell	[HB]
HV	=	Dureza Vickers	[HV]
Р	=	Potência	[kw]
Q	=	Quantidade de Calor	[cal]
t	=	Tempo	[s]
$\Delta T$	=	Variação de Temperatura	[° C]
$T_L$	=	Temperatura Liquidus	[° C]
Ts	=	Temperatura Solidus	[° C]
$T_V$	=	Temperatura de Vazamento	[°C]
$\overset{\bullet}{T}$		Tours de Desfriements (liquidus)	[ <b>I</b> Z /_]
$I L V_{I}$	=	Velocidade da Interface	[ <b>k</b> /s]
$G_{I}$	=	Gradiente Térmico (liquidus)	[K/mm]
0	=	Densidade do Material	[kø/m³]
ι <sup>-</sup> λ 2 =	=	Espacamento Dendrítico Secundário	[um]
Cn's	=	Corpos de Prova	[["""]
SE <sup>∠</sup>		Gás Hexafluoreto	
<b>D1</b> 0		Sub Heauluoieus	

$T_1$	=	Termopar 1
$T_2$	=	Termopar 2
$T_3$	=	Termopar 3
$T_4$	=	Termopar 4
$T_5$	=	Termopar 5
$T_6$	=	Termopar 6
$T_7$	=	Termopar 7

#### RESUMO

O interesse renovado das indústrias no desenvolvimento de novas ligas metálicas leves vem aumentando nos últimos anos, principalmente no setor automobilístico. As pressões econômicas tais como as reservas de petróleo e seus derivados que sofrem oscilações constantes de preço e são essenciais para os veículos, com também o anuncio recente da comunidade científica do aquecimento global com uma gestão ambiental cada vez mais efetiva no controle das emissões gasosas e processos de produção industrial. Neste contexto os fatores externos de pressão frente às indústrias fazem do magnésio e suas ligas uma alternativa de grande interesse, principalmente no setor automobilístico por apresentar entre os metais estruturais a melhor relação peso/resistência.

Neste sentido, muitas ligas de magnésio vem sendo estudadas nos últimos anos, já que a liga AZ91, conhecida e produzida em alta escala, não oferece estabilidade em altas temperaturas, devido ao enfraquecimento do contorno de grão a partir da precipitação descontínua da fase  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> de baixo ponto de fusão(Moreno 2003).

As ligas do sistema Mg-Al-RE-Ca oferecem ótimo desempenho quando submetidas a fluência com resultados similares à liga de alumínio ADC12 utilizada em caixa de transmissão de veículos. Na literatura encontram-se trabalhos que correlacionam os parâmetros de solidificação com as propriedades mecânicas para ligas convencionais como os aços, ligas de cobre e de alumínio. Porém, há poucos estudos sobre ligas de magnésio que relacionam a influência das variáveis de solidificação na formação da microestrutura e as propriedades mecânicas. Provavelmente a pouca informação sobre as ligas de magnésio se deve principalmente pelo fato do magnésio ser uma liga metálica de difícil fusão, já que durante a fusão na presença de oxigênio a liga de magnésio entra em combustão (Shih, Wang et al. 2004). Sabendo desta dificuldade projetou-se um aparato de solidificação unidirecional especial para fusão e solidificação de ligas de magnésio.

O presente trabalho tem como objetivo realizar um estudo da liga de magnésio ZAXLa05413, com % em peso de (4%Al-3%La-1%Ca-0,5%Zn-restante%Mg) analisando a influência das variáveis de solidificação com relação às propriedades mecânicas. Dessa forma, a liga estudada foi solidificada lentamente e unidirecional para análise térmica. Os lingotes foram submetidos a análises estruturais (macro e microestrutura) e caracterização mecânica através do ensaio de tração nos corpos de provas extraídos do lingote.

## ABSTRACT

The industries new interest with the development of new alloys metallic light has been increasing in the last years and the main automotive industry.

The economic pressures such as the petroleum reserves and your derivatives that suffer constant oscillations of price are essential for the vehicles, and also the announced recent of the scientific community alerting about the global heating, increasing the control of the gassy emissions in the industries.

In this context the factors external of pressure front to the industries and lowest density of all metallic construction materials do of the magnesium alloys with great interest research.

The system alloys MG-Al-RE-Ca has great performance the creep with similar results of the aluminum alloy ADC12 used as gearbox housing in the VW-Passat (Volkswagem AG).

In the papers meets may articles those relationships solidifications conditions and mechanical properties for the alloys aluminum, copper and steel, however it has few papers about alloys magnesium that relationships solidifications conditions and mechanical properties, probably because for higher temperatures, the rate of oxidation becomes extremely rapid could set on fire.

In the present work, the aim of this study consisted of the analyses solidifications conditions to correlate with mechanical properties of alloys ZAXLa05413 and AZ91.

The alloys studies were casting in special furnace for thermal analysis. The ingots were extracted specimen for analyzed macrostructure, microstructure and tension specimen for uniaxial tension test.

# 1.0 INTRODUÇÃO

A produção do magnésio apenas depende da necessidade ou das aplicações economicamente justificáveis, não havendo qualquer problema com a sua escassez. Suas reservas podem ser consideradas inesgotáveis, sendo grande parte encontrada em águas do mar contendo 0,13% Mg ou 1,1 kg de magnésio por metro cúbico  $(1,1 \text{ kg/m}^3)$ , assim como nos minerais dolomita (MgCO<sub>3</sub>.CaCO<sub>3</sub>) magnesita (MgCO<sub>3</sub>) e carnalita (MgCl<sub>2</sub>) (Kainer. and V 2003).

A busca pela produção de veículos mais leves nas ultimas décadas aumentou. Atualmente a conservação de energia é uma necessidade do mercado consumidor. Em razão desta tendência e de razões ecológicas, as empresas estão preferindo materiais recicláveis e leves. A demanda por ligas de magnésio nos últimos anos é justificada pela baixa densidade da liga, fácil usinabilidade e alto potencial de reciclagem, além da melhor relação resistência-peso entre os metais.

O mercado industrial, principalmente o automobilístico, está investindo em novas peças de magnésio com características mecânicas satisfatórias e também há um interesse grande em equipamentos manuais leves, tais como: computadores pessoais, telefones e outros produtos eletrônicos portáteis.

Dentre as aplicações de peças mecânicas, as que exigem uma resistência mecânica de trabalho a temperaturas elevadas acima de 120°C são as do sistema Mg-Al-RE-Ca que corresponde a uma fluência satisfatória e similar a liga de alumínio ADC12 utilizada em caixa de transmissão de veículos.

A liga de magnésio AZ91, que tem uma produção elevada, não é satisfatória em função da fase  $\beta$  (Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub>) responsável pela perda da resistência mecânica em temperaturas acima de 120°C. A procura por ligas de magnésio que suportem temperaturas acima de 120°C aumentou, principalmente porque os novos produtos produzidos pelas indústrias exigem materiais leves, recicláveis e, em alguns casos, peças com resistência mecânica inalterada pela temperatura de funcionamento, como é o caso de cilindros de motores de moto serras, que durante a combustão chegam a temperaturas elevadas, aproximadamente 300°C, daí a necessidade pelo desenvolvimento de uma liga capaz de atender as necessidades atuais.

A liga de magnésio ZAXLa05413 proposta tem por objetivo entre outros, futuramente substituir a liga de alumínio usada na fabricação de cilindros motores utilizados em moto serras. Para isto foi feito inicialmente um levantamento bibliográfico sobre ligas de magnésio,

## 2.0 **OBJETIVOS**

Este trabalho foi realizado tendo como objetivo de verificar as influências das variáveis térmicas (Taxas, Velocidades e Gradientes) com as propriedades mecânicas da liga, através de análise metalográfica e ensaios mecânicos. Para tal foram realizadas as seguintes atividades:

- Revisão bibliográfica atualizada no que concerne ao desenvolvimento de novas ligas de magnésio, a influência dos elementos de liga nas características térmicas e mecânicas, a formação de precipitados e a dinâmica de solidificação;
- Montagem de um aparato experimental de fusão/solidificação unidirecional para análise térmica de ligas de magnésio;
- Análise morfológica da estrutura bruta de fusão, macro e microestruturas e fases;
- Estudo das ligas AZ91 e ZAXLa05413 na performance mecânica e estrutural;
- Correlação das propriedades mecânicas das ligas de magnésio ZAXLa05413 e AZ91 com a microestrutura e as variáveis da solidificação por meio de expressões empíricas.

## 3.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### Histórico

O nome magnésio é originário de magnesia, que em grego designava uma região da Tesalia, situada em uma planície rodeada de montanhas, entre Macedonia, Epiro, Sterá e o Mar Egeu.

Compostos de magnésio são usados há longo tempo. Foi reconhecido como elemento pelo físico e químico escocês Joseph Black em 1755, isolado pelo físico e químico inglês Humphry Davy em 1808 (através da evaporação do mercúrio de um amálgama de magnésio obtido pela eletrólise de uma mistura de magnésia e óxido de mercúrio) e preparado de forma utilizável pelo químico francês Antoine Bussy em 1831.

O magnésio é um elemento químico de símbolo Mg de número atômico 12 ( 12 prótons e 12 elétrons ), com massa atômica 24 u; metal alcalino-terroso sólido nas condições ambientais, pertencente ao grupo (ou família) 2 (anteriormente chamada 2A). É o sexto elemento em abundância constituindo em torno de 2% da crosta terrestre, sendo o terceiro elemento mais abundante dissolvido na água de mar (Kainer. and V 2003).

### Demanda por magnésio

Historicamente o primeiro uso de magnésio pela indústria automobilística ocorreu com a Volkswagen Beetle em 1930, usando uma caixa de transmissão em magnésio fundido. Com o uso de magnésio fundido em vez de ferro fundido houve uma redução de peso de 50 kg, passando assim o peso do componente para 17 kg. Um dos destaques para o uso do magnésio na indústria automobilística se dá em razão da economia de combustível, para isto a redução de peso morto no veículo é de grande importância. As ligas de magnésio mostram-se uma alternativa viável e de futuro, com uma redução de peso em relação a ligas de alumínio na ordem de 33% e de 75% em relação ao ferro fundido e aços.

O uso do magnésio foi extensivo durante a primeira (1914-1918) e segunda (1939-1945) guerra mundial, principalmente em artefatos militares. Em 1944, o consumo alcançou 280.000 t/ano, mas após a guerra reduziu para 10.000 t /ano e em 1998 com o renovado interesse e novas legislações ambientais, o consumo aumentou para 360.000 t/ano a um preço de US\$ 3,6 dolares por quilo (Mordike and Ebert 2001). Segundo a Tabela I, a taxa anual de produção de magnésio vem crescendo durante os últimos anos, revelando um aumento de 51% no período de 2000 até 2006, sendo a China o país que lidera em números a produção de magnésio mundial anual com um percentual de 72,45% de um total de 726 toneladas em 2006.

	2000	2001	2002	2003	2004	2005	2006
USA	74(b)	<b>43(b)</b>	<b>35(b)</b>	<b>43(b)</b>	<b>43(b)</b>	<b>43</b> (a)	<b>43</b> (a)
Brasil	9(b)	9(b)	7(b)	6(b)	<b>11(b)</b>	6(a)	6(a)
Canada	55(b)	65(b)	<b>86(b)</b>	<b>50(b)</b>	55(b)	54(a)	<b>50(a)</b>
China	218(b)	<b>195(b)</b>	232(b)	354(c)	450(d)	470(d)	526(d)
França	17(b)	7(b)	<b>0(b)</b>	0(b)	<b>0(b)</b>	<b>0</b> (a)	<b>0</b> (a)
Israel	<b>2(b)</b>	<b>30(b)</b>	<b>34(b)</b>	<b>30(b)</b>	<b>33(b)</b>	<b>28(a)</b>	<b>28</b> (a)
Kazakstão	<b>10(b)</b>	10(b)	<b>10(b)</b>	14(b)	14(b)	<b>20(a)</b>	<b>20(a)</b>
Nororuega	<b>50(b)</b>	35(b)	10(b)	0(b)	<b>0(b)</b>	<b>0</b> (a)	<b>0</b> (a)
Russia	<b>40(b)</b>	<b>50(b)</b>	<b>52(b)</b>	45(b)	<b>45(b)</b>	45(a)	<b>50(a)</b>
Ucrânia	<b>2(b)</b>	<b>2(b)</b>	<b>0(b)</b>	0(b)	<b>0(b)</b>	2(a)	<b>2(a)</b>
Serbia	2(b)	2(b)	<b>2(b)</b>	2(b)	<b>4(b)</b>	2(a)	1(a)
Total	479	448	468	544	655	670	726

Tabela I: Produção anual de magnésio de 2001 a 2006 em toneladas.

(a) U. S. Geological Survey, 2005 - Revised Jan. 2007 (b) Mining Journal Annual Review for 2004 MAGNESIUM by Robert E. Brown; Magnesium Monthly Review (c) Same number reported by the Mining Journal Annual Review and the China Magnesium Association (d) China Magnesium Association

As ligas de magnésio podem ser consideradas como materiais metálicos do futuro. O consumo de peças fundidas neste metal tem aumentado 25% por ano e esta taxa de crescimento tende a se manter constante, pois as indústrias de computadores, ferramentas, eletrônicos e automóveis estão aproveitando as propriedades vantajosas do magnésio, tais como; elevada relação resistência e baixo peso, boas propriedades de amortecimento, resistência contra a deformação e boa blindagem eletromagnética (Hu, Young et al. 2003).

## Produção de magnésio

A crescente demanda não gera preocupação com o potencial de produção, já que o magnésio é o oitavo elemento mais comum do mundo e o sexto entre os metais, representando aproximadamente 2% da superfície da terra (Kainer. and V 2003).

Pode ser obtido pela eletrólise do cloreto de magnésio fundido, o qual é obtido da água de poços salinos ou do mar. Também pode ser produzido pela redução direta de um minério com um agente redutor adequado, com é o caso da dolomita reduzida pelo ferrossilício.

#### 3.1.1 Eletrólise do magnésio

O magnésio existe na água de mar em apreciável quantidade. Os íons de magnésio são precipitados da água de mar como hidróxidos  $Mg(OH)_2$  e então convertido a cloreto por tratamento com ácido clorídrico.

$$Ca(OH)_2 + MgCl_2 \rightarrow Mg(OH)_2 + CaCl_2$$
  
cal hidratada da precipitação  
água do mar

$$Mg(OH)_2 + 2HCI \xrightarrow{Calor} MgCl_2 + 2H_2O$$

Após a evaporação da água, o MgCl<sub>2</sub> é fundido e eletrolisado. O Mg é produzido no cátodo e o cloro liberado no ânodo.

$$\hat{a}nodo = 2CI^{-} \rightarrow CI_{2} + e^{-}$$

$$c\acute{a}todo = 2e^{-} + Mg^{+2} \rightarrow Mg^{0}$$

$$reaçãoglobal = MgCl_{2} \rightarrow Mg + Cl_{2}$$

### 3.1.2 Processo ferrossílico ou silicotérmico

O processo silicotérmico ou ferrosilíco emprega como matéria-prima a dolomita. O mineral ferrosilícico liga de ferro e silício, é misturado à dolomita calcinada e prensado em pequenos tijolos, submetidos a vácuo e aquecidos a 1.200°C. Neste processo, extrai-se o magnésio em forma de cristais, que se fundem.

$$CaCO_3.MgCO_3 \xrightarrow{calor} CaO.MgO \xrightarrow{+Fe}{Si} Mg + Ca_2SiO_4 + Fe$$

#### Custos

Os preços dos lingotes de magnésio não-ligados em 2002 eram da ordem de US\$ 2,40/kg em comparação com os US\$ 1,30/kg para o alumínio não ligado. Em 2002, com relação ao peso, o custo do magnésio era aproximadamente 1,8 vezes maior do que o do alumínio, enquanto em relação ao volume ele custa 1,2 vezes mais (Sujit 2003).

As comparações entre os custos dos materiais competidores freqüentemente são ilusórias, uma vez que não se levam em conta os diferentes desempenhos e densidades dos materiais. Embora a densidade do magnésio seja da ordem de 2/3 da densidade do alumínio (1,8g/cm<sup>3</sup> para o magnésio e 2,7 g/cm<sup>3</sup> para o alumínio), o menor módulo de Young do primeiro torna necessário que se use maior quantidade de massa para se obter a mesma rigidez (considerando-se a margem de segurança em relação ao limite de resistência) no componente feito neste metal.

No entanto,o uso do magnésio na indústria automotiva atualmente pode ser viável pelo processo de fundição sob pressão, onde o custo do ferramental utilizado é bem elevado e analisando a durabilidade, a manutenção e troca destas ferramentas, o custo total prevalece em favor da produção de peças de magnésio, na proporção de 2,56 para 3,.60 por peça (Kainer. and V 2003).

Logo a substituição da liga de alumínio pela liga de magnésio no processo de fundição sob pressão é viável e interessante, desde que garanta propriedades mecânicas iguais às exigidas para peça.

#### Aplicações

O uso do magnésio está associado com a Volkswagem, que no ano de 1971 atingiu o ápice com 42.000 t por ano em caixas de mudança, blocos de motor e vários componentes pequenos para modelos de veículos resfriados ao ar, representando aproximadamente 20 kg de magnésio por veículo (Mordike 1998).

Nos anos seguintes com o advento do motor resfriado a água, a inadequada resistência a fluência e a corrosão significaram o decréscimo do interesse pelo magnésio. O alto custo comparado com o alumínio também contribuiu para diminuir o entusiasmo do uso da liga de magnésio. Em 1982 a produção da caixa de mudança em magnésio cessou completamente (Mordike 1998).

Nos anos noventa com o desenvolvimento de uma consciência ambiental maior no foco de redução de energia e emissões gasosas prejudiciais ao meio ambiente, a indústria

automobilística se interessou novamente pelo magnésio (Mordike 1998). O principal objetivo da indústria automobilística foi a redução de peso, que gera um menor consumo de combustível conseqüentemente uma redução nas emissões gasosas e contribuição com o aumento da vida útil das reservas de petróleo (Mordike 1998).

Na construção de material leve, os componentes de alumínio sob pressão normalmente são substituídos por outros de magnésio fundido sob pressão, o que não altera as peças periféricas previamente utilizadas. A transmissão de cinco marchas do Audi com a carcaça em magnésio na liga AZ91HP é um exemplo típico. Para a sua produção são necessárias cerca de 2.600 transmissões diariamente, das quais 2.000 apresentam carcaça manufaturada na liga de alumínio AlSi9Cu3 para fundição sob pressão. As 600 carcaças restantes são fundidas na liga de magnésio AZ91HP, sendo utilizadas nos motores de quatro cilindros (100HP e 125HP) do Audi A4, A6 e Passat, da Volkswagen.

A finalidade da substituição do material é identificar a combinação entre a construção leve e a economia desejada. No caso da carcaça de transmissão em magnésio obteve-se por intermédio da substituição do material, uma economia de peso de 4,5 kg. No caso das peças com peso de 12,7 kg, manufaturadas na liga AZ91HP, a economia obtida foi de 26 %, embora a diferença entre a densidade do alumínio e do magnésio seja de 33 %. A diferença de 7 % é atribuída às nervuras necessárias para fins de acústica e resistência. A maioria das aplicações de construção de material leve é encontrada na região do motor e na transmissão (Haldnwnager 1998).

A construção composta leve procura otimizar o modo de construção híbrido para que o peso mínimo seja atingido, mantendo-se a rigidez e a capacidade de carga necessária. Este tipo de construção é utilizado em projetos de porta e teto solar, estando em estágio de desenvolvimento na indústria automobilística. A parte interna da porta normalmente é composta por magnésio fundido sob pressão, enquanto a tampa externa é confeccionada em alumínio. Esta estrutura é feita de modo que haja uma proteção contra choques laterais, que na maioria dos casos consiste em um perfil de alumínio. Na porta de magnésio do Audi A8, por exemplo, há um perfil de alumínio fundido na matriz de fundição sob pressão. A liga dúctil AM50HP foi introduzida por ser mais resistente ao choque. No caso da construção composta leve, pressupõem-se a ligação da construção híbrida e que os problemas de corrosão devido ao contato sejam solucionados nas junções. A maioria dos projetos para construção composta leve com componentes em magnésio é encontrada na região de carroceria e nos acessórios (Haldnwnager 1998).

O crescente interesse nos diversos setores industriais por ligas de magnésio nos últimos anos se deve a políticas ecológicas na redução de emissões gasosas e políticas

#### 3.1.3 Setor aeronáutico

O magnésio foi usado extensamente nos anos 50, 60, 70 em aeronaves comerciais Boeing 707, 727, 737 e 747, aeronaves militares, motores de helicópteros e em estruturas de projéteis e satélites. O interesse da industria aeronáutico em reduções de peso nas peças estruturais internas das aeronaves é um fato e o magnésio vem sendo cada vez mais utilizado na substituição e outros metais estruturais internos.

#### 3.1.4 Setor automobilístico

O magnésio está se tornando um material importante para a indústria automobilística. A redução de peso é o motivo principal deste desenvolvimento, além do fato de que, em muitos casos, as peças fundidas sob pressão em ligas de magnésio são soluções favoráveis em termos de custo.

Durante um século, o uso do aço em veículos automotores foi usado como material estrutural base, mas recentemente a tendência crescente por veículos leves mudou completamente o interesse. Hoje as indústrias automobilísticas estão procurando metais mais leves e com características mecânicas similares do material substituído. Com isto, peças em magnésio vêm sendo cada vez mais utilizadas em veículos, tais como: cadeiras, teto solar, direção, estruturas internas, pedais de freio, bloco de motor, painel, rodas, entre outros.

#### 3.1.5 Setor aplicações eletrônicas e esportivas

Durante muitos anos o plástico foi uma solução adequada para equipamentos eletrônicos portáteis. Metais como aço, alumínio e titânio são muito pesados e caros quando comparados com os plásticos. Com as novas exigências do mercado e as novas políticas econômicas e ecológicas, o uso do plástico em equipamentos eletrônicos perdeu o foco quando as indústrias eletrônicas começaram a buscar materiais de fácil reciclagem, boa dispersão de calor, proteção contra ondas de rádio e eletromagnéticas e com maiores resistências mecânicas. Para resolver o problema, os plásticos compósitos se tornaram caros e o magnésio ganhou a simpatia das indústrias eletrônicas. Estes fatores levaram a indústria a

um maior interesse pelo magnésio surgindo equipamentos com estrutura de magnésio, tais como: câmeras fotográficas, computadores pessoais portáteis, telefones celulares, projetores, câmeras de vídeo, bicicletas, moto-serra, raquete de tênis, malas, bicicletas, entre outros.

#### Características do magnésio

O magnésio é um metal de coloração cinza prateada, quando exposto ao ar perde seu brilho prateado, possui ótima relação resistência/peso, a melhor entre os metais estruturais, e é aproximadamente 30% mais leve que o alumínio.

Se pulverizado, entra facilmente em ignição com o aquecimento, exibindo uma chama ofuscante. Cuidados especiais devem ser tomados para evitar a ignição indesejada do magnésio em pó.

## 3.1.6 Propriedades físico-químicas

O magnésio possui propriedades físicas e químicas particulares, conforme Tabela II, tendo um elevado potencial na utilização de estruturas metálicas leves.

Tabela II: Propriedade	s físicas e quír	nicas do magné	ésio puro (Kaine	r. and V 2003)
------------------------	------------------	----------------	------------------	----------------

Propriedade	Valor
Cor	Cinza prateado
Densidade (temperatura ambiente)	$1,74 \text{ g}/\text{cm}^3$
Densidade (temperatura de fusão)	$1,58 \text{ g/cm}^3$
Temperatura de fusão	$650 \ ^{\circ}\text{C} \pm 5 \ ^{\circ}\text{C}$
Temperatura de ebulição	1107 °C ± 10°C
Estrutura cristalina	НСР
Calor de fusão	370 KJ / kg ±15
Coeficiente de expansão linear	26 . 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>
Contração (sólido/líquido)	4,2%
Capacidade calorífica (20°C)	$1,05 \text{ kJ} \cdot (\text{kg K})^{-1}$
Condutividade térmica (20°C)	$155 \text{ W} \cdot (\text{K m})^{-1}$
Módulo de elasticidade	45 GPa
Elongação na fratura	1-12%
Condutividade elétrica (IACS)	38%
Pressão de vapor	360 Pa a 650°C

A combinação favorável destas propriedades deixa o magnésio em destaque e renova o interesse metal/mecânico pelo uso de suas ligas. Entre as propriedades físicas e químicas destacam-se a ótima relação resistência/peso, a alta capacidade de absorver vibrações elásticas, boa resistência a corrosão em meios pouco agressivos, alta reciclabilidade, e a facilidade de usinagem.

#### 3.1.7 Vantagens e Desvantagens

Sem dúvida o principal interesse das indústrias com relação ao magnésio reside no fato dele possuir a mais baixa densidade dos metais estruturais, boa resistência mecânica e a elevada taxa de reciclagem. As principais vantagens e desvantagens estão citadas na tabela III.

Tabela III: Vantagens e desvantagens do uso de magnésio

Perfil característico das ligas de magnésio		
Vantagens (+)	Desvantagens (-)	
- Menor densidade de todos materiais estruturais metálicos	- Poucas ligas otimizadas	
<ul> <li>Alta resistência específica</li> <li>Boa fluidez e adequação para o processo die-casting</li> </ul>	<ul> <li>Apenas algumas ligas trabalhadas</li> <li>Baixa ductilidade e dureza em temperaturas ambiente</li> </ul>	
- Fácil usinagem com alta velocidade de corte	<ul> <li>resistência mecânica e fluência limitada sob altas temperaturas</li> </ul>	
- Boa soldabilidade sob proteção de gases inertes	- Alta reatividade química	
- Resistência à corrosão altamente melhorada utilizando magnésio de alta pureza	- Alta contração	
- Prontamente disponível	- Conceitos de reciclagem disponíveis não compreensíveis	
Quando comparado com plásticos:		
- Melhores propriedades mecânicas	- Notáveis barreiras em relação à combustibilidade, comportamento à corrosão e manuseio	
-Melhor condutividade térmica e elétrica	- Número limitado de fornecedores, sem estabilidade e preços baixos	
- reciclável	- Em algumas aplicações resistência a corrosão limitada	
- resistente ao envelhecimento	- Baixo módulo de elasticidade	

Atualmente o setor automotivo é o que mais está investindo nas ligas de magnésio, aumentando sucessivamente os acessórios e peças automotivas nos últimos anos. Em parte se deve também a fortes pressões de gestão ambiental e econômica e aos olhos cada vez mais voltados para redução dos custos da indústria e do consumidor, como por exemplo, a demanda por veículos mais leves, o que gera conseqüentemente a diminuição de gastos com gasolina e de emissão de gases.

#### 3.1.8 Classificação e nomenclatura das ligas de magnésio

O sistema de designação das ligas de magnésio comumente adotado é o da ASTM (American Society of Testing of Materials), que utiliza um conjunto de números alfanuméricos, sendo que as primeiras letras indicam os principais elementos de liga encontrados e os números a porcentagem em peso arredondada destes elementos na liga. A terceira parte indica a variação do tipo de liga primeiramente descrito, enquanto a quarta parte indica a condição estrutural e o tratamento recebido.

A Tabela IV corresponde ao conjunto inicial de letras da classificação das ligas de magnésio, cada letra corresponde a um determinado elemento de liga, conforme norma ASTM (American Society for Metals 1990).

Letra	Elemento de liga	Letra	Elemento de liga
А	Alumínio	М	Manganês
В	Bismuto	Ν	Níquel
С	Cobre	Р	Chumbo
D	Cádmio	Q	Prata
Е	Terras raras	R	Cromo
F	Ferro	S	Silício
G	Magnésio	Т	Estanho
Н	Tório	W	Ítrio
K	Zircônio	Y	Antimônio
L	Lítio	Z	Zinco

Tabela IV: Classificação das ligas de magnésio (American Society for Metals 1990)

As ligas com o mesmo teor de elementos de liga majoritários são diferenciadas por letras situadas após o primeiro conjunto de letras e números com relação a uma designação e ordem de registro, seja por grau de pureza, resistência a corrosão e ou outros, mostrado na Tabela V segundo a norma ASTM (American Society for Metals 1990).

Letras	Designação
А	primeira liga registrada na ASTM
В	segunda liga registrada na ASTM
С	terceira liga registrada na ASTM
D	liga de alta pureza
E	liga de alta resistência à corrosão
X1	liga não registrada na ASTM

Tabela V: Classificação das ligas de magnésio (American Society for Metals 1990)

A Tabela VI, indica a condição de tratamento térmico que a liga foi submetida e apresenta a última letra e número correspondente da nomenclatura da liga de magnésio segundo a norma ASTM (American Society for Metals 1990).

Tabela VI: Classificação das ligas de magnésio (American Society for Metals 1990)

Letra	Designação	
F	Não tratado	
0	Recozido	
H10 e H11	Levemente encruado	
H23, H24 e H26	Encruado parcialmente recozido	
T4	Tratamento térmico de solubilização	
T5	Envelhecido artificialmente	
Τ6	Tratamento térmico de solubilização e envelhecimento	
	artificial	
Т8	Tratamento térmico de solubilização, trabalho a frio e	
	envelhecimento artificial.	

Exemplo de uma liga de magnésio com a classificação e nomenclatura conforme norma ASTM (American Society for Metals 1990).

Liga: AZ91 A – T6, onde:

- A Elemento de liga majoritário (alumínio);
- Z Elemento de liga majoritário (zinco);

- 9 Percentual do elemento de liga majoritário alumínio (9% de alumínio);
- 1 Percentual do elemento de liga majoritário zinco (1% de zinco);
- A Primeira liga registrada na ASTM;
- T6 Tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial ;
- O restante do percentual corresponde ao magnésio (90% de magnésio)

#### 3.1.9 Processos de fundição do magnésio

O magnésio pode ser fundido por uma variedade de processos, incluindo fundição sob pressão, fundição em molde permanente, fundição em areia, fundição em cera perdida. O tipo de processo e o método de fabricação utilizado em uma mesma liga interfere nas propriedades finais do fundido, logo é relevante ressaltar a importância do processo utilizado na fusão da liga.

O processo que prevalece na fundição do magnésio é sem duvida o processo de fundição sob alta pressão, também chamado de processo fundição sob pressão. Durante este processo, o molde é apertado por forças hidráulicas, sendo rapidamente preenchido (5 – 100 milisegundos) pelo metal fundido. O metal solidifica com uma elevada taxa de resfriamento (100 - 1000 °C/s) resultando num material de grão fino (Kainer2003).

No processo de fundição sob pressão são usados dois tipos de equipamentos de fundição sob pressão, câmara quente e câmara fria. Na fundição em matriz com câmara quente, é mantido um reservatório de metal líquido no interior de um forno que faz parte do equipamento. O sistema de bombeamento é imerso no metal líquido, o qual é impelido pela bomba para a cavidade do molde. Na fundição em matriz com câmara fria, o metal é fundido em um forno e após, uma concha mecânica transfere o metal líquido até a injetora, onde um pistão é inserido na matriz injetando o metal para dentro da cavidade do molde. Embora estes dois tipos de máquinas sejam normalmente usadas, as máquinas de câmara fria são quase sempre preferidas, pois pode ser usada uma maior pressão de injeção. As máquinas de câmara quente utilizam pressões de 0,2 a 3 kg/mm<sup>2</sup>, enquanto que máquinas de câmara fria utilizam pressões consideravelmente maiores, entre 3 e 11 kg/mm<sup>2</sup>. No entanto para o magnésio ainda é mais indicado o processo de câmara quente, já que o magnésio em contato com o oxigênio oxida facilmente, podendo entrar em combustão.

No processo de fundição sob pressão, durante o preenchimento da matriz, o metal líquido é injetado de forma turbulenta, aumentando as possibilidades de porosidades, diminuindo a ductilidade. Para resolver o problema, o vácuo é uma forma eficiente (para pressões remanescentes em torno de 100mbar). A quantidade de ar é muito reduzida, o gás pode ser reduzido para 3,5 cm<sup>3</sup>/100g comparado com os (10-14) cm<sup>3</sup>/100g no método convencional de fundição sob pressão. O aumento da resistência à fratura e de impacto é relevante. Para o processo a vácuo, a liga AM50 tem resistência de impacto de 36,8 J no processo convencional de 17,7 J (Kainer. and V 2003).

Novas tecnologias de processo estão tornando altamente viável a produção em grande escala de peças de magnésio, entre elas a tixolmodagem. Este processo, ilustrado na Figura 3.1, denominado *Thixomolding* é patenteado pela empresa norte-americana Thixomat e caracteriza-se pela moldagem por injeção de alta velocidade de ligas metálicas que possuem características tixotrópicas, ou seja, materiais que se tornam mais líquidos quando submetidos à agitação ou centrifugação. Por apresentarem características tixotrópicas, as ligas de magnésio podem facilmente ser moldadas com o processo de tixofundição. O funcionamento da máquina de tixomoldagem é muito similar ao de uma máquina de moldagem por injeção de plásticos, com a diferença de que a alimentação no canhão é feita com ligas de metal fragmentado, em vez de granulado de plástico (Husky 2004).



Figura 3.1: Processo de Thixomoldagem (Kainer 2003).

Já a injeção vertical, ilustrada na Figura 3.2 é um processo similar a injeção sob pressão, porém com uma diferença na velocidade de injeção do metal líquido, tendo uma velocidade de injeção de 0,5 m/s dos 30 m/s do processo convencional de fundição sob pressão. O que diminui a intensidade de absorção do ar e da turbulência reduzindo a porosidade da liga. As pressões usuais ficam entre 70 e 100 MPa podendo chegar a mais de 300 MPa.

Injeção vertical é um processo no qual produz peças com baixa porosidade, soldabilidade e com a minimização de defeitos microestruturais (Kainer. and V 2003).



Figura 3.2: Processo de injeção vertical (Kainer 2003)

## Composição química

O emprego de peças fundidas sob pressão na manufatura de automóveis aumentou nos últimos anos. Este crescimento está relacionado com o desenvolvimento e a introdução no mercado de ligas de alta pureza, como é o caso da primeira liga de alta pureza introduzida no mercado (AZ91D), utilizada em alta escala até os dias de hoje. A liga AZ91D tem baixas porcentagens de contaminação por ferro, níquel e cobre visando controlar e evitar a corrosão. O gráfico da Figura 3.3 mostra o quanto é nocivo estes elementos residuais no aumento da taxa de corrosão.



Figura 3.3: Elementos nocivos a corrosão do magnésio (Kainer. and V 2003).

Sabe-se que o teor crítico de ferro depende do teor de manganês, embora a sua importância e os valores exatos ainda estejam sendo discutidos. Na norma ASTM B94 e

EN1753, para o comportamento à corrosão da liga AZ91 fundida sob pressão, a velocidade de corrosão aumenta de forma abrupta, quando a proporção ferro/manganês está acima de 0,003.

#### 3.1.10 Elementos de liga

Dentre os elementos de ligas utilizados nas ligas de magnésio, os mais comuns são o alumínio, zircônio, zinco, manganês, terras raras, prata e tório. Estes são adicionados ao magnésio a fim de se obter ligas com melhores características mecânicas para uso estrutural.

As ligas de magnésio são passíveis de endurecimento por solução sólida, encruamento, refino de grão e precipitação (Brooks 1982).

Algumas ligas de magnésio com elementos de liga específicos, quando submetida a um tratamento térmico, tendem a um aumento da resistência mecânica e da dureza. Outros tipos de ligas, elementos de liga específicos são usados para aumentar a resistência mecânica do magnésio quando submetidas a trabalho a frio.

A maioria das ligas comerciais são estáveis em temperatura ambiente e apresentam boa combinação de propriedades mecânicas, resistência a corrosão e fundibilidade. No entanto, em temperaturas elevadas acima de 120 °C apresentam baixa resistência a fluência e diminuem a resistência mecânica, logo esta ligas não são indicadas para as aplicações em que a peça aqueça acima de 120 °C em serviço (Zhang, Couture et al. 1998). Elementos de liga tais como terras raras, tório e ítrio conferem às ligas de magnésio melhor resistência em temperaturas acima de 120 °C (Rokhlin 2003).

O alumínio é o principal elemento de liga adicionado às ligas de magnésio, aumentando a fluidez da liga, a resistência mecânica em temperatura ambiente e a ductilidade. As ligas comerciais de magnésio contêm quantidades que variam entre 2 a 11% de alumínio (Sakkinen 1994).

O berílio está presente em percentuais menores iguais a 10 ppm, não altera as propriedades mecânicas, mas reduz a oxidação das ligas(Sakkinen 1994).

O cálcio reage com o alumínio e forma a fase  $Al_2Ca$ . Esta fase é desejada nas ligas para aplicações em altas temperaturas, pois tem alto ponto de fusão (Sakkinen 1994).

O manganês adicionado a liga de magnésio é benéfico contra a corrosão (Sakkinen 1994), tem afinidade com o ferro que é altamente nocivo a liga de magnésio com relação as taxas de corrosão.

As terras raras são adições feitas através de quatro elementos de liga o Cério (Ce), o Lantânio (La), o Neodímeo (Nd) e o Praseodímeo (Pr), chamados de *misch metal*, melhoram as condições de resistência mecânica a temperaturas elevadas. Não apresenta problemas com microporosidades e trincas de solidificação, provavelmente por ter um pequeno intervalo de solidificação destas ligas (Lu, Wang et al. 1999; Wang, Wang et al. 2003).

O zinco é adicionado para melhorar a resistência à temperatura ambiente por meio do endurecimento em solução sólida, eleva a fluidez da liga e em alto níveis de zinco, acima de 2 %, pode causar fratura a quente (Sakkinen 1994).

O silício aumenta a resistência à fluência pela formação da fase Mg<sub>2</sub>Si (Sakkinen 1994).

## Propriedades mecânicas do magnésio

A estrutura cristalográfica do magnésio puro é a hexagonal compacta. Em aplicação de engenharia, é comum o uso de ligas para conferir um aumento da resistência mecânica, quando a liga é exigida mecanicamente em temperatura ambiente a mesma apresenta pequena deformação até a fratura, sendo esta uma característica típica de ligas frágeis. Quanto a metalurgia física, as ligas de magnésio apresentam uma tendência favorável ao empacotamento com outros átomos favorecendo a formação de soluções sólidas, já que o diâmetro atômico do magnésio é da ordem de 0,320 µm, tornado diversos átomos favoráveis ao empacotamento (Brooks 1982).

Uma das propriedades que mais atrai o uso do magnésio é a sua baixa densidade, sendo possível construir estruturas mais leves com as mesmas características mecânicas de materiais estruturais já em uso em grande escala, com é o caso do alumínio.

As ligas de magnésio possuem uma condução térmica, difusividade e uma condutividade elétrica relativamente alta, importante quando o aterramento é requerido, bem como não são ferromagnéticas, sendo ideal para a utilização em peças que requerem um bloqueio contra as ondas eletromagnéticas (Brooks 1982).

Os produtos feitos com as ligas de magnésio possuem propriedades mecânicas e ductilidade variada. Isso se deve aos diferentes elementos de liga bem como o fato de muitas das ligas serem tratadas termicamente. Outros fatores que influenciam as propriedades mecânicas se devem essencialmente aos parâmetros adotados durante o processo, tais como; temperatura, velocidade e taxa de deformação entre outros inerentes desde o processo de fusão até o destino final da peça.

Esta grande influência nas propriedades se deve a orientação estrutural do material, devido a essa orientação preferencial da rede cristalina, as ligas de magnésio podem apresentar diferentes respostas a ensaios mecânicos realizados, pois a orientação de ensaio em relação a estrutura do produto é de grande importância (Brooks 1982).

O valor do módulo de elasticidade (E) do magnésio e suas ligas é de 45GPa a temperatura ambiente, enquanto o módulo de cisalhamento (G) é de 16,5 GPa, com um coeficiente de Poisson de 0,35.

O magnésio possui dureza suficiente para algumas aplicações estruturais, exceto aquelas que envolvam abrasão severa. Embora haja uma grande variação de dureza entre as ligas de magnésio, a sua resistência à abrasão varia apenas de 15% a 20%.

Outra característica interessante nas ligas de magnésio é sua excelente capacidade de amortecimento comparada a outros metais. A capacidade de amortecimento pode ser uma propriedade interessante na seleção de matérias para indústria aeronáutica como também para peças de equipamentos eletrônicos. Alto amortecimento não somente reduz as vibrações causadas pela deformação plástica, mas reduzirá vibrações causadas pela deformação elástica, o que pode causar ruído (Brooks 1982).

#### 3.1.11 Fluência da liga

Uma maneira mais eficiente de resolver o problema de fluência das ligas de magnésio é adicionar elementos de ligas terras raras, como por exemplo a liga AE42, com 4% de alumínio e 2% de terras raras(Sakkinen 1994).

O alumínio é altamente reativo com terras raras e prontamente forma a fase  $Al_{11}RE_3$ de alto ponto de fusão no contorno de grão. Além disso, a adição de terras raras diminui a quantidade de alumínio disponível para formar o eutético Mg-Al (solução sólida supersaturada em alumínio) e a fase  $\beta$  Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>, melhorando conseqüentemente a resistência à fluência. Porém, a partir de 150°C, a decomposição da fase Al<sub>11</sub>RE<sub>3</sub> em Al<sub>2</sub>RE deixa parte de alumínio disponível para o aparecimento da fase  $\beta$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) indesejada, que contribui com o decréscimo da fluência da liga (Bronfin, Katsir et al. 2001; Moreno 2003).

$$Al_{11}RE_3 \rightarrow 3 Al_2RE + 5Al$$

Esta instabilidade a partir de 150°C ocorre pela adição de terras raras na forma de *"mischmetal"*, que é uma mistura de Cério, Lantânio, Neodímio e Praseodímio. Os elementos
de terras raras são também capazes de aumentar a fluidez da liga, assim como o alumínio, porém, somente a partir de 3% (Lu, Wang et al. 1999; Anyanwu, Gokan et al. 2004).

Algumas pesquisas têm mostrado que a adição somente do elemento lantânio ao invés do "mischmetal" às ligas de magnésio que contêm alumínio, melhora a resistência à fluência, por não apresentar a instabilidade térmica da fase Al<sub>11</sub>RE<sub>3</sub> e por formar a fase Al<sub>11</sub>La<sub>3</sub>, termicamente estável. Esta última fase dificulta o escorregamento entre dois grãos adjacentes(Anyanwu, Gokan et al. 2004). O Emprego do cálcio a estas ligas forma, nos contornos de grãos, a fase Al<sub>2</sub>Ca, também termicamente estável, contribuindo na melhora da resistência à fluência (Zhang, Couture et al. 1998; Anyanwu, Gokan et al. 2004).

#### 3.1.12 Fadiga e resistência a fratura

Nos aços se verifica um limite o qual abaixo deste não ocorre fratura por fadiga, já nos materiais não ferrosos a curva continua decaindo até o regime de autos ciclos. Por isso, sua resistência a fadiga é mais facilmente medida pela força que leva a fratura em um específico número de ciclos (limite de fadiga). Entretanto as curvas para as ligas de magnésio tendem a um nível de menor número de ciclos do que para ligas de alumínio (Brooks 1982).

Como em outras ligas, a resistência à fadiga sob cargas oscilantes das ligas de magnésio depende do limite de resistência a tração. Entretanto a razão entre a resistência à fadiga e limite de resistência não é o mesmo definido para as ligas de magnésio do que para o aço, devido em parte ao efeito dos mecanismos de reforço a resistência a fadiga como a existência de soluções sólidas, trabalho a frio e presença de precipitados que atuam nas ligas de magnésio.

O mecanismo de iniciação de trincas de fadiga em ligas de magnésio é relacionado a escorregamento na orientação preferencial dos grãos e a freqüente existência de micro poros. No caso de magnésio puro, a orientação da trinca é mais fortemente influenciada pelo deslizamento no contorno de grão. O estágio inicial para o crescimento da trinca de fadiga usualmente ocorre por semiclivagem, possui características de clivagem, mas não pode ser dito como tal (Brooks 1982). Já os mecanismos de crescimento de trinca podem ser: frágil ou dúctil; transgranular ou intergranular, dependendo da estrutura metalográfica e influência do ambiente.

No caso de fadiga de alto ciclo, a resistência do material é muito influenciada pela condições de superfície. Pequenos poros superficiais, rugosidade elevada, marcas agudas, corrosão são fatores muito mais importantes para a redução da vida em fadiga do que a composição química ou tratamento térmico (Brooks 1982). Os produtos usinados possuem um

acabamento superficial mais refinado e conseqüentemente, uma maior vida em fadiga. Trabalho a frio superficial (laminação, forjamento) cria uma deformação plástica superficial, gerando assim uma força compressiva residual que aumenta a vida em fadiga.

# 3.1.13 Corrosão

A dissolução do magnésio em eletrólitos ocorre de forma anódica na oxidação do magnésio e de forma catódica na redução do hidrogênio. A redução catódica ocorre preferencialmente em regiões com potencial nobre como em impurezas de Fe, Ni e Cu. Quanto mais impurezas, maior a evolução do hidrogênio e conseqüentemente, da corrosão do magnésio (Kurze 2003).

As ligas de magnésio de alta pureza especificadas em norma ASTM B93, ASTM B94, oferecem uma resistência a corrosão 90% melhor que as ligas antigas. As composições químicas das ligas de magnésio em alta pureza estão citadas nas Tabelas VII e VIII.

Ligas	%Al	%Mn	%Zn	%Si (máx)	%Cu (máx)	%Ni (máx)	%Fe (máx)	% Terras raras	% Resta nte outros
AZ91D <sup>(1)</sup>	8.5-9.5	0.17-0.40	0.45-0.9	0.05	0.025	0.001	0.004		0.01
AM60B (1)	5.6-6.4	0.26-0.50	0.20	0.05	0.008	0.001	0.004		0.01
AM50A (1)	4.5-5.3	0.28-0.50	0.20	0.05	0.008	0.001	0.004		0.01
AM20 <sup>(2)</sup>	1.7-2.5	Min0.2	Max0.2	0.05	0.008	0.001	0.004		0.01
AS41B (1)	3.7-4.8	0.35-0.6	0.10	0.6-1.4	0.015	0.001	0.0035		0.01
AS21 (2)	1.9-2.5	(mín)0.2	0.15-0.25	0.7-1.2	0.008	0.001	0.004		0.01
AE42 (2)	3.6-4.4	(mín)0.1	(máx) 0.2		0.04	0.001	0.004	2.0-3.0	0.01

Tabela VII – Composição química das ligas de magnésio em alta pureza ((Kurze 2003)

ASTM B93-94a<sup>(1)</sup> e especificações da Hydro Magnesium<sup>(2)</sup>

No gráfico da Figura 3.4, está representado em forma de coluna o percentual de corrosão em névoa salina de acordo com a norma DIN 50021 SS, correlacionando as ligas de magnésio de alta pureza (AZ91HP, AM60HP, AM50HP, AM20HP), liga de alumínio (AlSi9Cu) e a liga de magnésio AZ91 comum, mostrando a eficácia e importância das ligas de magnésio de alta pureza.(Kurze 2003).

Ligas	%Al	%Mn	%Zn	%Si (máx)	%Cu (máx)	%Ni (máx)	%Fe (máx)	% Terras raras	% Restant e outros
AZ91D (1)	8.3- 9.7	0.15-0.5	0.35-1.0	0.1	0.03	0.002	0.005		0.02
AM60B (1)	555. 5-6.5	0.24-0.6	0.22	0.10	0.010	0.002	0.005		0.02
AM50A (1)	4.4- 5.4	0.35-0.7	0.12	0.50-1.5	0.02	0.002	0.0035		0.02
AS41B (1)	3.5- 5.0	0.35-0.7	0.12	0.50-1.5	0.02	0.002	0.0035		0.02

Tabela VIII: Composição química das ligas de magnésio em alta pureza (Kurze 2003).

ASTM B94-94<sup>(1)</sup>



Figura 3.4: Teste de corrosão em ligas de Magnésio com alta pureza (Kurze 2003).

O magnésio é um elemento altamente ativo (possui um forte caráter eletronegativo, e é facilmente oxidado. Há também a formação de uma camada passivadora (MgO) como é o caso de chapas quando em contato com o ar. Entretanto o contato com meios aquosos desestabiliza, esse filme, o que gera a formação de uma película de  $Mg(OH)_2$  que não oferece proteção ao material (Brooks 1982), acontecendo a seguinte reação química:

$$Mg+2(OH)_2 \rightarrow Mg(OH)_2 + 2e^-$$
$$2H_2O+2e^- \rightarrow 2OH^- + H_2$$

Esta camada não é estável em pH < 10, isto porque ocorrem tensões de compressões altas que geram trincas deixando o magnésio exposto iniciando a corrosão. A liberação de hidrogênio causa uma separação adicional da camada passiva  $Mg(OH)_2$ . A camada passiva é estável em pH > 10,5 (Kurze 2003).

Em soluções aquosas que contenha cloretos, sulfetos e íons carbonatos (exceto íon fluoretos), a camada passiva  $Mg(OH)_2$ é destruída (Kurze 2003). O magnésio desprotegido está freqüentemente exposto a este tipo de corrosão, em meios como gases de exaustão, chuva ácida, sais, etc.

Tipicamente superfícies livres de ligas de magnésio a temperatura ambiente em meio atmosférico, livre de nevoa salina, há a formação de um filme cinza que atua como barreira, dando uma boa proteção à corrosão. Cloretos e sulfetos que se formam na superfície tendem a impedir a formação do filme de óxido protetor e podem promover a corrosão por pit.

Cetonas, Ésteres, hidrocarbonetos (alifáticos e aromáticos) e álcoois não atacam o magnésio e suas ligas, sendo que apenas se deve ter cuidado quando há contato com meios que contenham etanol e metanol (Brooks 1982).

Um grave problema que ocorre com o magnésio é sua alta susceptibilidade a corrosão Galvânica, já que ele é o mais anódico de todos os materiais estruturais. Especialmente em ligas de magnésio, impurezas do tipo ferro, níquel e metais pesados são altamente indesejados diminuindo muito a resistência à corrosão do produto (Brooks 1982).

# Reciclagem

A utilização do magnésio na indústria automotiva tem registrado uma taxa de crescimento significativo, que se aproxima de 20% ao ano (Wardlow, S.Thistlethwaite et al. 1999). Os avanços tecnológicos necessários para o desempenho das ligas, realizados na década de 80, e a tendência à diminuição do peso dos veículos e do consumo de combustível, levaram a uma sinergia industrial, principalmente no setor automobilístico. Nos próximos dez anos, acredita-se que o emprego do magnésio será ainda maior.

A reciclagem do refugo de magnésio utilizado na fundição sob pressão é um elemento-chave na determinação da competitividade dos custos e, conseqüentemente, na utilização deste material em aplicações automotivas. Além disso, como o magnésio passou a ser indicado para um número crescente de aplicações. A reciclagem dos componentes de

segunda geração, proveniente da recuperação dos veículos, provavelmente terá um papel importante no suprimento de magnésio a longo prazo.

Os lingotes de ligas recicladas precisam alcançar os mesmos critérios severos de qualidade do metal primário, com relação a composição química e ao conteúdo de óxidos. Enquanto que os óxidos e certos elementos de impurezas podem ser removidos durante a reciclagem do refugo da fundição sob pressão, elementos como o níquel e o cobre não são eliminados. Se presentes em quantidades excessivas, estes elementos podem ter um impacto prejudicial no desempenho da liga, particularmente na resistência a corrosão.

# Solidificação

A solidificação pode ser entendida de forma geral como um processo de transformação de fase líquido/sólido, onde as condições operacionais com temperatura de vazamento (Tv), condições de extração de calor do metal líquido entre o molde e o ambiente, mais as peculiaridades do metal puro e ou liga metálica, estão correlacionadas diretamente com todos os parâmetros de solidificação, tais como: taxa de solidificação, gradientes térmicos, velocidade de deslocamento da frente de solidificação e influenciam no tamanho de grão, macro e microestrutura bruta de solidificação, espaçamentos dendríticos, a forma e distribuição de porosidades, os segregados e outras fases.

A macroestrutura de solidificação de peças fundidas ou lingotes pode apresentar-se na forma de grãos completamente colunares ou totalmente equiaxiais, dependendo da composição química da liga e das condições de solidificação.

Em relação a microestrutura, na condição de crescimento equiaxial a interface sólido líquido é morfologicamente instável, determinando um crescimento de grãos dendríticos, enquanto que no crescimento colunar, as condições do sistema podem conduzir a um crescimento planar, celular ou dendrítico (Kurz, Bezencon et al. 2001).

Após a nucleação e crescimento da zona coquilhada, com grãos randomicamente orientados na parede do molde, ocorre um decaimento do gradiente térmico, entre o metal líquido e o metal já solidificado, induzido pelo calor que flui do líquido superaquecido. Assim, os grãos ou cristais melhor orientados nesta direção continuam a crescer, formando a zona colunar. O tamanho desta zona é influenciado pela temperatura de vazamento, teor de soluto da liga e temperatura do molde (Garcia 2001).



Figura 3.5: Simulação do crescimento dendrítico colunar na solidificação unidirecional. Adaptado (Folle 2005).

A forte orientação dos grãos colunares, favorecida pelo gradiente térmico do líquido, induz um crescimento acelerado também nos braços dendríticos terciários ( $\lambda_3$ ), de tal forma que, estes podem se desenvolver na forma de primários, conforme esquematizado na Figura 3.5. Também se observa um aumento dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) e terciários ( $\lambda_3$ ) ao longo da ramificação primária ( $\lambda_1$ ), tal fato é associado ao decaimento da taxa de resfriamento na medida do tempo (Folle 2005).

Atualmente o controle da estrutura bruta de fusão é um dos fatores mais importantes nas indústrias modernas, já que viabiliza diminuição dos custos em tratamentos térmicos de homogeneização e refino de grão. Neste contexo a segregação é importante e pode ser entendida como qualquer diferença de concentração produzida em relação a uma distribuição uniforme de elementos químicos (Garcia 2001). Ela tanto pode ocorrer em ligas ou em um componente impuro como resultado da rejeição do soluto na fronteira sólido/líquido. Como na grande maioria das ligas de interesse prático a interface de solidificação é dendrítica, o movimento de soluto rejeitado através da rede dendrítica formada torna bastante complexa a análise da segregação. Nesse sentido, pode-se distinguir entre dois tipos principais de análise, que são a micro e a macrosegregação. A microsegregação refere-se à segregação de curto alcance normalmente produzida entre os braços dendríticos primários, secundários e terceários e, a macrosegregação refere-se a segregação de longo alcance, normalmente produzida a frente da ramificação primária e ao longo do lingote.

A formação de poros durante a solidificação, o cálculo de contração, a morfologia homogênea da microestrutura, o controle da macroestrutura e, finalmente, toda a cinética

No aspecto experimental, a técnica da solidificação unidirecional tem sido bastante utilizada em estudos de caracterização de aspectos da macroestrutura, da microestrutura e de análise da segregação de soluto. Estes estudos podem ser divididos em duas categorias; aqueles que tratam da solidificação em condições estacionárias de fluxo de calor e os que abordam a solidificação em regime transitório. Na primeira situação, o gradiente de temperatura, (G), e a velocidade de crescimento, (V), são controlados independentemente e mantidos constantes ao longo do experimento, como nos experimentos com a técnica Bridgman/Stockbarger (Garcia 2001).

Entretanto, a análise da solidificação em condições transitórias de fluxo de calor é de fundamental importância, uma vez que esta classe de fluxo de calor inclui a maioria dos processos industriais que envolvem a solidificação. Nesta condição, tanto o gradiente de temperatura quanto a velocidade de crescimento variam livremente com o tempo e com a posição da frente de solidificação.

# 3.1.14 Microestrutura dendrítica

A solidificação dos metais sob taxas de resfriamento convencionais (~ $10^2$  K/s), ocorre sempre sob a forma cristalina, onde o início é dado pela formação de pequenos cristais em todos os pontos do fundido que atingiram a temperatura de solidificação. Estes pequenos cristais, também chamados núcleos ou centros de cristalização devem crescer no seio do metal através da solidificação de novas partículas sobre eles, efetuando-se a deposição segundo direções preferenciais, denominadas eixos de cristalização. Em quase todos os metais, estes eixos são em número de três, ortogonais entre si. Cada eixo cresce em direção ao metal líquido, e após um certo desenvolvimento passa a emitir outros eixos (ortogonais) e assim por diante até que toda a massa líquida se torne sólida. Ao conjunto formado por cada eixo principal ( $\lambda_1$ ) e seus eixos secundários ( $\lambda_2$ ) (ou terciários) dá-se o nome de dendrita, conforme mostra a Figura 3.6. O termo dendrita é de origem grega onde *dendron* significa árvore, devido a semelhança com a ramificação das árvores.



Figura 3.6: Forma tridimensional da Dendritas (Garcia 2001).

O crescimento da dendrita é limitado pelo encontro de seus eixos com os das dendritas vizinhas e, terminada a solidificação cada dendrita constitui um pequeno cristal de contornos irregulares. Desta forma pode-se afirmar que a dendrita é um grão primário em formação.

Um modo conveniente e muito utilizado na determinação dos efeitos das condições de solidificação, e conseqüentemente das variáveis térmicas, sobre a microestrutura formada consiste na medida de espaçamentos celulares ou dendríticos, ou seja, a distância entre células  $(\lambda_c)$  ou braços dendríticos primários  $(\lambda_1)$ , secundários  $(\lambda_2)$  ou de maior ordem.

É fato conhecido que os espaçamentos interdendríticos exercem uma influência significativa sobre as propriedades mecânicas de ligas em seu estado bruto de solidificação, já que espaçamentos menores permitem que a microestrutura seja caracterizada por uma distribuição mais uniforme da segregação microscópica que existe entre as ramificações celulares ou dendríticas, o que favorece o comportamento mecânico. Além disso, para remover as diferenças de concentração provocadas por essa segregação de soluto, é prática comum a prescrição de tratamentos térmicos.

Como o tempo exigido para a homogeneização diminui com o decréscimo dos espaçamentos, as condições de resfriamento que venham a favorecer a obtenção de materiais com espaçamentos menores são as mais interessantes. Nesse sentido, a determinação correta dos parâmetros que controlam esses espaçamentos durante a solidificação é fundamental.

### 3.1.15 Solidificação unidirecional vertical ascendente

Na solidificação unidirecional vertical ascendente, o metal é fundido dentro de um dispositivo (cadinho) até que a temperatura do metal fundido atinge um determinado percentual acima da temperatura de fusão.

A solidificação se inicial pelo acionamento do fluído de refrigeração na parte inferior do molde. Nestas condições, a solidificação se processa na forma vertical e de baixo para cima, forçando a frente de solidificação nesta direção.

Uma série de termopares é inserida dentro do banho metálico em diferentes posições e alturas pré-fixadas a partir da base refrigerada, permitindo o registro da evolução térmica durante todo o processo.

Estes dados são armazenados na memória de um computador e utilizados posteriormente para o levantamento das variáveis térmicas de solidificação tais como; (coeficiente transitório de transferência de calor entre o metal e a refrigeração, velocidades das isotermas, temperatura de fusão se metal puro, ou temperaturas *solidus* e *liquidus* se for o caso de uma liga, gradientes térmicos e taxas de resfriamento).

Neste dispositivo a solidificação evolui em sentido contrário ao da ação da gravidade e, conseqüentemente, o peso próprio do lingote atua favorecendo o contato térmico com a base refrigerada (Garcia 2005).



Figura 3.7: Solidificação unidirecional ascendente (Garcia 2005).

#### Propriedades mecânicas versus estrutura bruta de solidificação

Embora os aspectos metalúrgicos e mecânicos dos fatores que controlam a microestrutura e que são determinantes na resistência mecânica e ductilidade de ligas metálicas em seu estado bruto de solidificação sejam de análise complexa, sabe-se que as variáveis de solidificação são fatores de extrema influência.

As ligas apresentam, dentro dos grãos cristalinos individuais, uma rede dendrítica com teor de soluto que varia continuamente, uma complexa dispersão de segundas fases, porosidade e inclusões. Além destes obstáculos ao escorregamento durante a aplicação de esforços mecânicos, existem os contornos dos grãos como fatores adicionais.

Sabe-se que, à medida que o tamanho de grão diminui, há uma tendência de aumento da resistência mecânica. Neste particular, pode-se citar a conhecida equação de Hall-Petch, a qual estabelece uma relação entre o limite de escoamento do material e o tamanho médio do grão [Osório 2003], dado pela expressão:

$$\sigma_e = \sigma_o + k \times d^{-\frac{1}{2}} \tag{1}$$

onde k é a constante que representa uma medida da extensão do empilhamento de discordâncias, d o diâmetro do grão e  $\sigma_o$  é a tensão associada ao início do escoamento. Essa equação não é valida para materiais policristalinos que possuem grãos muito grandes ou muito pequenos.

Para metais fundidos, entretanto, nem sempre a resistência aumenta com a diminuição do tamanho de grão. A resistência irá aumentar com a redução do tamanho de grão apenas se a produção de grãos pequenos não aumentar a quantia de microporosidade, a porcentagem do volume da segunda fase ou o espaçamento dendrítico.

Inúmeros estudos têm sido realizados na busca da relação entre microestrutura, em particularmente ao espaçamento dendrítico com as propriedades mecânicas. A literatura aponta também o efeito do espaçamento dendrítico como fator de influência, indicando que o grau de refino dos espaçamentos dendríticos possa ser até mais significativo sobre as propriedades mecânicas do que o próprio tamanho de grão (Quaresma 2000; Garcia 2005).

Expressões que relacionem propriedades mecânicas com parâmetros da microestrutura são úteis para se buscar uma forma de programação da microestrutura através da fixação prévia das condições de solidificação em função de um determinado nível de resistência mecânica que se pretenda alcançar (Quaresma 2000). Então correlacionar o limite de escoamento ( $\sigma_e$ ), limite de resistência à tração ( $\sigma_u$ ) e parâmetros da ductilidade, como o alongamento específico ( $\delta$ ), com espaçamentos dendríticos e variáveis de solidificação seria muito útil na pré-programação de operações de fundição.

Correlações entre propriedades mecânicas e condições de solidificação também foram obtidas (Osorio 2002) . Expressões têm sido desenvolvidas permitindo a correlação entre a limite de resistência à tração e limite de elasticidade, espaçamento dendrítico secundário e variáveis do processo de solidificação.

# 4.0 MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho está dividido em duas fases:

Fase I – Necessidade de um sistema operacional para um levantamento completo das características metal-mecânica da liga de magnésio. Daí a necessidade de um estudo e montagem de todo o aparato experimental para análise do projeto.

Fase II – Com o aparato experimental montado e testado, iniciou-se o estudo direcionado da liga e as influências dos parâmetros de solidificação nas condições metal-mecânicas.

Fase I

### 4.1.1 Aparato de solidificação unidirecional vertical ascendente

O aparato de solidificação unidirecional vertical ascendente projetado pelo Laboratório de Fundição (UFRGS) foi desenvolvido focando os desafios de fusão das ligas de magnésio, principalmente a sua alta reatividade com a atmosfera, em especial ao oxigênio que reage prontamente com magnésio, entrando em combustão. O objetivo do aparato de solidificação foi isolar a liga da atmosfera não permitindo a entrada de oxigênio para o banho líquido, como também forçar a solidificação unidirecional de baixo para cima forçando a frente de solidificação nesta direção de crescimento. O aparato de solidificação desenvolvido para solidificação unidirecional, está representado pela Figura 4.1.

Onde:

- 1. Forno de solidificação unidirecional;
- 2. Gases utilizados para atmosfera protetora do banho metálico;
- 3. Placa de aquisição de dados;
- 4. Aquisição de temperatura auxiliar;
- 5. Termopares;
- 6. Dispositivo para inserção dos termopares e agitador mecânico;
- 7. Entrada de gás;
- 8. Agitador mecânico;
- 9. Computador;
- 10. Controlador de temperatura do forno.



Figura 4.1: Aparato experimental de solidificação

A realização da solidificação unidirecional na liga de magnésio sugerida tem como objetivo buscar uma melhor compreensão sobre as influências das variáveis térmicas do processo de solidificação na formação de microestruturas e conseqüentemente, nas propriedades mecânicas.

Para elaboração procedimento experimental foi realizada uma revisão bibliográfica sobre fusão das ligas de magnésio e uma metodologia cuidadosamente discutida conforme segue:

Para atingir o objetivo as amostras do lingote solidificado devem possuir diâmetro suficiente para obtenção de corpos de prova (tamanho reduzido) para os ensaios de tração e ainda extração de duas fatias longitudinais, uma para macrografia e outra para micrografia;

A partir do diâmetro do lingote, dimensionar o cadinho e o forno;

A tampa do forno deve possuir entrada para gases utilizados na criação de atmosfera protetora para evitar a queima do metal líquido. Magnésio reage rapidamente, com liberação de calor, em contato com o ar ou água, motivo pelo qual deve ser manipulado com precaução; Montagem do sistema de placa de aquisição de dados;

- Montagem e local de inserção dos termopares no banho metálico de magnésio;
- Montagem do sistema de gases utilizados na atmosfera protetora para a fusão do magnésio;
- Confecção da base do cadinho;
- Sistema de refrigeração (base refrigerada), visando a solidificação unidirecional;

### 4.1.2 Cálculos para o diâmetro do cadinho

Para calcular o diâmetro mínimo do cadinho foi levado em consideração as dimensões de corpos de provas (cp's) em tamanho reduzido, segundo a norma técnica ASTM B 557 -02a "Standard Test Methods of Tension Wrought and Cast Aluminium and Magnesium Alloys Products". O corpo de prova mormalizado tem as dimensões indicadas na Figura 4.2. Para os ensaios de tração foi estipulado 4 cp's representativos por altura analisada do lingote. Nas amostras para análise estrutural foi necessária duas fatia longitudinais do lingote, uma para macro e outra para micro, assim foi dimensionada a medida mínima do diâmetro do lingote para fusão em magnésio, ilustrada na Figura 4.4, não esquecendo que na usinagem e corte perde-se alguns milímetros de material que deve ser adicionado como um fator de correção nos cálculos e medidas.



Figura 4.2: Dimensões do corpo de prova extraído para ensaio mecânico (ASTM B557-02a).



Figura 4.3: Representação de um corte transversal do lingote magnésio.

A Figura 4.3 representa as dimensões em milímetros [mm] estipuladas para o cálculo do diâmetro mínimo do cadinho, onde está representado as duas regiões para extração dos corpos de prova (cp's), sendo extraído dois corpos de prova por cada região somando 4 corpos de provas por unidade, para aumentar a confiabilidade do resultado. A área hachurada ao lado dos termopares, representa a seção que será retirada para análise microestrutural. Assim, o diâmetro mínimo estimado do lingote e conseqüentemente o diâmetro interno do cadinho foi calculado como 114 milímetros.

No cálculo da altura mínima do lingote levou-se em consideração que a fusão deveria ocorrer sem contato com a atmosfera externa num forno totalmente fechado. A altura do cadinho foi estimada aproximadamente 2 vezes mais do que a carga líquida ocuparia, já que a carga sólida picotada em pedaços não consegue ocupar todos os espaços do cadinho. Foi dimensionado com 250 milímetros de altura e um ângulo de saída do lingote metálico, representado na Figura 4.4, já que após a solidificação da liga de magnésio é necessário um ângulo de saída para retirada do lingote metálico solidificado.



Figura 4.4: Dimensões do cadinho

O diâmetro interno do cadinho foi calculado com 114 milímetros na base e com 118 milímetros no topo ficando um pequeno ângulo para extração do lingote solidificado.

# 4.1.3 Cadinho

O magnésio fundido reage violentamente com alguns refratários, sendo fundido em cadinhos de aço. Portanto precauções especiais devem ser tomadas para evitar o enriquecimento de ferro no banho, já que a susceptibilidade à corrosão da superfície aumenta significativamente com aumento de teores de ferro (Kainer. and V 2003).

Seguindo as recomendações da literatura, a composição do cadinho foi feita em aço de baixo carbono SAE 1020. Devido ao *lay-out* do experimento, o cadinho foi confeccionado na forma cilíndrica e com abertura nas extremidades. A abertura interna menor está situada na parte inferior e a maior na superior, oferecendo uma conicidade e um ângulo de saída do lingote metálico fundido e solidificado dentro do cadinho. O conjunto cadinho e base refrigerada é mostrado na Figura 4.5. Na parte superior do cadinho esta soldado um anel de ferro fundido que fica apoiado sobre o forno ilustrado na Figura 4.7 (b) e a base refrigerada e o cadinho podem ser desconectados e limpos.



Figura 4.5: Conjunto cadinho e base do sistema de resfriamento.

# 4.1.4 Base do sistema de resfriamento

A base do sistema de resfriamento foi projetada para encaixar perfeitamente no cadinho e evitar o vazamento do banho metálico. Para isto na parte superior da base foi feita uma reentrância de profundidade de aproximadamente 10 milímetros por onde o cadinho é encaixado na base refrigerada, já na parte inferior foi projetado um sistema tipo serpentina de cobre em forma de espiral com diâmetro de 7 milímetros por onde circula água fria.

O material para confecção da base refrigerada foi o mesmo do cadinho, o aço SAE 1020. A Figura 4.6 mostra uma foto do sistema de resfriamento inicialmente projetado.



Figura 4.6: Base do cadinho com sistema de refrigeração.

Na Figura 4.6, em (a) tem-se um foto da vista em topo da base refrigerada mostrando a reentrância para encaixe do cadinho, em (b) tem-se o desenho representativo da serpentina situada na parte inferior da base refrigerada, e (c) mostra as conexões de entrada e saída de água.

#### 4.1.5 **Preparação da carga**

A matéria prima para fusão está na forma de lingotes em barras de aproximadamente 1 metro de comprimento. Na preparação da carga a ser colocada dentro do cadinho para a fusão os lingotes foram cortados em forma de cubos, pequenos pedaços de aproximadamente uma polegada para facilitar a fusão e pela acomodação de mais material no interior do cadinho.

Nos cortes do lingote foi utilizada uma serra elétrica para os cortes iniciais, e a cutt-off para os cortes menores.

#### 4.1.6 Cálculo de potência para o forno

Para o cálculo da potência do forno utilizou-se as propriedades físicas do magnésio puro. A quantidade de calor necessária para aquecer a carga segue a Equação 13

$$Q = m \cdot cp \cdot \Delta T \tag{13}$$

Onde:

- Massa de magnésio a ser aquecida  $\rightarrow$  m = 5 kg (valor estimado considerando que o cadinho fosse completamente preenchido com o metal líquido)
- Calor específico do magnésio puro  $\rightarrow$  cp = 0,243 kcal/kg.°C
- Aquecimento variação de temperatura  $\rightarrow \Delta T = 650^{\circ}C$

$$Q = 5 kg \cdot 0.243 \frac{kcal}{kg \cdot {}^{\circ}C} \cdot 650^{\circ}C$$

$$Q = 789.75 kcal$$
(14)

São necessários 789,75 kcal para elevar 5 kg de magnésio até 650°C. O tempo para fusão completa da carga desejado é de 0,5 horas.

A potência é definida como a quantidade de energia a ser fornecida por tempo, então:

$$P = \frac{Q}{t} \tag{15}$$

Onde:

- P = Potência
- Q = Quantidade de calor

• t = tempo

Para uma quantidade de calor igual a 789,75 kcal e um tempo de meia hora a potência necessária é igual a 1579,50 kcal/h, convertendo a unidade para kW tem-se 1,83 kW, logo

para aquecer 5 kg de magnésio até 650°C em meia hora são necessários 1,83 kW. No entanto para o cálculo da potência total do forno durante o aquecimento devem ser considerados outros fenômenos de perda de calor tais como:

- O calor necessário para a mudança de fase
- As perdas para o ambiente
- O aquecimento da massa morta do forno (cadinho, isolamento...)

Em virtude destes fenômenos serem difíceis de mensurar foi somada a potência um fator de correção de 25% para suprir as demais perdas de calor chegando ao valor de 2,29 kW. Como o forno possui mais pontos de contato com o ambiente do que um forno câmara (fechado) uma porcentagem maior sobre o valor calculado estimado foi aplicado, superestimando o valor em mais 120% chegando a uma potência total de 4kW.

O forno foi confeccionado a partir dessas exigências e das dimensões do cadinho projetado, construído na forma cilíndrica em chapas e perfis de aço laminados, garantindo uma estrutura rígida, conforme Figura 4.7, com abertura na extremidade inferior para acoplamento da base refrigerada e na superior para entrada da lingoteira e após sobreposição da tampa do forno para fechar e isolar o mesmo. A entrada da lingoteira feita pela parte superior é apoiada pelas suas abas em um anel de ferro fundido do forno situado na Figura 4.8 (b).

A tampa do forno possui dois tubos para entrada de gás de atmosfera. Um rasgo na tampa também foi necessário para entrada de dispositivo tipo "pente" fixador dos termopares que fazem o registro da evolução da temperatura com o tempo.

O painel elétrico acondiciona todos os controles, acionamentos, sinalizações e programador de tempo e temperatura. Internamente, encontram-se os fusíveis de proteção dos circuitos de força, de comando e relê de estado sólido.

Os elementos de resistência para o aquecimento são fabricados em metal de liga tipo Kanthal, espiralados, com uma carga de superfície adequada para uma longa vida útil. As resistências são suportadas em canaletas nas próprias paredes laterais. Seus terminais atravessam a parede e são conectados na parte externa.

O acionamento da força é realizado através de relê de estado sólido, que recebe o sinal do programador para ligar ou desligar os elementos de aquecimento, mantendo assim a temperatura desejada. Um termopar tipo K colocado entre as resistências faz a leitura de temperatura do forno.



Figura 4.7: Foto do forno utilizado na fusão do magnésio

A Figura 4.7 em (a) tem-se a foto superior do forno onde é possível observar a tampa com os dois conectores para a injeção do sistema de gás, o rasgo para acoplamento do sistema de termopares e as presilhas para prender a tampa do forno, em (b) tem-se um foto da parte interna do forno onde é possível observarmos as resistências o local em que o termopar do forno está, o revestimento interno com lã refratária, na parte superior em (b) tem-se um anel de ferro fundido revestido pela lã refratária para apoiar o anel de ferro fundido do cadinho e o orifício na parte inferior por onde a base refrigerada é encaixada.

# 4.1.7 Placa de aquisição de dados

Para captar os sinais dos termopares na aquisição e processamento das temperaturas envolvidas optou-se por uma placa de aquisição que converta os sinais recebidos pelos termopares em temperatura.

Após uma pesquisa no mercado, buscou-se um sistema de aquisição de dados que não fosse tão complexo para operá-lo. Encontramos o sistema na empresa Lynx Tecnologia Eletrônica Ltda, com acompanhento técnico completo para manuseio da placa. A placa escolhida foi a placa de aquisição de dados ADS2000-IP-B-3 (SF2033 + AC2122-VB), programa AqDados 7, pacote com análises básicas. A placa de aquisição de dados tem 8 canais, dos quais 7 são usados para captação de dados dos termopares.

#### 4.1.8 Gás utilizado no processo de fusão

A fusão de magnésio exige cuidados especiais devido, à sua alta combustibilidade (Ravi Kumar, Blandin et al. 2003; Shih, Wang et al. 2004). A superfície do metal líquido reage com oxigênio podendo incendiar. Diferentemente do alumínio que forma uma camada de óxido na superfície impedindo a oxidação, o magnésio não possui essa propriedade de camada passivadora. Para evitar a oxidação catastrófica da liga é necessário que a fusão seja realizada em atmosfera inerte.

O gás mais utilizado na fusão de magnésio citado pela literatura é uma mistura de hexafluoreto de enxofre com ar, gás carbônico ou nitrogênio. Outros autores utilizaram somente argônio como atmosfera inerte. Um exemplo de mistura de gases utilizadas se encontra no capítulo dois do livro *Magnesium Alloys and Technologies (R. Fink 2003)*, conforme mostrado na Tabela IX.

Tabela IX: Mistura de	gases indicada	para evitar combustã	o do magnésio	(R. Fink 2003).
				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·

Mistura	$SF_6 + N_2$
de gases	$SF_6 + Ar$
indicadas	$SF_6 + CO_2$
Obs	SF <sub>6</sub> Fração máx. 0,2 – 0,3%

Na busca pela mistura gasosa ideal e protetora para o banho de magnésio encontramos um fornecedor com uma mistura comercialmente vendida na proporção de 5% de hexafluoreto de enxofre ( $SF_6$ ) e argônio para o uso em fusões de magnésio.

Em razão do alto custo para preparação de um gás especial com uma mistura prédefinida, optou-se por experimentar o gás comercialmente vendido. Já que o consumo de gás é considerável, onde durante todas etapas da fusão o gás fica purgando para manter a atmosfera protetora.

#### 4.1.9 Alterações experimentais

Após as primeiras realizações experimentais houve a necessidade de algumas mudanças e alterações no projeto, conforme as dificuldades operacionais que foram surgindo, com melhorias objetivando resultados melhores. As alterações nos respectivos componentes do projeto estão citadas em subitens a seguir.

# 4.1.9.1. Cadinho

A temperatura de trabalho durante o experimento conduz o cadinho a um intenso processo de oxidação, levando a formação de carepas (Figura 4.8 (b)). Foi verificado que o mesmo se deteriorou intensamente entre um experimento e outro. Esse produto de corrosão se desprendia do cadinho em forma de "escamas", podendo diminuir sensivelmente a vida útil das resistências do forno além de possivelmente contaminar o metal líquido. Em um primeiro momento foi colocado em volta do diâmetro externo do cadinho uma fina chapa de aço inox 304, conforme mostra a Figura 4.8 (a), para tentar diminuir a oxidação e proteger as resistências do forno.



Figura 4.8: Cadinho de aço(SAE 1020), utilizado no forno de solidificação unidirecional.

A Figura 4.8, mostra em (a) uma chapa de aço 304 que foi colocada na volta do cadinho de aço SAE 1020. Como se observa esta intensa corrosão sobre o cadinho é característica dos aços 1020 quando submetidos a temperaturas elevadas, no entanto esta oxidação além de diminuir a vida útil do cadinho e das resistências do forno, na parte interna do cadinho em que fica em contato com o banho líquido metálico de magnésio pode contaminar o banho e cabe lembrar que o elemento Fe é extremamente nocivo à liga de magnésio, quando em percentual acima do especificado diminui a resistência da corrosão.

A chapa de aço 304, citada na Figura 4.8 (a), não foi eficaz e o problema de corrosão continuou e o estado de deterioração do cadinho atingiu grau extremo. Para solucionar o problema foi confeccionado um novo cadinho com material de aço isento de níquel.

O plano inicial era construir em aço 446, mas devido à enorme dificuldade de encontrar esse material no mercado que atendesse o formato do cadinho (pelo menos próximo

ou semelhante), foi necessário construir o mesmo com aço 420. A Figura 4.9 mostra o novo cadinho confeccionado.



Figura 4.9: Cadinho alternativo construído em aço 420.

### 4.1.9.2. Sistema de resfriamento (Base refrigerada)

O sistema de refrigeração também apresentou intensa oxidação (Figura 4.10) devido ao aquecimento que a base refrigerada chegou durante a fusão da liga de magnésio ZAXLa05413. Houve danos na serpentina ocasionando intenso vazamento de água na parte inferior da base.



Figura 4.10: Sistema de resfriamento danificado devido à intensa oxidação durante realização do experimento.

Em um primeiro momento para solucionar o problema realizou-se uma melhoria na base. O sistema de serpentina foi abandonado e uma chapa foi soldada na parte inferior da base conforme mostra a Figura 4.11.



Figura 4.11: Sistema de resfriamento alternativo após danificação do sistema por serpentina.

Por motivos de segurança todas as melhorias são testadas antes de colocá-las em operação no forno. Verificou-se que a solda afetou a borda da base refrigerada, gerando trincas nas laterais por onde havia possibilidade de vazamento de água. Essas trincas foram ocasionadas pela zona de calor da solda e pela espessura muito fina da chapa soldada. Em função da possibilidade de vazamento de água esta base não foi colocada em operação e procurou-se novas alternativas.

Pesquisas bibliográficas mostram inúmeros trabalhos de solidificação unidirecional onde a água entra em contato direto na parte inferior da base. Dessa forma, foi realizado um ajuste que consiste de um tubo cilindro soldado abaixo da base conforme mostra a Figura 4.12.

Foram realizados alguns testes e não foi verificado vazamento de água para dentro do forno, fato que poderia causar perigo durante o experimento. Em funcionamento esse sistema conseguiu ser mais efetivo quanto à extração de calor.



Figura 4.12: Sistema de resfriamento alternativo da base refrigerada

A Figura 4.12 é uma foto tirada na parte inferior do forno, onde foi soldado um cilindro na base refrigerada que tem como função principal direcionar a água incidente para fora do forno evitando qualquer respingo de água interno. O sistema consiste na entrada de água com uma mangueira de aço devido ao calor excessivo nesta região e de um sistema que capture toda a água resultante, conforme mostra a Figura 4.13.



Figura 4.13: Sistema de captura da água de refrigeração

### 4.1.9.3. Gás utilizado no processo de fusão

Após o ensaio experimental notamos um cheiro muito característico do enxofre e o cadinho corroeu mais intensamente formando uma crosta de corrosão difícil de ser retirada. Parece que o gás reagiu com o cadinho e acelerou a intensidade de corrosão do mesmo.

Dados da literatura informam que sob altas temperaturas e altas concentrações, o  $SF_6$  reage com magnésio, ferro e vidro. Sob baixas concentrações de  $SF_6$  em ar, (da ordem de 0,5%), as reações tomam um efeito desprezível e um fino filme de proteção impermeável de óxido de magnésio é formado, que é benéfico (Street 1986).

Como a mistura utilizada exibe uma concentração de hexafluoreto de enxofre muito acima da recomendada, optou-se por utilizar gás argônio puro para obtenção de atmosfera inerte na fusão da liga. Também foi experimentado dois gases juntos, o argônio com o hexafluoreto de enxofre (SF<sub>6</sub>), só que em proporção distintas. Purgamos durante todo o experimento argônio e durante 5 minutos foi injetado também o de gás (SF<sub>6</sub>), assim conseguimos valores próximos dos citados em literatura, como um percentual inferior à ordem de 0,5% de SF<sub>6</sub>. Este procedimento foi o que teve os melhores resultados com pouca ou quase nenhuma escória no banho metálico de magnésio.

#### 4.1.10 Procedimento de fusão do magnésio

A carga sólida de magnésio em forma de cubos é limpa e acomodada dentro do cadinho, ocupando o máximo dos espaços até a altura de 240 mm. No inicio de aquecimento do forno, a carga é pré-aquecida até a temperatura de 150° C e mantida nesta temperatura durante 15 minutos com o forno aberto para eliminação total da umidade, logo após o forno é fechado, completamente isolado da atmosfera. Por uma das entradas de gás foi injetado gás argônio, pela outra colocou-se um termopar acoplado em um sistema de aquisição de temperatura auxiliar objetivando ter a temperatura real interna do forno.

Quando a temperatura interna alcançou aproximadamente  $300^{\circ}$  C, foi injetado por 5 minutos o gás SF<sub>6</sub>, mais denso que tende a pousar sob o banho líquido se diluindo na passagem pelo gás argônio menos denso, e prosseguiu durante todo o procedimento experimental a injeção de argônio, assim ocorre a formação de uma cortina de gases dupla, protegendo ainda mais o banho metálico.

Quando o termopar auxiliar atingiu a temperatura líquidus, agitou-se o banho metálico com auxilio de um agitador mecânico, foram imersos no banho metálico os sete termopares, após 30 minutos de homogeneização da temperatura e das convecções do metal líquido, foi iniciada a solidificação até a temperatura em que não ocorre mais transformação segundo o diagrama de fases.

Fase II

### 4.1.11 **Procedimento experimental**

No procedimento experimental foram realizadas as etapas apresentadas no fluxograma da Figura 4.15.

Na fusão da liga, ou seja, na obtenção dos lingotes foi obedecido o cronograma mostrado na Tabela X.

Experimentos	Liga utilizada	Condições	Superaquecimento $*(T_1)$	
1	ZAXLa05413	Resfriamento lento	23,2%	
2	7AVI 005413	Solidificação	27 404	
Z	LAALaUJ415	Unidirecional	27,4%	
3	7AVI 005413	Solidificação	27.0%	
	ZAALa03413	Unidirecional	27,9%	
4	7AVI 005413	Solidificação	11,8%	
4	LAALaUJ415	Unidirecional		
5	A <b>7</b> 01	Solidificação	15 50/	
3	AL91	Unidirecional	15,5%	
*	1			

Tabela X: Planejamento experimental utilizado na Fase III.

 $T_1$  – Termopar 1.

No procedimento experimental da fase II, foi adotado um fluxograma de planejamento, ilustrado na Figura 4.15.

Para aquisição dos dados de temperatura sob o banho metálico de magnésio, foi montada uma metodologia, segundo as informações da Tabela XI.

A distância entre termopares em profundidade é de 15 mm. O termopar mais próximo da base refrigerada está distante 15 mm da mesma e a 30 mm do centro do banho metálico e o mais distante se encontra a 105 mm no centro do banho metálico. A distância radial entre termopares é de 5 mm, ilustrado na Figura 4.14.

* Termopar	Distância a partir da base	Distância a partir do centro do lingote
T <sub>1</sub>	15 mm	30 mm
T <sub>2</sub>	30 mm	25 mm
<b>T</b> <sub>3</sub>	45 mm	20 mm
$T_4$	60 mm	15 mm
T <sub>5</sub>	75 mm	10 mm
$T_6$	90 mm	5 mm
T <sub>7</sub>	105 mm	0

Tabela XI: Posição dos termopares a partir da base (profundidade), e a partir do centro do lingote (radial).

• onde:  $T_{1}$ ,  $T_{2}$ ,  $T_{3}$ ,  $T_{4}$ ,  $T_{5}$ ,  $T_{6}$ ,  $T_{7}$  são os termopares um, dois, três, quatro, cinco, seis e sete respectivamente



Figura 4.14: Representação esquemática dos termopares inseridos no banho metálico de magnésio, medidas em [mm].



Figura 4.15: Fluxograma com a metodologia utilizada na FASE II.

#### 4.1.12 Experimentos escolhidos para análise.

Para o estudo foram avaliados e escolhidos cinco experimentos nas seguintes condições de fusão:

# • Experimento 1 - Liga de magnésio ZAXLa05413

<u>Condições de fusão e solidificação:</u> Os pedaços de magnésio cortados sob forma de cubos foram fundidos e quando o termopar 1 atingiu e estabilizou na temperatura de 760°C, aproximadamente 23% acima da temperatura líquidus, o forno foi desligado.

O sistema de refrigeração neste caso foi somente o ar, ou seja, a temperatura ambiente em contato com a base refrigerada. A monitoração da solidificação em condições próximas do equilíbrio procedeu com sete termopares sob o banho nas alturas de 15mm, 30mm, 45mm, 60mm, 75mm, 90mm e 105mm a partir da base refrigerada, conforme Figura 4.14.

• Experimento 2 - Liga de magnésio ZAXLa05413

<u>Condições de fusão e solidificação:</u> Os pedaços de magnésio cortados sob forma de cubos foram fundidos e quando o termopar 1 estabilizou na temperatura de 788°C, aproximadamente 28% acima da temperatura líquidus, o forno foi desligado, o sistema de refrigeração com água foi ligado e começada a solidificação unidirecional da liga e a sua respectiva monitoração com sete termopares sob o banho nas alturas de 15mm, 30mm, 45mm, 60mm, 75mm, 90mm e 105mm a partir da base refrigerada, conforme Figura 4.14.

• Experimento 3 - Liga de magnésio ZAXLa05413

<u>Condições de fusão e solidificação similares do experimento 2</u>: Os pedaços de magnésio cortados sob forma de cubos foram fundidos e quando o termopar 1 atingiu e estabilizou na temperatura de 789°C, aproximadamente 28% acima da temperatura líquidus, o forno foi desligado, o sistema de refrigeração com água foi ligado e começada a solidificação unidirecional da liga e a sua respectiva monitoração com sete termopares sob o banho nas alturas de 15mm, 30mm, 45mm, 60mm, 75mm, 90mm a partir da base refrigerada, conforme Figura 4.14.

#### • Experimento 4 - Liga de magnésio ZAXLa05413

<u>Condições de fusão e solidificação:</u> Os pedaços de magnésio cortados sob forma de cubos foram fundidos e quando o termopar 1 atingiu e estabilizou na temperatura de 690°C, aproximadamente 12% acima da temperatura líquidus, o forno foi desligado, o sistema de refrigeração com água foi ligado e começada a solidificação unidirecional da liga e a sua respectiva monitoração com sete termopares sob o banho nas alturas de 15mm, 30mm, 45mm, 60mm, 75mm, 90mm e 105mm a partir da base refrigerada, conforme Figura 4.14.

### • Experimento 5 - Liga de magnésio AZ91

<u>Condições de fusão e solidificação:</u> Os pedaços de magnésio cortados sob forma de cubos foram fundidos e quando o termopar 1 atingiu e estabilizou na temperatura de 691°C, aproximadamente 15,5% acima da temperatura líquidus,o forno foi desligado, o sistema de refrigeração de água foi ligado e começada a solidificação unidirecional da liga e a sua respectiva monitoração com sete termopares sob o banho nas alturas de 15mm, 30mm, 45mm, 60mm, 75mm, 90mm e 105mm a partir da base refrigerada, conforme Figura 4.14.

Os lingotes de magnésio extraídos dos experimentos escolhidos foram submetidos as seguintes análises:

- Análise macroestrutura;
- Análise microestrutura (espaçamento dendrítico, fases...);
- Propriedades mecânicas.

# 4.1.13 Análise macroestrutural

Para análise macroestrutural, o lingote foi cortado longitudinalmente ao longo de toda a sua seção, uma fatia na ordem de mais ou menos 7 milímetros de espessura por aproximadamente 114 milímetros de largura e 120 milímetros de altura, conforme a altura de cada lingote.

Na análise metalográfica foi utilizado o seguinte reagente (20 ml de álcool etílico e 80 ml de água destilada) para revelação da macroestrutura, a seção longitudinal do lingote foi

imersa em um Becker com o reagente até a revelação macroestrutural e após foi lavado em água e secado. O registro da imagem da macroestrutura foi feita via *scaneamento*.

Os cortes feitos nos lingotes estão ilustrados na Figura 4.16 (a), onde têm-se dois cortes longitudinais para análise (macro e micro) estrutural, as duas partes restantes foram cortadas transversalmente, ilustrado na Figura 4.16 (b), para usinagem e retirada dos corpos de prova para ensaio de tração, totalizando o total de 4 corpos de prova por unidade, totalizando 20 corpos de provas por lingote solidificado.



Figura 4.16: Regiões extraídas do lingote para análises estrutural e mecânica.

# 4.1.14 Análise microestrutural

Para a análise microestrutural, o lingote foi cortado longitudinalmente ao longo de toda a sua seção, obtendo-se com aproximadamente 11 milímetros de espessura por aproximadamente 120 milímetros de altura, ilustrado na Figura 4.16(a).

Na análise da microestrutural foram extraídas amostras das seções longitudinais, ilustrado na Figura 4.17, que tem o mesmo sentido preferencial de crescimento dos braços primários ( $\lambda_1$ ), da base até o topo (escória do lingote) e de seções transversais no sentido

preferencial de crescimento dos braços secundários ( $\lambda_2$ ), radial ao lingote ao longo do seu diâmetro.

Para facilidade no polimento, a seção longitudinal foi dividida em três partes, cada uma com aproximadamente 35 milímetros de altura por 25 milímetros de largura, ilustrado na Figura 4.17. Já as seções transversais cortadas foram embutidas em virtude do tamanho das amostras, facilitando o polimento e a preparação metalográfica.



Figura 4.17: Representação esquemática dos cortes para análise microestrutural.

Para revelação da microestrutura da liga ZAXLa05413 não foi usado ataque, a amostra foi somente lixada até a granulometria de lixa 1200, polida com alumina 5 e 1 micras, limpa com água, secada e imediatamente visualizada no sistema de aquisição de imagens de microscopia óptica no programa Omnimet 5.4, modelo 86-1000 Image Analysis System. Já para a liga AZ91 foi necessário o ataque em solução aquosa com 10% de ácido acético por 20 segundos. A revelação das microestruturas da seção longitudinal nas alturas de (15, 30, 45, 60, 75) milímetros foram registradas, já que nestas alturas havia termopares que registraram a curva de análise térmica.

### 4.1.15 Medida de espaçamento dendrítico secundário (EDS) ( $\lambda_2$ )

Para calcular o  $\lambda_2$ , foram preparadas as amostra micrográficas das seções longitudinais, ilustrada na Figura 4.17. A escolha pela seção longitudinal foi em virtude da maior facilidade

de medida dos espaçamentos dendríticos secundários, já que nesta seção as dendritas são cortadas longitudinalmente, aumentando as possibilidades de visualização dos espaçamentos dendríticos secundário neste sentido.

Para cada altura de 15, 30, 45, 60 e 75 milímetros a contar da base refrigerada, foi feita uma varredura de imagens através do microscópio óptico, ilustrado na Figura 4.18. Com um sistema de aquisição de imagens acoplado e o programa Ominet System Information 5.4 foram capturadas as imagens padronizadas com uma régua de referência no quanto direito, devidamente calibrada pelo programa.



Figura 4.18: Microscópio Óptico com sistema de aquisição de imagens

Todas as imagens foram catalogadas e após foi utilizado o programa Image Tool para medir o espaçamento dendrítico secundário.

Para a medida do  $\lambda_2$  foram utilizadas as fotos tiradas pelo sistema de aquisição de imagens do programa Ominet, e através do programa Image Tool e suas ferramentas, foi feito o cálculo de  $\lambda_2$ , conforme Figura 4.19. As distâncias medidas de  $\lambda_2$ , foram importadas para uma planilha, feita a média e o desvio padrão de cada região analisada.



Figura 4.19 – Medida do espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_{\scriptscriptstyle 2}$ ) da liga de magnésio ZAXLa05413

Os valores de  $\lambda_2$  foram medidos de acordo com esquema mostrado na Figura 4.20. Este método baseia-se em calcular o valor de  $\lambda_2$  pela média das distâncias entres os braços adjacentes (ramificações secundárias) sobre a seção longitudinal (paralela ao fluxo de calor ou a direção de crescimento) de uma dendrita primária, onde n é o número de braços secundários e L o comprimento total medido entre os braços.



Figura 4.20: Método de medida do  $\lambda_2$ 

#### 4.1.16 Medidas do percentual total de segregação (fases formadas)

Para o calcular o percentual total de segregação usou-se as ferramentas do programa de aquisição de imagens da Ominet System Information 5.4, da seguinte forma. Com a foto da microestrutura, foi utilizada a ferramenta de delineamento e pintura para colorir todas as fases formadas, exceto as dendritas, conforme mostra a Figura 4.21. Após utilizou-se outra ferramenta do programa que distingue as cores da imagem, neste caso calcula o percentual de cor vermelha na imagem, ou seja, o percentual total de segregação, exceto as dendrítas.



Figura 4.21: Foto ilustrativa do calculo total da segregação interdendrítica.
Para o calcular o percentual total de segregação o programa de aquisição de imagens da Ominet System Information 5.4 usou uma imagem com a área total de 480.000  $\mu$ m<sup>2</sup>. Foi feito um levantamento do percentual total de segregação de todas as imagens adquiridas aumentando a confiabilidade dos resultados com uma média e um desvio padrão.

## 4.1.17 Ensaio de propriedades mecânicas

Para obtenção das propriedades mecânicas foi utilizado um corpo de prova padrão segundo norma técnica ASTM B 557 -02a "Standard Test Methods of Tension Wrought and Cast Aluminium and Magnesium Alloys Products", o qual se adaptou ao tamanho do nosso lingote fundido, com a possibilidade de tirar dois corpos de prova em cada subdivisão de corte transversal do lingote ilustrado na Figura 4.16 (b), somando 4 corpos de provas por cada altura a partir da base refrigerada, respectivamente (15, 30, 45, 60, 75) milímetros, somando 20 corpos de provas por lingote de magnésio fundido e solidificado no sistema de fusão unidirecional projetado.

Com o tamanho de corpo de prova definido, ilustrado na Figura 4.3, foi projetado uma garra específica para prender o corpo de prova, seguindo a norma (ASTM-B557 2003) .A garra bipartida foi confeccionada com um parafuso que fixa no equipamento de tração com uma variabilidade rotacional, deixando o ensaio de tração com uma força no sentido único e direcional. A Figura 4.22 mostra as partes (a), (b), (c) e (d) da garra bipartida, onde (a) e (d) são bipartidas e unidas por rosca externa em (a) e interna em (d), o conjunto (c) e (b) é composto respectivamente de um parafuso posteriormente rosqueado na máquina de tração e uma semi-esfera cônica que encaixa dentro da peça (a) também usinada no mesmo formato, dando a garra uma liberdade rotacional. As Figuras (e) e (f) apresentam a seqüência de montagem da garra pronta para o ensaio, onde o parafuso é fixado no equipamento de tração e na peça (d) está usinada a rosca M20 para fixação do corpo de prova.



Figura 4.22: Garra para ensaio de tração projetada segundo norma ASTM B 557 -02ª.

Para o ensaio de tração foi utilizada a máquina de ensaio EMIC DL-500B, ilustrada na Figura 4.23, com capacidade máxima de 2000 kgf, faixa de velocidade 0,02 a 500 mm/min, com transdutor de medição de deslocamento embutido na máquina e uma célula de carga de 500kgf acoplada ao equipamento. O transdutor de deslocamento mede o valor instantâneo de deslocamento ao longo do ensaio e a célula de carga mede o valor de força instantânea aplicada ao corpo de prova durante o ensaio até a sua ruptura.



Figura 4.23: Máquina de ensaios universal (EMIC DL-500B).

Com estes dados é possível analisar algumas propriedades mecânicas do material ensaiado. A máquina de ensaios EMIC DL-500B está acoplada em um computador que capta os sinais emitidos do ensaio através do software MTESC.

O software MTESC proporciona ao usuário a possibilidade de programar as variáveis e parâmetros do ensaio. Entre as variáveis programáveis do ensaio as de maior importância são: entrada de dados, execução do ensaio, gráficos, interpretação da curva, de resultados desejados, resultados estatísticos, relatórios e gravação de resultados.

No ensaio realizado para análise da propriedades mecânicas da liga de magnésio foi programado um método de ensaio para obtenção de resultados de Limite de Resistência à Tração ( $\sigma_u$ ), Limite de Escoamento ( $\sigma_e$ ), Módulo de Elasticidade (E), e Alongamento Específico ( $\delta$ ).

O programa também fornece os pontos instantâneos de força e deslocamento, em texto (.txt), conforme mostra a Tabela XII, estes dados foram importados para uma planilha do programa OriginPro 7.5, ilustrada na Tabela XIII.

Tempo(s)	Deformação(mm)	Força(N)
0,01	0,00008631	0,17236
0,07	0,00025893	0,17236
0,09	0,00051786	0,17236
0,11	0,00077679	0,34472
0,12	0,00094941	0,34472
0,13	0,001122	0,34472
0,15	0,001381	0,51708
0,16	0,0015536	0,51708
0,17	0,0017262	0,51708
0,18	0,0018988	0,51708

Tabela XII: Representação dos dados .Txt que o software fornece

A planilha do programa OriginPro 7.5 funciona de maneira similar as planilhas do excel, na qual podem ser inseridas fórmulas para calcular a curva de tensão versus deformação, conforme mostra a Tabela XIII.

Tabela XIII: Representação da planilha do OriginPro7.5 para obtenção das curvas tensão versus deformação

~					
FUSÃO MgAl4LaCa Dia 20/10/07 Tv= 12%Tl Resfr. Água					
Dados do Cp [ 4 ]					
	lo (mm)>	28,05			Ao (mm²)>
	diametro (mm) -				
	->`´	4,05			
				def. eng.	tensão eng.
	$(\Delta l_{\rm i})$	$N(F_i)$		$(\delta_{i})$	(MPa) (σ <sub>i</sub> )
Tempo(s)	Deformação(mm)	Força(N)			
0,01	0,00008631	0,17236		3,07701E-06	0,013379398
0,07	0,00025893	0,17236		9,23102E-06	0,013379398
0,09	0,00051786	0,17236		1,8462E-05	0,013379398
0,11	0,00077679	0,34472		2,7693E-05	0,026758795
0,12	0,00094941	0,34472		3,38471E-05	0,026758795
0,13	0,001122	0,34472		0,00004	0,026758795
0,15	0,001381	0,51708		4,92335E-05	0,040138193
0,16	0,0015536	0,51708		5,53868E-05	0,040138193

Na geração da curva tensão versus deformação, foi calculado a deformação instantânea ( $\delta_i$ ) e a tensão instantânea ( $\sigma_i$ ).

$$\delta_i = \frac{\Delta l_i}{l_o} \tag{16}$$

Para o cálculo da deformação instantânea ( $\delta_i$ ) foram utilizados os valores instantâneos de deformação ( $\Delta l_i$ ) fornecidos pelo transdutor de deslocamento da máquina de ensaios mecânicos EMIC DL-500B e o comprimento útil inicial do corpo de prova ( $l_o$ ) medido antes

do ensaio. Para o cálculo da tensão instantânea ( $\sigma_i$ ), foi utilizado os valores de força instantânea ( $F_i$ ), fornecida pela célula de carga de 500kgf acoplada a máquina de ensaios mecânicos EMIC DL-500B, e a área da seção útil do corpo de prova ( $A_o$ ) medido antes do ensaio.

$$\sigma_i = \frac{F_i}{A_o} \tag{17}$$

Com os dados instantâneos de tensão e deformação lançados no Programa OriginPro7.5 foi realizada a montagem individual da curva tensão versus deformação para cada corpo de prova ensaiado. Em posse das curvas foi feita aferição dos resultados gerados pelo software MTESC.

Antes do ensaio de tração, os corpos de provas foram submetidos a uma marcação da área útil. Para medir a distância entre as marcas foi usado como auxílio o Projetor de Perfil, tipo PJ-300 da Mitutoyo, conforme ilustra a Figura 4.24, onde em (a) está a foto do corpo de prova com as marcas, em (b) tem-se um micrometro digital para medir o espaçamento entre as marcas, e em (c) é a vista de projeção das marcações do corpo de prova, para aferição e medição.



Figura 4.24: Projetor de Perfil Mitutoyo.

Para o auxilio na medição entre marcas dos corpos de prova (cp's) foi feita uma matriz com borracha de silicone para acondicionar os cp's, conforme mostra a Figura 4.25.



Figura 4.25: Matriz de auxilio para medição entre marcas e alongamento após ensaio.

# 4.1.18 Medida de dureza

Para medida de dureza foi utilizado o material que sobrou da usinagem dos corpos de provas, das semi-esferas ilustrada na Figura 4.16(b). As medidas foram feitas nas alturas respectivas dos termopares, à 15, 30, 45, 60, 75 milímetros de altura com relação a base refrigerada. Para medição foi utilizado o Durômetro Mitutoyo, série 90118, ilustrado na Figura 4.26.



Figura 4.26: Durômetro Mitutoyo

Durante ensaio de dureza foram feitas várias medidas, aproximadamente 15 para cada amostra, objetivando uma média e um desvio padrão, assim como um maior confiabilidade dos resultados.

### 4.1.19 Medida de microdureza

Para o cálculo de microdureza foi utilizado amostras da microestrutura, ilustrada na Figura 4.19 (seções longitudinais), e o aparelho de medição ilustrado na Figura 4.27, o qual mede dureza Vickers (HV).



Figura 4.27: Aparelho para medir microdureza.

Na medida de microdureza, o microdurômetro Micro Hardness Tester tipo H marca Shimadeu, utiliza a Equação 19, onde: HV = Medida em Vickers; P = Carga aplicada [gf]; d = diagonal média da identação [ $\mu n$ ].

$$HV = 1854.4 \cdot \frac{P}{d^2}$$
(19)

A pirâmide de diamante utilizado no microdurômetro é de forma piramidal, conforme ilustrado na Figura 4.28. Para a medida da microdureza foi utilizada a menor carga (15gf) e já fez uma identação bem significativa, na ordem de 20 micrometros, sendo possível medir somente as dendritas, já que as outras estruturas formadas são de magnitudes bem menores.



Figura 4.28: Formato de identação do microdurômetro.

# 5.0 **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### Fase I

### 5.1.1 Aferição do aparato de solidificação unidirecional.

Após as fusões iniciais notou-se que o magnésio não fundia completamente, conforme mostra a Figura 5.1. Um fato interessante já que a temperatura da base permaneceu a temperatura aproximada de 800° C em torno de 1 hora, sendo a temperatura de fusão da liga 615°C. Lembrando que a fusão inicia com a carga de magnésio sólida dentro do cadinho, onde o forno é aquecido acima da temperatura líquidus ( $T_L$ ), para fundir completamente a carga e após inicia-se a solidificação e a monitoração da análise térmica com auxílio de termopares.



Figura 5.1: Parte inferior do lingote após realização do experimento.

A Figura 5.1 representa o lingote de magnésio depois de fundido no forno. A foto foi retirada da parte inferior do lingote, parte que fica em contato com a base. Pode-se notar na foto as imagens onde tem um x assinalado que correspondem a regiões onde os blocos de magnésio não fundiram completamente, mesmo sabendo que esta região estava com temperatura muito acima da fusão da liga por um longo tempo.

Uma explicação encontrada para este fato foi que o magnésio forma uma camada de óxido entre os blocos sólidos cortados e a base, interferindo na transferência de calor entre a base e os blocos sólidos de magnésio impedindo a fusão completa do cubo sólido de magnésio.

Como solução projetou-se um agitador mecânico em aço 304 para movimentar estes blocos sólidos durante a fusão da liga de magnésio, ilustrado na Figura 5.2



Figura 5.2: Agitador mecânico

Como finalidade o agitador mecânico além de promover a completa fusão da liga também visa homogeneizar o banho metálico, diminuindo o gradiente térmico entre as diferentes alturas. Porém o resultado não foi satisfatório pela dificuldade operacional deste modelo de agitador mecânico, que consistiu em mergulhar o agitador através do rasgo da tampa e após agitação do banho na retirada do mesmo. Este procedimento de colocação e retirada do agitador mecânico deixa a abertura superior da tampa aberta durante um tempo, isto ocasionou intensa oxidação da liga pela entrada de ar.

Para solucionar o problema projetou-se um dispositivo fixo com entradas para os termopares conjuntamente com o agitador mecânico, para evitar a abertura do rasgo na tampa do forno.

O dispositivo fixo em forma de escada, Figura 5.3, possui um furo passante que posiciona o agitador no centro do cadinho e sete furos passantes para colocação dos termopares.



Figura 5.3: Dispositivo de fixação dos termopares e agitador mecânico

O formato de escada do dispositivo foi usinado para posicionar os termopares no banho metálico nas alturas pré-determinadas para análise térmica, conforme a Tabela XIV.

Tabela XIV: Posição dos termopares a partir da base (profundidade), e a partir do centro do lingote (radial).

Termopar	Distância a partir da base	Distância a partir do centro do lingote
$T_1$	15 mm	30 mm
T <sub>2</sub>	30 mm	25 mm
<b>T</b> <sub>3</sub>	45 mm	20 mm
$T_4$	60 mm	15 mm
T <sub>5</sub>	75 mm	10 mm
T <sub>6</sub>	90 mm	5 mm
<b>T</b> <sub>7</sub>	105 mm	0

Assim, o rasgo da tampa do forno permanece fechado durante toda a fusão e o agitador mecânico, modificado num formato de "L", fica dentro do cadinho durante toda a fusão. Quando a temperatura interna alcança a temperatura líquidus, o termopar auxiliar é retirado do banho metálico para descer o agitador mecânico. A agitação é feita durante alguns minutos até o instante de tempo no qual não se tem mais resistência dos blocos sólidos deixando o banho metálico totalmente líquido. Ao subir o agitador mecânico, ele é posicionado num local próprio dentro do forno, para não interferir nos sete termopares que são imersos no banho. Após aproximadamente 30 minutos de homogeneização do banho metálico, inicia-se a solidificação e monitoração das temperaturas de solidificação da liga de magnésio.

Com esta melhoria conseguiu-se uma fusão completa da liga, com resultados satisfatórios, conforme o lingote da Figura 5.4. Os resultados e análise dos experimentos realizados na fusão do magnésio, assim como nos lingotes são citados na Fase II.



Figura 5.4: Lingote de magnésio solidificado no aparato experimental de solidificação unidirecional.

# Fase II

### 5.1.2 Análise térmica das ligas ZAXLa05413 e AZ91

# 5.1.2.1. Experimento 1 - Resfriamento Lento - Liga ZAXLa05413

A fusão do experimento 1 foi realizada com o intuito de analisar o mais próximo do comportamento da liga nas suas condições de equilíbrio. Para isto, foi feita a análise da curva térmica sem o acionamento do sistema de refrigeração, ou seja, a liga de magnésio foi solidificada de forma lenta e gradual sem interferência.

Para análise experimental o banho líquido iniciou a solidificação a uma temperatura do termopar 1, aproximadamente 23 % acima da temperatura liquidus ( $T_L$ ). Foram utilizados 7 termopares no banho metálico, à 15, 3, 45, 60, 75, 90 e 105 milímetros de distancia da base refrigerada. Os termopares registraram o comportamento da liga durante a sua solidificação, mostrado no gráfico da Figura 5.5, onde o mesmo mostra uma tendência na formação da temperatura liquidus ( $T_L$ ) em torno de 615°C e da temperatura solidus ( $T_s$ ) em torno de 600°C, sendo notável a faixa estreita de zona pastosa para liga ZAXLa05413.



Figura 5.5: Análise térmica da liga ZAXLa05413, experimento 1.

A tabela XV, apresenta os resultados com os parâmetros de solidificação obtidos no experimento 1 de solidificação durante o resfriamento lento da liga ZAXLa05413.

Tabela XV: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação com resfriamento lento no experimento 1.

	Resfriamento Lento (ZAXLa05413)				
Posição (mm)	<b>т</b> <sub>L</sub> ( <b>К</b> /s)	$V_L (mm/s)$	$G_L(K/mm)$		
15	0,074	0,47	0,16		
30	0,075	0,32	0,24		
45	0,077	0,26	0,30		
60	0,078	0,20	0,40		
75	0,076	0,16	0,47		
90	0,076	0,13	0,57		
105	0,074	0,13	0,57		

\*Resultado obtido no trabalho de mestrado do Eng. Arlan Pacheco Figueiredo, onde:  $\dot{T}_L$  = Taxa de Resfriamento,  $V_L$  = *Velocidade da interface,*  $G_L$  = *Gradiente, no qual os* 

parâmetros se correlacionam pela fórmula  $G_L = \frac{T_L}{V_L}$ .

# 5.1.2.2. Experimento 2 – Solidificação unidirecional – Liga ZAXLa05413

A análise térmica do gráfico da Figura 5.6 corresponde fusão do experimento 2 da liga ZAXLa05413, onde foi utilizada uma temperatura do termopar 1 de início da solidificação com aproximadamente 28% acima da temperatura liquido ( $T_L$ ) e acionado o sistema de refrigeração com água a temperatura ambiente, tendo assim uma solidificação forçada com a frente de solidificação no sentido da base refrigerada até a sua superfície gerando uma estrutura bruta de solidificação colunar. No procedimento experimental foram utilizados 7 termopares imersos no banho metálico a alturas de 15,30,45,60,75,90 e 105 milímetros (mm) da base refrigerada que registraram a curva de solidificação da liga ZAXLa05413, nas condições mencionadas.



Figura 5.6: Análise térmica da liga ZAXLa05413, experimento 2.

Na Tabela XVI, estão os resultados com os parâmetros de solidificação obtidos no experimento 2 de solidificação unidirecional da liga ZAXLa05413.

Tabela XVI: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação unidirecional no experimento 2.

Experimento 2				
Posição (mm)	<i>T<sub>L</sub></i> ( <b>K</b> /s)	$V_L (mm/s)$	$G_L(K/mm)$	
15	3,54	0,26	13,72	
30	1,85	0,24	7,85	
45	1,21	0,22	5,52	
60	0,90	0,21	4,30	
75	0,75	0,20	3,67	
90	0,65	0,20	3,29	
105	0,63	0,20	3,21	

\*Resultado obtido no trabalho de mestrado do Eng. Arlan Pacheco Figueiredo, onde:  $\dot{T}_L$  = Taxa de Resfriamento,  $V_L$  = Velocidade da interface,  $G_L$  = Gradiente, no qual os

parâmetros se correlacionam pela fórmula  $G_L = \frac{\check{T}_L}{V_L}$ .

#### 5.1.2.3. Experimento 3 – Solidificação unidirecional – Liga ZAXLa05413

O experimento 3 foi realizado nas mesmas condições da fusão do experimento 2, com o inicio da solidificação a partir do momento em que o termopar 1 atingiu a temperatura 28 % acima da temperatura liquidos (T<sub>L</sub>), ou seja, neste instante de tempo o sistema de aquecimento do forno foi desligado e acionado o sistema de refrigeração com água.

O gráfico da Figura 5.7 mostra curva de análise térmica do experimento 3, neste experimento os termopares de 15 e 30 milímetros registraram a temperatura aproximada de 430°C uma manutenção da temperatura provavelmente em função de uma diminuição da vazão da água de refrigeração, não intencional, e sim pelo fato do sistema de água ser comum a todos os laboratórios o que em alguns momentos de pico ocorre oscilações da vazão de água.

Para este procedimento experimental foram utilizados 6 termopares situados a alturas de 15, 30, 45, 60, 75 e 90 milímetros da base refrigerada já que optamos por deixar o outro termopar na base refrigerada para registrar a sua temperatura durante a solidificação, na qual se manteve aproximada a 100°C.



Figura 5.7: Análise térmica da liga ZAXLa05413, fusão 11/12/07

Na Tabela XVII, estão os resultados com os parâmetros de solidificação obtidos no experimento 3 de solidificação unidirecional da liga ZAXLa05413.

Tabela XVII: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação unidirecional no experimento 3.

Experimento 3				
Posição (mm)	<i>T<sub>L</sub></i> ( <b>K</b> /s)	$V_L (mm/s)$	$G_L(K/mm)$	
15	4,07	0,32	12,613	
30	2,26	0,29	7,839	
45	1,48	0,26	5,627	
60	1,09	0,25	4,389	
75	0,84	0,23	3,617	
90	0,74	0,23	3,254	

\*Resultado obtido no trabalho de mestrado do Eng. Arlan Pacheco Figueiredo, onde:  $\dot{T}_L$  = Taxa de Resfriamento,  $V_L$  = *Velocidade da interface*,  $G_L$  = *Gradiente, no qual os* 

parâmetros se correlacionam pela fórmula  $G_L = \frac{\tilde{T}_L}{V_L}$ .

## 5.1.2.4. Experimento 4 – Solidificação unidirecional – Liga ZAXLa05413

No gráfico da Figura 5.8, a curva de análise térmica corresponde a fusão do experimento 4, no experimento a temperatura do termopar 1, foi aproximadamente 12 % acima da temperatura liquidus, a partir deste momento foi acionado o sistema de refrigeração com água.

O sistema de refrigeração com a água consiste no acionamento da água que bate literalmente sob a base refrigerada, e retorna para um sistema que capta a água, assim provavelmente no primeiro contato da água com a base refrigerada, o metal líquido sofre uma influência uma certa perturbação que pode influenciar na morfologia da estrutura bruta formada, e de fato a macroestrutura em 15 e 30 milímetros parece ter sofrido esta perturbação, já que sua macro-estrutura ficou bem irregular, voltando a uma tendência colunar somente acima dos 45 milímetros de altura.



Figura 5.8: Análise térmica da liga ZAXLa05413, experimento 4.

Na Tabela XVIII, estão os resultados com os parâmetros de solidificação obtidos no experimento 4 de solidificação unidirecional da liga ZAXLa05413.

Tabela XVIII: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação unidirecional no experimento 4.

Experimento 4				
Posição (mm)	<i>T<sub>L</sub></i> ( <b>K</b> /s)	$V_L (mm/s)$	$G_L(K/mm)$	
15	3,95	0,48	8,14	
30	1,88	0,39	4,85	
45	1,12	0,32	3,46	
60	0,83	0,28	2,88	
75	0,67	0,26	2,55	
90	0,56	0,25	2,25	
105	0,49	0,24	2,09	

\*Resultado obtido no trabalho de mestrado do Eng. Arlan Pacheco Figueiredo, onde:

 $\dot{T}_{L}$  = Taxa de Resfriamento,  $V_{L}$  = Velocidade da interface,  $G_{L}$  = Gradiente, no qual os

parâmetros se correlacionam pela fórmula  $G_L = \frac{T_L}{V_L}$ .

## 5.1.2.5. Experimento 5 – Solidificação unidirecional – Liga AZ91

O gráfico da Figura 5.9 corresponde à curva de análise térmica da liga de magnésio AZ91. No experimento no início da solidificação o termopar 1 estava aproximadamente 15,5% acima da temperatura liquidus ( $T_L$ ), logo após foi desligado o forno e ligado o sistema de refrigeração com água a temperatura ambiente. Foram utilizados 7 termopares a 15, 30, 45, 60,75, 90 e 105 milímetros (mm) de distância da base refrigerada, que registraram a curva de solidificação da liga AZ91.



Figura 5.9: Análise térmica da liga ZAXLa05413, experimento 5

Na Tabela XIX, estão os resultados com os parâmetros de solidificação obtidos no experimento 5 de solidificação unidirecional da liga AZ91.

	Experimento 5			
Posição (mm)	<i>т<sub>L</sub></i> ( <b>К/s</b> )	$V_L (mm/s)$	$G_L(K/mm)$	
15	4,14	0,44	9,38	
30	2,07	0,34	5,92	
45	1,10	0,28	3,95	
60	0,80	0,24	3,32	
75	0,64	0,23	2,79	
90	0,56	0,21	2,66	
105	0,50	0,20	2,43	

Tabela XIX: Valores dos parâmetros de solidificação obtidos no processo de solidificação unidirecional no experimento 5.

\*Resultado obtido no trabalho de mestrado do Eng. Arlan Pacheco Figueiredo, onde:  $\dot{T}_L$  = Taxa de Resfriamento,  $V_L$  = *Velocidade da interface*,  $G_L$  = *Gradiente, no qual os* 

parâmetros se correlacionam pela fórmula  $G_L = \frac{\dot{T}_L}{V_L}$ .

Nos gráficos das Figuras 5.10, 5.11 e 5.12 estão correlacionadas as curvas de taxa de resfriamento ( $\dot{r}_{L}$ ), velocidade da interface (V<sub>L</sub>) e gradiente térmico (G<sub>L</sub>) respectivamente em função da posição com relação ao sentido de crescimento da frente de solidificação da base refrigerada até o topo do lingote dos 3 experimentos de solidificação unidirecional da liga ZAXLa05413.



Figura 5.10: Taxas de Resfriamento dos experimentos 2, 3 e 4.



Figura 5.11: Velocidade da interface dos experimentos 2, 3 e 4.



Figura 5.12: Gradiente térmico dos experimentos 2, 3 e 4.

### 5.1.3 Estruturas brutas de fusão (macroestrutura de solidificação)

As estruturas brutas de fusão dos lingotes dos experimentos foram reveladas segundo a metodologia já citada. Em todos os lingotes dos 5 experimentos foram reveladas a macroestrutura. Nas macroestruturas reveladas foi marcada a região correspondente à região de área útil em que foram extraídos os corpos de provas para ensaio de tração.

No experimento 1, o lingote solidificado de forma lenta e gradual apresentou uma estrutura bruta totalmente equiaxial, conforme ilustra a Figura 5.13, no qual é nítido a formação de grãos equiaxiais menores próximo da base refrigerada e maiores ao afastar-se dela em direção a escória.



Figura 5.13: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio ZAXLa05413, do experimento 1.

Para os lingotes dos experimentos 2, 3, 4 e 5, onde foi realizada a solidificação unidirecional forçada a partir da base refrigerada com água a temperatura ambiente, as macroestruturas apresentaram uma estrutura bruta de solidificação preferencialmente colunar.

A estrutura bruta de solidificação do experimento 2 formou-se com condições de fusão da liga de magnésio ZAXLa05413 de aproximadamente 28% acima da temperatura líquidus, temperatura esta, registrada pelo termopar 1 e logo após ocorreu a solidificação forçada pelo sistema de refrigeração projetado com água a temperatura ambiente.

Este superaquecimento de 28% garantiu ao lingote uma solidificação totalmente colunar, aniquilando a interferência no momento do contato da água com a base, início do resfriamento, ou seja, o superaquecimento garantiu ao banho metálico retornar a um estado líquido ser interferências quanto o metal atingiu a temperatura liquidus ( $T_L$ ) aproximada de 615°C, proporcionando a frente de solidificações um avanço sem qualquer interferência, colaborando assim para a formação de uma estrutura bruta de solidificação totalmente colunar, ilustrada na Figura 5.14.



Figura 5.14: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio ZAXLa05413, do experimento 2.

A estrutura bruta de solidificação do experimento 3 da liga de magnésio ZAXLa05413 foi realizado na condição de solidificação similares ao experimento 2 onde a liga foi fundida até aproximadamente 28% acima da temperatura liquidus, temperatura esta, registrada pelo termopar 1 e logo após foi solidificada, sendo resfriada pelo sistema de refrigeração projetado com água a temperatura ambiente.

O experimento 3 foi feito em função do sucesso de fusão do experimento 2, onde conseguiu-se uma macroestrutural desejada, logo os resultados dos experimentos tenderiam a ser similares, e de fato no experimento 3 a macroestrutura revelada comprova que os parâmetros utilizados nos experimentos originam macroestruturas colunares similares, conforme ilustra a Figura 5.15, que repercutiu a macroestrutural formada no experimento 2, confirmando ser a temperatura de vazamento 28% acima da temperatura liquidus eficiente para a formação da estrutura colunar. Logo a temperatura 28% acima da temperatura liquidus proporciona tempo suficiente ao banho líquido para retornar as condições ideais de solidificação, sem qualquer interferência atuante na frente de solidificação.



Figura 5.15: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio ZAXLa05413, do experimento 3.

A estrutura bruta de solidificação do experimento 4, formou-se segundo condições de fusão da liga de magnésio ZAXLa05413 com 12% acima da temperatura líquidus,

temperatura esta, registrada pelo termopar 1 e logo após foi solidificada, pelo sistema de refrigeração projetado com água a temperatura ambiente.

O superaquecimento de 12% foi escolhido, já que a maioria das fusões realizadas industrialmente utilizam este superaquecimento, logo seria interessante e conveniente estudar o comportamento de solidificação o mais próximo possível do utilizado industrialmente.

No entanto o superaquecimento utilizado no experimento não foi necessário para aniquilar as interferências e perturbações do metal líquido até o momento de inicio de solidificação na temperatura liquidus ( $T_L$ ) aproximada de 615°C, ou seja, ao acionar o sistema de refrigeração com água a temperatura ambiente, o contato da água com a base que está a uma temperatura extremamente elevada gera uma certa vibração suficiente para propagar no banho líquido metálico, no entanto como o superaquecimento não é tão elevado, o tempo em que a temperatura do banho metálico leva para alcançar a temperatura liquidus ( $T_L$ ) não é o suficiente para voltar ao estágio inicial sem perturbações.

Assim as perturbações no banho metálico de magnésio interferiram na macroestrutura das distâncias de 15 e 30 milímetros da base refrigerada apresentando uma estrutura bruta irregular e após os 30 milímetros de altura o lingote tendeu a formar novamente uma estrutura colunar, conforme a Figura 5.16.



Figura 5.16: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio ZAXLa05413, do experimento 4.

A estrutura bruta de solidificação do experimento 5 da liga de magnésio AZ91 foi realizada na condição de fusão com 15,5 % acima da temperatura liquidus, temperatura registrada pelo termopar 1 e após foi ligado o sistema de refrigeração com água ocorrendo a solidificação forçada e unidirecional da liga AZ91.

Foi escolhida outra liga para ter um efeito comparativo com a liga em estudo, a liga escolhida de magnésio AZ91 é a mais utilizada comercialmente da ligas de magnésio e a mais conhecida. No entanto por ser outra liga de magnésio, a sua macroestrutura não foi tão bem revelada como foi o caso da liga de magnésio ZAXLa05413.

A macroestrutura da liga de magnésio AZ91, ilustrada na Figura 5.17, embora não tão nítida também mostra uma tendência à formação colunar.



Figura 5.17: Estrutura bruta de solidificação do lingote de magnésio AZ91, do experimento 5.

### 5.1.4 Medidas de tamanho de grão (TG)

O lingote resultante do experimento 1 solidificado de forma lenta e gradual apresentou uma estrutura equiaxial e os seus grãos revelados foram submetidos a medidas de tamanho de grão. Para isto foi utilizado o programa Image Tool, no qual foi importada a foto da macroestrutura equiaxial, e através das ferramentas do programa medido vários grãos em torno de 100 para cada altura de 15, 30, 45, 60 e 75 mm a partir da base refrigerada, alturas que se situam também os termopares para análise térmica e feita a média e o desvio padrão das medidas realizadas.

Os resultados de tamanho de grão por posição da base refrigerada, estão ilustrados no gráfico da Figura 5.18, onde o tamanho de grão aumenta gradualmente da base do lingote até o topo, ou seja, no sentido da região de maior extração de calor para a menor. O tamanho de grão segue uma relação linear de 0,98 milímetros para a parte mais refinada, próxima à base refrigerada até aproximadamente 2,8 milímetros de diâmetro na parte mais grosseira, em torno de 90 milímetros de distância da base refrigerada.



Figura 5.18: Gráfico correlacionando TG versus posição [mm] do experimento 1.

Com o banco de fotos da revelação microestrutural de todos os lingotes estudados em todas as alturas de 15, 30, 45, 60 e 75 milímetros a partir da base refrigerada, foram realizadas as medidas de EDS ( $\lambda_2$ ).

Todas as fotos tiradas da microestrutura foram aferidas por uma escala padrão do sistema de aquisição de imagem Ominet System Information 5.4 e após importada ao programa Image Tool para medição do espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) através das ferramentas do programa, assim foi feita para todas as fotos das microestruturas dos quatro experimento realizados por solidificação unidirecional, experimentos 2, 3, 4 e 5, onde foi forçada a formação da estrutura morfológica através de um sistema de refrigeração com água a temperatura ambiente, já que na fusão do experimento 1, liga ZAXLa05413 resfriada ao ar, não foi possível a visualização dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ), sendo possível somente a visualização dos precipitados formados sobre a matriz de magnésio e o tamanho de grão através da revelação macroestrutural.

No entanto para as fusões dos experimentos 2, 3, 4 e 5 foi possível a visualização das dendrítas sendo que a liga de magnésio AZ91 do experimento 5 a que melhor teve definição dos braços dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ), seguindo os autores (Dahle, Lee et al. 2001) que afirmam a tendência de formação dendrítica com o aumento de alumínio na ligas de magnésio.

Para o cálculo dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) dos experimentos 2, 3, 4 e 5 foram feitas varias medidas e tirada uma média e um desvio padrão para cada altura de 15, 30, 45, 60 e 75 milímetros da base refrigerada por lingote, posições estas que os termopares estavam inseridos na análise térmica.

Os resultados do espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) em função da distância da base refrigerada estão plotados nos gráficos das Figuras 5.19, 5.20, 5.21 e 5.22.

O gráfico da Figura 5.19, 5.20 e 5.21 mostra o espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) em função da distância de 15, 30, 45, 60 e 75 milímetros da base refrigerada, a mesma em que os termopares estão inseridos nos experimentos 2, 3 e 4.



Figura 5.19: EDS versus posição do experimento 2.



Figura 5.20: EDS versus posição do experimento 3.



Figura 5.21: EDS versus posição do experimento 4.

Os resultados de EDS do experimento 2 e 3 apresentaram resultados muito próximos com a mesma ordem de grandeza de  $\lambda_2$  entre as posições 15 e 75 milímetros, variando de 38,65 µm a 73,64 µm para o experimento 2 e de 41,83 µm a 70,75 µm para o experimento 3.

Já os resultados de EDS do experimento 4 apresentou um resultado um pouco diferentes principalmente ao afastar-se da base refrigerada, variando de 41,98 μm até 57,78 μm entre 15 e 75 milímetros de distância da base.

O gráfico da Figura 5.22 mostra a relação entre o EDS ( $\lambda_2$ ) e a distância de 15, 30, 45, 60 e 75 milímetros da base refrigerada para o experimento 5 da liga AZ91. O EDS ( $\lambda_2$ ) próximo da base refrigerada é maior com relação aos espaçamentos da outra liga de magnésio estuda ZAXLa05413, variando de 61,5 µm até 86,42 µm entre as distâncias de 15 e 75 milímetros da base refrigerada.



Figura 5.22: EDS versus posição do experimento 5.

# 5.1.6 Medidas do total de segregação – fases formadas.

As mesmas fotos reveladas para microestrutura dos espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ), também foram usada na análise da segregação total. Para uma maior confiabilidade dos resultados foram usadas todas as fotos tiradas dos experimentos 1, 2, 3, 4 e 5. Os resultados estão ilustrados nos gráficos das Figuras 5.23 e 5.24.

O gráfico da Figura 5.23, referente à análise de segregação total do experimento 5, liga AZ91 onde se observa que ocorreu uma segregação ao longo da frente de solidificação, aumentado conseqüentemente o percentual de fases formadas ao longo do lingote na proporção do gráfico da Figura 5.23.



Figura 5.23: Segregação total do experimento 5.

No gráfico da Figura 5.24, estão juntas a análise da segregação total dos experimentos 1, 2, 3 e 4 da liga ZAXLa05413. Nota-se que nos gráficos dos experimentos 2 e 3 (fusões de 02/10/07 e 11/12/07) com superaquecimentos de 28% e resfriamento forçado, os resultados percentuais são bem similares permanecendo ao longo de todo o lingote com aproximadamente 18%.

Já o gráfico de segregação total do experimento 1, resfriado lentamente a segregação ao longo do lingote ficou em torno de 13%, e para o caso intermediário do experimento 4 com um superaquecimento de 12% e resfriamento forçado ficou com um percentual ao longo do lingote em torno de 19%, sendo que nas posições 15 e 30 milímetros da base refrigerada, o percentual de fases formadas ficou em torno de 21% e para as posições entre 45 e 75 milímetros o percentual total de fases formadas ficou em torno de 18%.



Figura 5.24: Segregação total da liga ZAXLa05413 em diferentes condições de solidificação para os experimentos 1,2,3 e 4.

### 5.1.7 Medidas de dureza

Para medir as durezas dos experimentos 1, 2, 3, 4 e 5 nas suas respectivas alturas de 15, 30, 45, 60, 75 milímetros a partir da base refrigerada, foi utilizado Durômetro Mitutoyo do Laboratório de Fundição na escala Brinell (HB) com uma esfera de 2,5mm de diâmetro e uma carga aplicada de 62,5 kgf.

Foram feitas várias medidas por amostra aumentando a confiabilidade do ensaio com uma média e um desvio padrão, para o calculo da dureza foi utilizado o Projetor Mitutoyo como auxílio para medir a identação da calota esférica na amostra. Com a medida da penetração da calota esférica sobre a peça é possível através de uma tabela de conversão do Durômetro ter a medida em escala de dureza Brinell (HB).

Os resultados de dureza dos experimentos 1, 2, 3, 4 e 5 estão plotados nos gráficos das Figuras 5.25, 5.26, 5.27, 5.28, 5.29.

O gráfico da Figura 5.25 representa dureza em função da distância a base refrigerada. A dureza ao longo do lingote do experimento 1 com estrutura equiaxial, resfriada lentamente ao ar foi a que teve a menor dureza ao longo do lingote variando de 67 a 64 Brinell (HB) entre 15 a 75 milímetros de distância da base.



Figura 5.25: Dureza pela posição do lingote do experimento 1.

Os gráficos de dureza versus distância da base refrigerada das Figuras 5.26 e 5.27 estão os resultados de dureza ao longo do lingote dos experimentos 2 e 3 respectivamente, e apresentaram valores muito semelhantes, sendo que as variações entre os valores mínimos e máximos de cada altura se superpõem nos experimentos 2 e 3.

Nos experimentos realizados com a liga ZAXLa05413 os maiores valores de dureza foram observados nos experimentos 2 e 3 que tiveram o maior superaquecimento de início de solidificação e resfriamento forçado, mostrando a tendência da liga em aumento da dureza pelo refino da sua estrutura, já que nas alturas próximas da base a extração de calor foi mais elevada e os resultados de EDS registrados nos gráficos das Figuras 5.19 até 5.20 mostram o refinamento próximo da base refrigerada.

As durezas dos lingotes dos experimentos 2 e 3 variaram de (80,35 a 70,83) HB e (76,02 a 71,55) HB respectivamente entre 15 e 75 milímetros de distância da base refrigerada.



Figura 5.26: Dureza pela posição do lingote do experimento 2.



Figura 5.27: Dureza pela posição do lingote do experimento 3.

O gráfico da Figura 5.28, a dureza Brinell (HB) versus distância da base refrigerada, do lingote do experimento 4, os resultados variaram de (75,44 a 71,55) HB nas alturas entre 15 e 75 milímetros da base refrigerada.

Logo todos os lingotes solidificados da liga ZAXLa05413, obtiveram uma dureza no refino de sua estrutura, sendo perceptível durezas mais elevadas próximas da base refrigerada e maiores na proporção de afastamento da base refrigerada, onde tem uma taxa de resfriamento menos elevada.

No entanto o gráfico da Figura 5.29 os valores de dureza Brinell (HB) versus distância da base refrigerada, do lingote do experimento 5 da liga AZ91 apresentou resultados com um comportamento contrário aos resultados do experimentos da liga ZAXLa05413, aumentando a dureza ao afastar da base refrigerada, o que parece ter um comportamento direto com a distribuição de segregação de fases ao longo do lingote mostrado na Figura 5.23.

Assim a formação de mais fases, no caso da liga AZ91 a fase  $\beta(Mg_{17}Al_{11})$  é um dos fatores para o aumento de dureza citado também pelo autor (Buch 2003). Os valores de dureza Brinell (HB) da liga AZ91 variaram de ( 83,34 a 91,50 )HB entre as distância de 15 e 75 milímetros da base, assim como variou o percentual de segregação de 32,64% a 41,55% na mesma relação,o que indica o aumenta da fase  $\beta(Mg_{17}Al_{11})$ .



Figura 5.28: Dureza pela posição do lingote do experimento 4.



Figura 5.29: Dureza pela posição do lingote do experimento 5.

### 5.1.8 Medidas de microdureza das dendritas

Para as medidas de microdureza foi utilizado o microdurômetro Micro Hardness Tester, onde foram feitas somente medidas na fase branca, nas dendrítas, já que a identação feita com a menor carga do equipamento foi bem significativa com relação as fases e precipitados formados em torno de 20 micrometros, tornando inviável por exemplo a medida das agulhas de lantânio que se formam na liga com ordem de tamanho em torno de 2 a 5 micrometros (Anyanwu, Gokan et al. 2004).

Para as medidas das dendritas segui-se o procedimento padrão de varredura, para os experimentos 1, 2, 3, 4 e 5 onde foram feitas varias medidas para aumentar a confiabilidade com uma média e um desvio padrão. Os resultados de microdureza estão nos gráficos da Figura 5.30.

Os valores de microdureza das dendritas encontrados ao longo do lingote, entre 15 e 75 milímetros de altura em relação à base refrigerada, de todos os experimentos foram similares, variando aproximadamente de 51 a 59 HV entre os experimentos.


Figura 5.30: Microdureza das dendritas ao longo dos lingotes de todos os experimentos.

#### 5.1.9 Ensaio de tração

No ensaio de tração foi utilizado o mesmo procedimento para todos os corpos de provas extraídos dos lingotes dos experimentos 1, 2, 3, 4 e 5.

O sistema de aquisição de dados do equipamento de tração foi programado para calcular os dados de Limite de Resistência à Tração ( $\sigma_u$ ), Limite de Escoamento ( $\sigma_e$ ), Módulo de Elasticidade (E), e Alongamento Específico ( $\delta$ ), assim como fornecer os resultados em documento (.txt) dos dados relativos a força e a deformação por instante de tempo.

Os dados do documento (.txt) relativos à força e deformação por instante de tempo foram importados para a planilha do programa OriginPro 7.5 para cálculo dos valores instantâneos de tensão por deformação, com estes pontos foi montado todos os gráficos de todos os corpos de provas.

Antes do ensaio nos corpos de provas, foram feitas entre marcas de aproximadamente 18 milímetros de comprimento, sendo está a região considerada útil no ensaio para ocorrer à fratura. Também foi medido antes de cada ensaio esta distância, assim como após o ensaio na tentativa de aferir a deformação dada pelo software M-Tesc da máquina de ensaios.

Os resultados obtidos de alongamento não foram possíveis de aferir com as medidas entre marcas, pelo fato de que por se considerar uma fratura frágil, a deformação do corpo de prova é pouco significativa, e a ordem de medida de deformação na área útil (distância entre marcas de aproximadamente 18 milímetros) medida antes do ensaio deformou apenas a medida de aproximadamente 0,2 a 0,3 milímetros para a liga ZAXLa05413 e 0,5 milímetros para a liga AZ91, uma medida muito pequena e difícil precisão. Assim foi utilizado o resultado de alongamento dados pelo software como real.

No inicio de todos os ensaios foi utilizada uma pré-carga com aproximadamente 150 N, em todos os corpos de provas (cp's) para minimizar o efeito de escorregamento inicial.

Foram extraídos 20 corpos de provas (cp's) por lingote para cada experimento, totalizando 100 corpos de provas no total dos 5 lingotes avaliados. Para cada lingote foram avaliadas 5 alturas em relação a base refrigerada de 15, 30, 45, 60 e 75 milímetros. Para cada altura foram retirados 4 corpos de provas para aumentar a confiabilidade dos resultados.

Os resultados obtidos no ensaio de tração de Limite de Resistência à Tração ( $\sigma_u$ ), Limite de Escoamento ( $\sigma_e$ ), Módulo de Elasticidade (E), e Alongamento Específico ( $\delta$ ) dos corpos de provas (cp's) ensaiados estão representados nas Tabelas XX, XXI, XXII, XIII e XV para de todos os experimentos nas cinco alturas avaliadas de 15, 30, 45, 60 e 75 mm de altura. Na Tabela XX, estão os resultados obtidos no ensaio de tração para o experimento 1.

Seção transversal do lingote à 15 mm de altura da base refrigerada							
Cn's	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ <sub>e</sub>		
CP 8	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]		
1	157	57,22	0,0134	6267	51,44		
2	147	54,37	0,0094	7603	53,98		
3	150	60,81	0,0125	6816	57,68		
4	153	57,71	0,0125	6381	53,43		
MÉDIA		57,528	0,012	6766,8	54		
DESV.PADRÃO		2,63771	0,00175	605,611	2,60455		
Seção tra	Seção transversal do lingote à 30 mm de altura da base refrigerada						
	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ <sub>e</sub>		
Cp <sup>*</sup> s	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]		
1	154	58,28	0,0154	5697	53,33		
2	145	57,46	0,0127	6139	54,49		
3	146	58,07	0,0128	6497	52,5		
4	148	60,77	0,0125	7225	55,67		
MÉDIA		58,645	0,0134	6389,5	54		
DESV.PADRÃO		1,45873	0,00137	645,994	1,38177		
Seção transversal do lingote à 45 mm de altura da base refrigerada							
Crr 2a	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ <sub>e</sub>		
Cp's	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]		
1	162	53,73	0,014	6357	41,87		
2	CP PERDIDO NA USINAGEM						
3	159	58,95	0,0145	5474	55,56		
4	157	55,82	0,0135	6610	48,64		
MÉDIA		56,167	0,014	6147	49		
DESV.PADRÃO		2,62721	0,0005	596,405	6,84514		
Seção tra	nsversal do li	ingote à 60 m	m de altura d	la base refriger	ada		
<b>C 2</b>	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ <sub>e</sub>		
Cp <sup>*</sup> s	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]		
1	167	51,12	0,0133	5243	46,67		
2	159	50,84	0,0114	4630	49,19		
3	152	55,9	0,0161	5686	47,91		
4	164	47,17	0,0145	5464	41,05		
MÉDIA		51,258	0,0138	5255,8	46		
DESV.PADRÃO		3,58021	0,00198	454,683	3,58736		
Seção transversal do lingote à 75 mm de altura da base refrigerada							
Cp's	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ <sub>e</sub>		
	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]		
1	155	57,3	0,0136	6216	56,15		
2	171	54,96	0,0136	6216	49,26		
3	151	33,56	0,0108	4282	32,62		
4	146	57,06	0,013	5858	54,73		
MÉDIA		50,72	0,0128	5643	48		
DESV.PADRÃO		11,4882	0,00133	922,895	10,7967		

Tabela XX: Propriedades mecânicas (  $\sigma_{u}, \sigma_{e}, E, \delta$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 1.

Seção transversal do lingote à 15 mm de altura da base refrigerada						
Cp's	Pré- Carga [N]	σ <sub>u</sub> [MPa]	$\epsilon t = \Delta l/lo$	E [MPa]	σ <sub>e</sub> [MPa]	
1	136	104,25	0,0167	8207	95,19	
2	140	104,88	0,0147	9616	96,53	
3	140	103,95	0,0179	9002	88,27	
4	143	96,02	0,0187	8284	90,75	
MÉDIA		102	0,017	8777,3	93	
DESV.PADRÃO		4,18797	0,00174	663,951	3,84255	
Seção transversal do lingote à 30 mm de altura da base refrigerada						
Cp's	Pré- Carga [N]	σ <sub>u</sub> [MPa]	$\epsilon t = \Delta l/lo$	E [MPa]	σ <sub>e</sub> [MPa]	
1	137	92.72	0.0131	8909	92.37	
2	140	92,17	0,0166	7423	84,08	
3	138	93,71	0,0148	8380	86,86	
4	148	96,12	0,0136	8894	92,4	
MÉDIA		94	0,0145	8401,5	89	
DESV.PADRÃO		1,74702	0,00156	697,146	4,15058	
Seção transversal do lingote à 45 mm de altura da base refrigerada						
C 2-	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ <sub>e</sub>	
Cp <sup>×</sup> s	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	144	101,93	0,0165	8853	86,85	
2	141	89,84	0,0155	7895	81,08	
3	158	85,79	0,0141	8459	76,04	
4	158	95,27	0,0165	8476	82,32	
MÉDIA		93	0,0157	8420,8	81	
DESV.PADRÃO		6,99274	0,00114	394,871	4,44454	
Seção tra	nsversal do li	ingote à 60 m	m de altura d	la base refriger	ada	
Cp's	Pré- Carga [N]	σ <sub>u</sub> [MPa]	$\epsilon t = \Delta l/lo$	E [MPa]	σ <sub>e</sub> [MPa]	
1	154	99,9	0,01665	9650	84,13	
2	149	89,11	0,0153	8868	74,47	
3	153	92,25	0,0188	8786	71,03	
4	CP PERDIDO NA USINAGEM					
MÉDIA		93	0,0169	9101,3	76	
DESV.PADRAO		5,54987	0,00177	476,925	6,79165	
Seção transversal do lingote à 75 mm de altura da base refrigerada						
Cp's	Pré- Carga [N]	σ <sub>u</sub> [MPa]	$\epsilon t = \Delta l/lo$	E [MPa]	σ <sub>e</sub> [MPa]	
1	160	93,08	0,0154	9063	79,53	
2	182	91,57	0,0154	10236	73,15	
3	190	87,55	0,0143	9439	74,58	
4	152	80,65	0,0147	8186	70,18	
MÉDIA		88	0,01495	9231	74	
DESV.PADRÃO		5,55565	0,00054	851,183	3,90358	

Tabela XXI: Propriedades mecânicas (  $\sigma_{u}$ ,  $\sigma_{e}$ , E,  $\delta$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 2.

Seção transversal do lingote à 15 mm de altura da base refrigerada						
Cn's	Pré-	σu	€t =∆l/lo	Ε	σ <sub>e</sub>	
Ch 8	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	155	86,63	0,021	5530	76,12	
2	159	87,24	0,0125	8811	85,55	
3	161	93,31	0,011	9632	87,38	
4	153	82,34	0,0138	7004	82,3	
MÉDIA		87	0,0146	7744,3	83	
DESV.PADRÃO		4,51474	0,00443	1839,6	4,94657	
Seção transversal do lingote à 30 mm de altura da base refrigerada						
	Pré-	$\sigma_{\rm u}$	€t =∆l/lo	Ε	σ <sub>e</sub>	
Ch 8	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	148	88,22	0,0158	6611	83,47	
2	149	93,16	0,014	8169	85,28	
3	160	92,91	0,0165	8171	82,07	
4	161	78,56	0,0135	7026	77,29	
MÉDIA		88	0,015	7494,3	82	
DESV.PADRÃO		6,82435	0,00143	798,471	3,42078	
Seção tra	nsversal do li	ingote à 45 m	m de altura d	la base refriger	ada	
Cn <sup>2</sup> a	Pré-	$\sigma_{\rm u}$	<b>€t</b> =∆l/lo	Ε	σ <sub>e</sub>	
Ch 8	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	162	81,89	0,0141	6908	81,79	
2	162	85,28	0,0153	7279	79,28	
3	160	77,02	0,0136	7300	72,83	
4	166	97,97	0,0167	7880	91,66	
MÉDIA		85	0,0149	7341,8	81	
DESV.PADRÃO		8,95331	0,00138	401,469	7,8179	
Seção tra	nsversal do li	ingote à 60 m	m de altura d	la base refriger	ada	
Cn's	Pré-	$\sigma_{\rm u}$	<b>€t</b> =∆l/lo	Ε	σ <sub>e</sub>	
Ch 8	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	162	87,29	0,0167	6566	82,93	
2	169	94,84	0,0188	6432	87,37	
3	164	97,44	0,0179	7824	84,43	
4	CP PERDIDO NA USINAGEM					
MÉDIA		93	0,0178	6940,7	85	
DESV.PADRÃO		5,27233	0,00105	767,918	2,25858	
Seção transversal do lingote à 75 mm de altura da base refrigerada						
Cp's	Pré-	$\sigma_{u}$	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ <sub>e</sub>	
	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	167	84,4	0,0148	7478	77,17	
2	158	84,41	0,0129	8398	80,4	
3	171	81,07	0,0142	8457	69,28	
4	VALORES DESCARTADOS, ROMPEU FORA DA REGIÃO ENTRE MARCAS					
MÉDIA		83	0,014	8111	75	
DESV.PADRÃO		1,9254	0,00097	548,987	5,72	

Tabela XXII: Propriedades mecânicas (  $\sigma_{u,} \sigma_{e,} E, \delta$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 3.

Seção transversal do lingote à 15 mm de altura da base refrigerada						
Cn's	Pré-	$\sigma_{\rm u}$	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ <sub>e</sub>	
Ch 8	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	151	65,08	0,0168	8764	49,27	
2	149	68,15	0,0193	7435	48,25	
3	157	70,67	0,0197	8541	48,51	
4	151	66,04	0,0202	7342	46,66	
MÉDIA		67	0,019	8020,5	48	
DESV.PADRÃO		2,48049	0,00151	736,407	1,09728	
Seção tra	nsversal do li	ingote à 30 m	m de altura d	la base refriger	ada	
Cn's	Pré-	$\sigma_{u}$	$\epsilon t = \Delta l/lo$	$\mathbf{E}$	σ <sub>e</sub>	
ср з	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	159	81,51	0,0197	8306	58,93	
2	156	76,15	0,0156	8432	59,82	
3	163	85,9	0,0181	8947	62,72	
4	149	77,64	0,0215	7941	51,55	
MÉDIA		80	0,0187	8406,5	58	
DESV.PADRÃO		4,36357	0,0025	416,165	4,75388	
Seção tra	nsversal do li	ingote à 45 m	m de altura d	la base refriger	ada	
Cn's	Pré-	$\sigma_{u}$	$\epsilon t = \Delta l/lo$	$\mathbf{E}$	σ <sub>e</sub>	
ср з	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	154	95,41	0,0173	9001	78,55	
2	158	83,04	0,0202	7660	59,92	
3	168	86,21	0,0145	8741	76,73	
4	157	101,31	0,0155	10167	85,83	
MÉDIA		91	0,0169	8892,3	75	
DESV.PADRÃO		8,38808	0,0025	1029,26	10,9548	
Seção tra	nsversal do li	ingote à 60 m	m de altura d	la base refriger	ada	
Cn's	Pré-	σ	$\epsilon t = \Delta l/lo$	<b>E</b>	σ <sub>e</sub>	
°P ~	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	162	75,94	0,0138	9610	59,54	
2	154	78,67	0,012	9407	74,34	
3	161	81,19	0,0133	9016	71,2	
4	163	93,55	0,017	8923	75,78	
MEDIA		82	0,014	9239	70	
DESV.PADRAO		7,77636	0,00212	324,268	7,3691	
Seção transversal do lingote à 75 mm de altura da base refrigerada						
Cp's	Pré-	σ	$\epsilon t = \Delta l/lo$	E	σ <sub>e</sub>	
	Carga [N]					
	165	89,03	0,018	8600	69,64	
2	183	83,4	0,0166	9511	60,91	
3	157	92,34	0,0182	9329	70,07	
4	CP PERDIDO NA USINAGEM					
MEDIA		88	0,0176	9146,7	67	
DESV.PADRAO		4,51989	0,00087	482,094	5,16887	

Tabela XXIII: Propriedades mecânicas (  $\sigma_{u,}$   $\sigma_{e,}$   $E_{,}$   $\delta) obtidas no ensaio de tração para o experimento 4.$ 

Seção transversal do lingote à 15 mm de altura da base refrigerada						
Cp's	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Е	σe	
	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	150	97,99	0,0334	8021	51,48	
2	153	86,81	0,0383	7636	45,66	
3	154	69,76	0,022	6166	51,24	
4	157	78,52	0,0386	5771	43,47	
MÉDIA		83	0,033	6899	47	
DESV.PADRÃO		12,03	0,0078	1097	4,0249	
Seção transversal do lingote à 30 mm de altura da base refrigerada						
Cr.2a	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Е	σ <sub>e</sub>	
Cps	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	154	92,88	0,0307	7333	54,44	
2	153	100,3	0,0391	7553	48,23	
3	164	98,74	0,0359	8082	55,27	
4	157	86,64	0,0415	7260	42,02	
MÉDIA		94	0,037	7557	50	
DESV.PADRÃO		6,217	0,0047	371,5	6,1725	
Seção transversal do lingote à 45 mm de altura da base refrigerada						
<u> </u>	Pré-	σu	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Е	σ <sub>e</sub>	
Cp´s	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	153	93,17	0,0324	8106	48,92	
2	163	96,92	0,0316	6881	58,14	
3	153	92,53	0,0297	7056	53,52	
4	154	90,82	0,0328	6576	66,22	
MÉDIA		93	0,032	7155	57	
DESV.PADRÃO		2,572	0,0014	664,5	7,3789	
Seção tra	nsversal do li	ingote à 60 m	m de altura d	la base refriger	ada	
<u> </u>	Pré-	σ	$\epsilon t = \Delta l/lo$	Ε	σ	
Cp´s	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	160	119,4	0,033	8970	64,94	
2	158	97,4	0,021	9118	70,19	
3	156	96,33	0,0357	6904	56,38	
4	160	102,28	0,04	6538	58,48	
MÉDIA		104	0,032	7883	62	
DESV.PADRÃO		10,68	0,0081	1351	6,2903	
Seção transversal do lingote à 75 mm de altura da base refrigerada						
Cp's	Pré-	σ	$\epsilon t = \Delta l/lo$	E	σ <sub>e</sub>	
	Carga [N]	[MPa]		[MPa]	[MPa]	
1	162	145,44	0,0378	10175	90,83	
2	155	140,44	0,0319	8979	102,5	
3	155	128,4	0,0279	10093	87,82	
4	156	129,3	0,0307	9388	84,25	
MÉDIA		136	0,032	9659	91	
DESV.PADRÃO		8,395	0,0042	574,6	7,9049	

Tabela XXIV: Propriedades mecânicas (  $\sigma_{u,\sigma_{e,}} E_{,\delta}$ )obtidas no ensaio de tração para o experimento 5.

#### 5.1.10 Relação das propriedades mecânicas ao longo do lingote.

Os resultados de tração mostrados nas Tabelas XX, XXI, XXII, XXIII e XXIV foram usados para plotar os gráficos com as propriedade mecânica ao longo do lingote.

Para montagem dos gráficos foram utilizados os valores médios, máximos e mínimos para o Limite de Resistência à Tração ( $\sigma_u$ ), Limite de Escoamento ( $\sigma_e$ ), Módulo de Elasticidade (E), e Alongamento Específico ( $\delta$ ) de cada altura dos lingotes de todos os 5 experimentos e feita a correlação gráfico com uma equação representativa para cada gráfico plotado.

## 5.1.11 Limites de resistência à tração

No gráfico da Figura 5.31, está a correlação entre o Limite de Resistência a Tração  $(\sigma_u)$  e a posição para o experimento 1, onde mostra a tendência da relação de Resistência a Tração mais elevada próxima da base e menos elevada afastando-se dela.

Nesta análise os resultados de limite de resistência à tração do lingote da liga ZAXLa05413 do experimento 1, solidificado de forma lenta e gradual foi o que apresentou os menores valores de resistência com relação a todos outros lingotes da liga ZAXLa05413 dos outros experimento solidificados unidirecionalmente de forma forçado.



Figura 5.31: Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 1.

Nos gráficos das Figuras 5.32 e 5.33 estão plotados os valores de Limite de Resistência a Tração ( $\sigma_u$ ) versus a posição, dos lingotes do experimento 2 e 3, que foram solidificados em condições e parâmetros iniciais similares no qual nas posições entre 15 e 75 milímetros os valores máximos e mínimos de Limite de Resistência a Tração se superpõem, ambos resultados apresentaram maior Limite de Resistência a Tração próximos da base refrigerada onde se tem uma maior taxa de resfriamento, sendo o refinamento da estrutura o responsável pelo acréscimo de Resistência.



Figura 5.32: Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 2.



Figura 5.33: Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 3.

No gráfico da Figura 5.33, os valores de Limite de Resistência a Tração para a posição de 60 milímetros (mm) foi descartado já que ficou fora dos valores da equação geral a representativa do gráfico plotada.

No gráfico da Figura 5.34, a correlação entre o Limite de Resistência a Tração ( $\sigma_u$ ) versus a posição, do lingote do experimento 4 apresentou um comportamento mais linear quando comparado aos experimentos 2 e 3.

As condições de solidificação da liga, com um superaquecimento mais baixo em torno de 12 % acima da temperatura líquidus ( $T_L$ ) levaram a uma formação irregular da macroestrutura no início da solidificação, provavelmente em função da interferência do contato da água com a base refrigerada, não tendo tempo suficiente para o banho metálico atingir o estado inicial sem perturbações ao atingir a temperatura líquidus ( $T_L$ ) início de solidificação da liga ZAXLa05413. Assim os resultado gerados de limite de resistência para as distâncias de 15 e 30 milímetros da base refrigerada tiveram respectivamente valores baixos de 68 e 80 MPa. Estes valores foram descartados para extrapolação e correlação de uma equação geral do experimento 4, utilizando os outros 3 pontos de 45, 60 e 75 milímetros na qual a macroestrutura retornou a uma tendência colunar.



Figura 5.34: Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 4.

O comportamento do gráfico da Figura 5.35 mostra maior resistência ao afastar-se da base refrigerada. O fator de maior contribuição para este acontecimento está provavelmente correlacionado com o aumento da segregação ao longo do lingote, sendo possivelmente a segregação do alumínio na frente do avanço da solidificação. No caso da liga de magnésio AZ91 o alumínio segregado na frente de solidificação propicia a formação da fase  $\beta$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) aumentando o limite de resistência a tração. O que condiz com a literatura onde o autor (Kainer. and V 2003) correlaciona a fase  $\beta$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) com o aumento de resistência mecânica.



Figura 5.35: Limite de Resistência a Tração versus posição do experimento 5.

## 5.1.12 Limites de escoamento

O gráfico da Figura 5.36, mostra a relação entre o Limite de Escomaneto e a posição do lingote do experimento 1, solidificado de forma lenta e gradual. A correlação mostra uma resistência ao escoamento mais elevada ao aproximar-se da base, ou seja, maior resistência no sentido de maior extração de calor e vice-versa.



Figura 5.36: Limite de Escoamento versus posição do experimento 1.

Os gráficos das Figuras 5.37 e 5.38, mostram a correlação do Limite de Escoamento versus posição dos lingotes dos experimentos 2 e 3.

Os resultados são um tanto quanto similares, sendo que os valores máximos e mínimos de Limite de Escoamento com relação aos pontos entre 15 e 75 milímetros se superpõem. Para efeito de respostas de tensão entre 97 e 85 MPa a diferença é pouco significativa, considerando-se como relações mecânicas de resistência ao escoamento similares para os experimentos 2 e 3 que foram realizadas com parâmetros de solidificação iniciais também similares.



Figura 5.37: Limite de Escoamento versus posição do experimento 2.



Figura 5.38: Limite de Escoamento versus posição do experimento 3.

No gráfico da Figura 5.39, mostra a relação ente o Limite de Escoamento versus a posição do lingote do experimento 4, para este gráfico foram descartados os valores de Limite de Escoamento das posição 15 e 30 milímetros, pelo mesmo motivo já citado para a extrapolação e correlação de uma equação geral representativa do Limite de Escoamento ao longo do lingote. Assim foi utilizado somente os pontos relevantes às alturas de 45, 60 e 75 milímetros para extrapolar a equação geral do Limite de Escoamento em função da posição.



Figura 5.39: Limite de Escoamento versus posição do experimento 4.

No gráfico da Figura 5.40, mostra a relação entre o Limite de Escoamento versus posição do lingote do experimento 5 realizado com a liga AZ91, o resultado de Limite de Escoamento foi adverso aos resultados de Limite de Escoamento da liga ZAXLa05413, assim como, ocorreu com o resultado de Limite de Resistência a Tração.

No gráfico da Figura 5.40 a relação de aumento do limite de escoamento segue para valores mais elevados quanto mais afastado da base refrigerada, tendo possivelmente uma relação direta com a formação de fases que também aumenta na mesma proporção. A liga AZ91 tem 9% de alumínio e este é segregado ao longo do lingote pela frente de solidificação deixando as regiões mais afastadas com um limite de escoamento também maior provavelmente pela formação da fase  $\beta$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>), seguindo a idéia dos autores (Wang 2006).



Figura 5.40: Limite de Escoamento versus posição do experimento 5.

## 5.1.13 Alongamento específico

No gráfico da Figura 5.41, o resultado de alongamento específico com relação à posição do lingote do experimento 1, mostrando uma tendência quase linear de alongamento em torno de 1,4 % ao longo do lingote. Apresentando um valor de alongamento específico percentual extremamente baixo, o que é característico de materiais frágeis (Dieter 1981),(Garcia, Spim et al. 2000),(Callister 2002).



Figura 5.41: Alongamento Específico versus posição do experimento 1.

Os gráficos das Figuras 5.42 e 5.43, mostram o Alongamento Específico versus posição para os lingotes dos experimentos 2 e 3.

Os resultados de Alongamento Específico para os dois lingotes foram muito similares, sendo a equação geral de extrapolação dos resultados basicamente a mesma, o valor percentual dos experimentos variaram de 1,6 a 1,5 % de alongamento entre as distâncias 15 e 75 milímetros de altura do lingote a partir da base.



Figura 5.42: Alongamento Específico versus posição do experimento 2.



Figura 5.43: Alongamento Específico versus posição do experimento 3.

Os resultados de Alongamento Específico para o lingote do experimento 4, segundo o gráfico da Figura 5.44, mostra uma variação de 1,85 % para 1,8 %, no sentido da base refrigerada para a escória nas posições de 15 até 75 milímetros. Apresentando um valor um pouco maior que dos experimentos 2 e 3, mas pouco significativo em termos de alongamento, uma variação de apenas 0,2 % em alongamento.

Para todas as condições experimentais de solidificação da liga ZAXLa05413 o resultado de alongamento foi extremamente baixo, variando de 1,4 até 1,8%, caracterizando a liga ZAXLa05413 como comportamento frágil.

Para um comportamento frágil as tensões localizadas continuam a aumentar se não existir um escoamento localizado, até que se desenvolvam trincas em um ou mais pontos de concentração de tensões que se propagam rapidamente por toda a seção (Callister 2002).



Figura 5.44: Alongamento Específico versus posição para experimento 4.

O resultado de Alongamento Específico do experimento 5 realizado com a liga AZ91 apresentou um alongamento mais elevado comparado com a liga ZAXLa05413, conforme mostra o gráfico da Figura 5.45. A liga fundida neste caso AZ91, de fato mostrou um alongamento específico bem mais elevado que a liga ZAXLa05413, na proporção de aproximadamente 1,6 % para 3,5 % respectivamente, este resultado é principalmente pelo fato de conter mais elemento de liga no caso o alumínio que eleva a ductilidade da liga de magnésio (Jing 2006). Para a liga AZ91 do experimento 5 o alongamento variou de 3,5 a 3,2% entre as posições de 15 e 75 milímetros de altura com relação a base refrigerada.



Figura 5.45: Alongamento Específico versus posição para experimento 5.

#### 5.1.14 Relação das propriedades mecânicas versus EDS ( $\lambda_2$ )

Embora os fenômenos que envolvam a solidificação sejam extremamente complexos, sabe-se que há uma grande influência destes parâmetros no comportamento mecânico das ligas no estado bruto de fusão que apresentam, dentro dos grãos cristalinos individuais, uma rede dendrítica com teor de soluto que varia continuamente, uma complexa dispersão de segundas fases, porosidades e inclusões (Garcia 2005).

Quanto ao tamanho de grão em particular sabe-se que quanto mais refinado é mais elevada é a resistência mecânica da liga, neste contexto pode-se citar a equação de Hall-Petch, que correlaciona a tensão de escoamento como diretamente proporcional ao inverso da raiz quadrada do diâmetro do grão.

Na literatura a trabalhos que relacionam o grau de refino do espaçamento dendrítico como fator mais influente que o tamanho de grão sobre as propriedades mecânicas (Quaresma 2000; Osorio 2002; Garcia 2005).

Seguindo a mesma linha de pesquisa dos autores (Quaresma 2000; Osorio 2002; Garcia 2005) os gráficos que seguem foram plotados correlacionando as propriedades mecânicas com o tamanho de grão e com o espaçamento dendrítico secundário  $Q_2^{-1}$ .

#### 5.1.14.1.Resultados de Limite de Resistência a Tração para todos os experimentos

Para o gráfico da Figura 5.46, a relação entre o Limite de Resistência a Tração versus o inverso da raiz quadrada do tamanho de grão mostrou uma relação diretamente proporcional, segundo a Equação 20, que neste caso é do lingote do experimento 1 realizado com a liga ZAXLa05413.

$$\sigma_u = 30,637 + 1044,77 \times \left(\frac{1}{d^2}\right)$$
(20)



Figura 5.46: Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 1

Nos gráficos das Figuras 5.47 e 5.48 os valores de Limite de Resistência a Tração ( $\sigma_u$ ) da liga ZAXLa05413 dos experimentos 2 e 3 estão relacionados com o inverso da raiz quadrada do espaçamento dendrítico secundário ( $1/\sqrt{\lambda_2}$ ), onde os valores de  $Q_2$  mais a esquerda do gráfico correspondem a espaçamentos maiores e a direita menores.

Ambos resultados apresentaram-se similares, sendo que as equações 21 e 22 representam os valores de Limite de Resistência a Tração dos experimentos 2 e 3 respectivamente.

$$\sigma_{u} = 58,8 + 285,85 \times \left(\frac{1}{\left( \sqrt[6]{2} \right)^{\frac{6}{5}}} \right)$$
(21)

$$\sigma_{u} = 56,16 + 227,25 \times \left(\frac{1}{\left(\frac{1}{2}\right)^{-6,5}}\right)$$
(22)



Figura 5.47: Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 2



Figura 5.48: Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 3

O Limite de Resistência a Tração para a liga ZAXLa05413 do experimento 4 em função do inverso da raiz quadrada do espaçamento dendrítico secundário $(1/\sqrt{\lambda_2})$ , mostrado na Figura 5.49, apresentou uma correlação linear e direta entre os dois parâmetros, no entanto quando comparado os resultados com os experimentos 2 e 3 a variação do valores de Limite de Resistência a Tração para o experimento 4, alterou mais suavemente ao longo do lingote nas distâncias entre 15 e 75 milímetros.

Para o cálculo da equação retilínea do experimento 4 foi desconsiderado os pontos correspondentes à região na qual a macroestrutura apresentou-se irregular, considerando-se somente os pontos a partir do qual a região do lingote voltou a ter uma macroestrutura com tendência colunar.

A Equação 23 representa a relação direta entre o Limite de Resistência a Tração com o inverso da raiz quadrado do espaçamento dendrítico secundário  $(1/\sqrt{\lambda_2})$  da liga ZAXLa05413 do experimento 4.

$$\sigma_{u} = 73,87 + 102,72 \times \left(\frac{1}{\lambda_{2}^{0.5}}\right)$$
(23)



Figura 5.49: Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 4

O limite de Resistência a Tração para a liga AZ91 do experimento 5 em função do inverso da raiz quadrada do espaçamento dendrítico secundário  $(1/\sqrt{\lambda_2})$  não apresentou o mesmo resultado da liga ZAXLa05413, assim o comportamento da liga AZ91 não tem uma relação direta entre o Limite de Resistência a Tração pelo inverso da raiz quadrada do  $(\eta_2)$ , e não segue a tendência citada pelos autores (Quaresma 2000; Osorio 2002; Garcia 2005).

No caso do experimento 5 com a liga AZ91 o limite de Resistência a Tração apresentou-se mais elevado para espaçamento dendríticos secundários  $\langle Q_2 \rangle$  também maiores, conforme está representado no gráfico da Figura 5.50, neste caso o fator preponderante para o aumento do Limite de Resistência a Tração da liga AZ91, segundo o autor (Jing 2006) é o aumento de alumino com elemento de liga do magnésio, e para o caso do lingote da liga AZ91 do experimento 5, apresentou uma segregação neste sentido, mostrado na Figura 5.23, que no caso da liga AZ91 com 9% de alumino, corresponde provavelmente a segregação do alumínio formando a fase  $\beta$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>), responsável pelo acréscimo do Limite de Resistência a Tração.

A Equação 24 foi a que melhor correspondeu aos dados experimentais entre o Limite de Resistência a Tração e o  $\langle q_2 \rangle$  ao longo do lingote, entre as distâncias 15 e 75 milímetros para o experimento 5 da liga de magnésio AZ91.



$$\sigma_U = 1,7618 \times 10^{14} \times e^{\frac{-\lambda_2}{0,00363}} + 1,7618 \times 10^{14} \times e^{\frac{-\lambda_2}{0,00363}} + 84,43$$
(24)

Figura 5.50: Limite de Resistência Tração para o lingote do experimento 5

#### 5.1.14.2. Resultados de Limite de Escoamento para todos os experimentos

O gráfico da Figura 5.51 representa o Limite de Escoamento da liga ZAXLa05413 do experimento 1, e está de acordo com a equação de Hall-Petch relacionando o Limite de Escoamento diretamente com o inverso da raiz quadrado do tamanho de grão (TG), conforme Equação 25.

$$\sigma_e = 16,47 + 1423,80 \times \left(\frac{1}{d^2}\right) \tag{25}$$



Figura 5.51: Limite de Escoamento para o lingote do experimento 1

Os gráficos das Figuras 5.52 e 5.53 estão correlacionando os valores de Limite de Escoamento da liga ZAXLa05413 dos experimentos 2 e 3. Os resultados de Limite de Escoamento de ambos experimentos tendem a valores muito similares ao longo da região de análise do lingote da base refrigerada até a altura de 75 milímetros. A Equação 26 corresponde ao experimento 2 e a Equação 27 ao experimento 3.

$$\sigma_e = 35,67 + 364,75 \times \left(\frac{1}{\lambda_2^{0.5}}\right)$$
(26)



Figura 5.52: Limite de Escoamento

para o lingote do experimento 2

$$\sigma_e = 52,73 + 201,42 \times \left(\frac{1}{\lambda_2^{0.5}}\right)$$
(27)



Figura Limite de

Escoamento para o lingote do experimento 3

5.53:

No gráfico da Figura 5.54 a relação entre o Limite de Escoamento e o inverso do espaçamento dendrítico secundário da liga ZAXLa05413 do experimento 4, os dados de espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) correlacionados com as alturas de 15 e 30 milímetros da base refrigerada foram descartados, já que nesta região ocorreu uma interferência na morfologia colunar, mostrado na Figura 5.17.

Para Equação (28) foi utilizado os resultados de espaçamento dendrítico secundário  $(\lambda_2)$  referentes as alturas de 45, 60 e 75 milímetros de altura com relação a base refrigerada versus os valores de Limite de Escoamento para cada ponto de analisado.

$$\sigma_e = -32,9 + 759,69 \times \left(\frac{1}{\lambda_2^{0,5}}\right)$$
(28)



Figura 5.54: Limite de Escoamento para o lingote do experimento 4

O Limite de Escoamento versus o inverso da raiz quadrada do espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) da liga AZ91 do experimento 5 apresentou resultado adverso ao da liga ZAXLa05413, ilustrado no gráfico da Figura 5.55. O resultado não segue a linha de raciocínio utilizada para a liga ZAXLa05413, sendo o fator preponderante para a liga AZ91 a princípio a segregação da fase  $\beta$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) ao longo do lingote, que aumenta no sentido da base do

Os valores de maior Limite de Escoamento correspondem aos maiores espaçamentos dendríticos secundário ( $\lambda_2$ ), mostrando que o refinamento não é o fator preponderante na elevação do Limite de Escoamento, no entanto para os maiores valores de Limite de Escoamento, também coincidentemente temos os maiores percentuais de fases  $\beta$  formada, o que indica ser a formação da fase  $\beta$  como fator preponderante no caso desta liga AZ91 para o aumento do Limite de Escoamento.

O resultado da equação geral que melhor correspondeu ao limite de escoamento foi uma equação exponencial de segundo grau, segundo a Equação 29.

$$\sigma_e = 9,84 \times 10^{17} \times e^{\frac{-\lambda_2}{0,00281}} + 9,84 \times 10^{17} \times e^{\frac{-\lambda_2}{0,00281}} + 47,96$$
<sup>(29)</sup>



Figura 5.55: Limite de Escoamento para o lingote do experimento 5

## 5.1.14.3. Resultados Alongamento Específico para todos os experimentos

Segundo o autor (Lee 2007) o acréscimo do tamanho de grão é fator preponderante para o decréscimo de alongamento da liga de magnésio AZ91, nesta seção vamos propor analisar o alongamento correlacionando com a microestrutura da liga de magnésio AZ91 e ZAXLa05413 assim como com o tamanho de grão para a liga ZAXLa05413.

A análise foi feita com os valores de alongamento retirados do ensaio de tração e das medidas de espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) assim como da medidas de tamanho de grão da liga de magnésio ZAXLa05413.

O gráfico da Figura 5.56 está correlacionando o valor de tamanho de grão da liga ZAXLa05413 fundida no experimento 1 com o alongamento. Segundo os valores obtidos também podemos afirmar que a liga ZAXLa05413 apesar de ter um leve inclinação obteve uma tendência de maior alongamento para tamanhos de grãos menores, conforme afirma o autor (Lee 2007) para a liga AZ91, nesta seção podemos afirma que correlação obtida no experimento mostra a mesma tendência para a liga ZAXLa05413.



Figura 5.56: Alongamento Específico para a liga ZAXLa05413 do experimento 1.

Também optamos por analisar o comportamento do alongamento específico da liga ZAXLa05413 com relação a sua microestrutura, mais especificamente com o tamanho do espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ), assim foi feito para os experimentos 2 e 3 onde foi realizada também a fusão e análise térmica com liga ZAXLa0513 em condições similares. Os valores obtidos estão plotados nos gráfico das Figuras 5.57 e 5.58.

Os resultados de alongamento específico ao longo do lingote, entre as distâncias de 15 e 75 milímetros de distância da base refrigerada mostraram-se similar para os experimento 2 e 3, assim como neste caso também podemos afirma que existe uma correlação também direta não só com o tamanho de grão mas também com o espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) e os valores de alongamento específico, seguindo a linha de pensamento dos autores (Quaresma 2000; Garcia 2005). Neste caso o Alongamento Específico também diminui com o aumento do espaçamento dendrítico secundário para a liga ZAXLa05413, conforme mostra os gráficos das Figuras 5.57 e 5.58 onde os valores do eixo x mais a esquerda correspondem a espaçamentos dendríticos secundários ( $\lambda_2$ ) e a direita menores.



Figura 5.57: Alongamento Específico para a liga ZAXLa05413 do experimento 2.



Figura 5.58: Alongamento Específico para a liga ZAXLa05413 do experimento 3.

No gráfico da Figura 5.59 foi correlacionado o espaçamento dendrítico secundário  $(\lambda_2)$  com o alongamento para o experimento 4 também realizado com a liga ZAXLa05413, mas com condições e parâmetros de solidificação um pouco diferentes dos experimentos 2 e 3.

O resultado de alongamento para o experimento 4 também mostra uma tendência de decréscimo do alongamento com o acréscimo do espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ).



Figura 5.59: Alongamento Específico para a liga ZAXLa05413 do experimento 4.

No caso da liga AZ91, para esta análise optamos em correlacionar o alongamento com relação a valores microestruturais, em função do espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ), já que para as relações macroestruturais já é sabido segundo o autor (Lee 2007) a relação direta entre o tamanho de grão e o alongamento.

Os resultados obtidos mostrados na Figura 5.60, mostra a relação também direta entre o espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) e o alongamento para a liga AZ91, seguindo a mesma linha de pensamento só que neste caso correlacionando com a microestrutura, ou seja, com o acréscimo de ( $\lambda_2$ ) o valor de alongamento decai.

Também foi observada uma variação de resposta entre o alongamento específico da liga de magnésio AZ91 e ZAXLa05413, onde para a liga AZ91 o alongamento foi em média de 3% e para a liga ZAXLa0513 de 1,4%. Sendo a liga ZAXLa05413 que apresentou um comportamento mais frágil.



Figura 5.60: Alongamento Específico para a liga AZ91 do experimento 5

## 5.1.14.4. Resultados de Dureza para todos os experimentos

Segundo o autores (Caceres, Griffiths et al. 2005) um dos responsáveis pela elevação da dureza na liga de magnésio AZ91 é a formação da fase  $\beta$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>), a idéia nesta seção é verificar a influência na liga AZ91 e aplicar a idéia do autores (Quaresma 2000; Garcia 2005) citadas na qual defendem a idéia de uma relação direta entre os espaçamentos dendríticos secundários com as propriedades mecânicas da liga.

Neste contexto foi medida a dureza das ligas de magnésio AZ91 e ZAXLa05413, ao longo do lingote e correlacionado os valores com as medidas de espaçamento dendríticos secundário ( $\lambda_2$ ).

Os resultados estão citados nos gráficos abaixo, para o gráfico da Figura 5.61, foi correlacionado o tamanho de grão com a dureza. O autor (Lee 2007), afirma ter uma relação direta entre as propriedades mecânicas e o tamanho de grão da liga AZ91, neste caso também podemos afirmar esta correlação para a liga ZAXLa0513 no qual o acréscimo do tamanho de grão diminui a dureza, segundo a Equação 30:

$$HB = 57.838 + 356.32 \times P$$

onde:

HB = Dureza Brinell (HB)

P= Distância ao longo do lingote a partir da base

(30)

Para a Equação 29 a correlação entre os dados experimentais e a equação foi com um  $R^2$ =0,95, o que realça ainda mais a correlação entre o tamanho de grão e a dureza da liga ZAXLa05413.



Figura 5.61: Dureza Brinell (HB) para a liga ZAXLa05413 do experimento 1.

Os gráficos da Figuras 5.62 e 5.63 estão correlacionando os valores de dureza e espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ), e os dados confirmam a tendência de elevação de dureza com o refino do espaçamento dendrítico secundário, mostrado nos dois gráficos tirados dos lingotes dos experimentos 2 e 3.



Figura 5.62: Dureza Brinell (HB) para a liga ZAXLa05413 do experimento 2.



Figura 5.63: Dureza Brinell (HB) para a liga ZAXLa05413 do experimento 3.

O resultado expresso na Figura 4, também apresentou a mesma relação de aumento da dureza com o refino da microestrutura, ou seja, para espaçamentos dendríticos secundários menores tem um aumento da dureza para a liga ZAXLa05413 do experimento 4.



Figura 5.64: Dureza Brinell (HB) para a liga ZAXLa05413 do experimento 4.

O resultado de dureza apresentado para a liga AZ91, foi adverso quando comparado com a liga ZAXLa05413, mostrando neste caso que o principal responsável pela elevação da

125

que aumenta segundo a proporção da Figura 5.27, e está de acordo com o que afirma o autor (Caceres, Griffiths et al. 2005)

O resultado de dureza por espaçamento dendrítico está plotado no gráfico da Figura 5.65.



Figura 5.65: Dureza Brinell (HB) para a liga AZ91 do experimento 5.

# 6.0 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos na análise do comportamento mecânico das ligas de magnésio ZAXLa056413 e AZ91 solidificadas num aparato desenvolvido especialmente para análise térmica das ligas de magnésio demonstrou que:

O Limite de Resistência a Tração, o Limite de Escoamento e a Dureza da liga de magnésio ZAXLa05413 tem uma correlação direta entre o refinamento macroestrutural e microestrutural, ou seja, com o tamanho de grão (TG) e o espaçamento dendrítico secundário  $(\lambda_2)$ . No entanto, os resultados indicam uma maior influência do espaçamento dendrítico.

Porém ao contrário da liga ZAXLa05413 a liga AZ91 o refino microestrutural não é o fator influente nas propriedades mecânicas, mostrando ser a segregação o principal fator. No caso da liga AZ91 é o elemento alumínio que segrega e tende a formar a fase  $\beta$  (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) responsável pela elevação das propriedades mecânicas da liga.

Assim para injeção sob pressão das ligas de magnésio, em relação à liga ZAXLa05413, é mais eficaz aplicar taxas de resfriamento elevadas, já para a liga de magnésio AZ91 taxas mais amenas são favoráveis para resultados melhores de propriedades mecânicas.

Correlacionando com os parâmetros térmicos de solidificação, em relação à liga ZAXLa05413 em condições similares de taxas de resfriamento, os gradientes térmicos mais elevados e as velocidades mais amenas são preferíveis para melhores resultados com relação as propriedades mecânicas.

No Alongamento Específico o grau de refinamento do espaçamento dendrítico é ainda mais efetivo que o próprio tamanho de grão, influenciando diretamente o alongamento de ambas as ligas ZAXLa05413 e AZ91.

No processo *de* injeção sob pressão, onde se tem elevadas taxas de resfriamento, a liga que apresentaria um comportamento mecânico em melhores condições seria a liga ZAXLa05413 quando comparada com a liga AZ91.

## 7.0 PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS

 Estudar o comportamento mecânico de ligas de magnésio ZAXLa05613, MRI230D e MRI 201S e compará-las com os resultados obtidos nas ligas ZAXLa05413 e AZ91 neste trabalho.

2. Utilizar os resultados mecânicos e as respectivas correlações aos parâmetros e variáveis de solidificação objetivando um banco de dados para ser utilizado num software capaz de prever através dos parâmetros e variáveis de solidificação as propriedades mecânicas desejadas na projeção de peças da indústria metal-mecânica.

3. Após estudo dos fenômenos de solidificação assim como das propriedades mecânicas das ligas, indicar a que melhor se adapta para injeção em injeção sob pressão.

4. Projetar um aparato experimental piloto de injeção da liga, na fabricação de cilindros, neste caso há necessidade de uma parceria empresarial.

5. Estudar o comportamento mecânico destas ligas em diferentes condições de temperaturas, neste caso a necessidade de montagem de todo o aparato experimental necessário.
# 8.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

### **Artigos Técnicos/Científicos**

- Anyanwu, I. A., Y. Gokan, et al. (2004). "Effect of substituting cerium-rich mischmetal with lanthanum on high temperature properties of die-cast Mg-Zn-Al-Ca-RE alloys." <u>Materials Science and Engineering</u> 380: 93-99.
- Bronfin, B., M. Katsir, et al. (2001). "Preparation and solidification features of AS21 magnesium alloy." <u>Materials Science and Engineering A</u> **302**(1): 46-50.
- Brooks, C. R. (1982). "Heat treatment, Structure and Properties of Non-ferrous Alloys."
- Buch, F., von; Kainer, K,U (2003). <u>The Current State of Technology and Potential for further</u> <u>Development of Magnesium Applications</u>. Weinheim, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KG aA,.
- Caceres, C. H., J. R. Griffiths, et al. (2005). "Microhardness mapping and the hardness-yield strength relationship in high-pressure diecast magnesium alloy AZ91." <u>Materials</u> <u>Science and Engineering: A</u> 402(1-2): 258-268.
- Dahle, A. K., Y. C. Lee, et al. (2001). "Development of the as-cast microstructure in magnesium-aluminium alloys." Journal of Light Metals 1(1): 61-72.
- Garcia, A. (2005). Influência das variáveis térmicas de solidificação na formação da macroestrutura e da microestrutura e correlação com propriedades decorrentes. <u>Revista Projeções</u>. Volume 23 p. 13-32.
- Haldnwnager, H., G;Roech, R (1998). Aplicação do magnésio na construção de veículos leves. <u>Fundição e Serviços</u>: 22 - 33.
- Hu, B., H, J. Young, et al. (2003). Tecnologias de fundição e conformação para a produção de peças de magnésio. <u>Fundição e serviçõs</u>: 16-20.

Husky (2004). Thixomolding. Fundição e Serviços: 50-58.

- Jing, B., S. Yangshan, et al. "Effect of Al contents on microstructures, tensile and creep properties of Mg-Al-Sr-Ca alloy." <u>Journal of Alloys and Compounds</u> In Press, Corrected Proof.
- Jing, B. Y., Sun; Shan, Xun; Feng, Xue; Tianbai, Zhu (2006). "Microstructure and tensile creep behavior of Mg-4Al based magnesium alloys with alkaline-earth elements Sr and Ca additions." <u>Materials Science and Engineering: A</u> 419(1-2): 181-188.
- Kainer., K. U. and B. V (2003). Magnesium alloys and technology. <u>The Current State of</u> <u>Technology and Potential for further Development of Magnesium Applications</u> Weinheim, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KG aA,: 293.
- Kurz, W., C. Bezencon, et al. (2001). "Columnar to equiaxed transition in solidification processing." <u>Science and Technology of Advanced Materials</u> 2(1): 185-191.
- Kurze, P. (2003). "Corrosion and corrosion protection of magnesium." <u>Weinheim, Wily-VCH</u> <u>Verlag GmbH&Co.KG.aA</u>.
- Lee, C. D. (2007). "Effect of grain size on the tensile properties of magnesium alloy." <u>Materials Science and Engineering: A</u> **459**(1-2): 355-360.
- Lu, Y., Q. Wang, et al. (1999). "Effects of rare earths on the microstructure, properties and fracture behavior of Mg-Al alloys." <u>Materials Science and Engineering A</u> 278(1-2): 66-76.
- Mordike, B., L ; Kainer, K,U (1998). <u>Magnesium Alloys and their Applications</u>. Weinheim, WILEY-VCH.
- Mordike, B. L. and T. Ebert (2001). "Magnesium: Properties -- applications -- potential." <u>Materials Science and Engineering A</u> **302**(1): 37-45.
- Moreno, I. P. N., T. K; Jones, J. W;Allison, J. E; Pollock, T. M. (2003). "Microstructural stability and creep of rare-earth containing magnesium alloys." <u>Scripta Materialia</u> 48(8): 1029-1034.

- Osorio, W. R. G., Amauri (2002). "Modeling dendritic structure and mechanical properties of Zn-Al alloys as a function of solidification conditions." <u>Materials Science and Engineering A</u> **325**(1-2): 103-111.
- Quaresma, J. M. S., C. A.; Garcia, A. (2000). Correlation between unsteady-state solidification conditions, dendrite spacings, and mechanical properties of Al-Cu alloys. <u>Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science</u>. Estados Unidos. v. 31A: p. 3167-3178.
- R. Fink, O. F. G., Schorndorf (2003). <u>Die Casting Magnesium</u>. Weinheim, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KG aA.
- Ravi Kumar, N. V., J. J. Blandin, et al. (2003). "Effect of alloying elements on the ignition resistance of magnesium alloys." <u>Scripta Materialia</u> 49(3): 225-230.
- Rokhlin, L. L. (2003). <u>Magnesium Alloys Containing Rare Earth Metals Structure and</u> <u>Properties</u>. London, Taylor & Francis
- Sakkinen, J. D. (1994). "Physical metallurgy of magnesium die cast alloys." <u>Society of</u> <u>Automotive Engineers - SAE. Technical Papers 940779.</u>: 71-82.
- Shih, T.-S., J.-H. Wang, et al. (2004). "Combustion of magnesium alloys in air." <u>Materials</u> <u>Chemistry and Physics</u> **85**(2-3): 302-309.
- Street, A. C. (1986). The Diecasting Book. Great Britain, Portcullis Press Limited.
- Sujit, D. (2003). Avaliação de custos da produção primária de magnésio usado em aplicações automotivas. <u>Fundição e serviços</u>: 48-58.
- Wang, Y., Q. Wang, et al. (2003). "Effects of Zn and RE additions on the solidification behavior of Mg-9Al magnesium alloy." <u>Materials Science and Engineering A</u> 342(1-2): 178-182.
- Wang, Y. L., G; Fan, Z. (2006). "A new heat treatment procedure for rheo-diecast AZ91D magnesium alloy." <u>Scripta Materialia</u> 54(5): 903-908.

- Wardlow, G. D., S.Thistlethwaite, et al. (1999). O controle da reciclagem do magnésio. <u>Fundição e Serviços</u>: 38-49.
- Zhang, Z., A. Couture, et al. (1998). "An investigation of the properties of Mg-Zn-Al alloys." <u>Scripta Materialia</u> **39**(1): 45-53.

### Livros

- American Society for Metals, In: Metals Handbook, 10° Ed. Metals Park, , Vol. 2: , (1990).
  "Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-purpose Materials."
  <u>Selection and Applications of Magnesium and Magnesium Alloys</u> 2: 1424-1589.
- Callister, W. D. (2002). <u>Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução</u>, Editora LTC S.A.
- Dieter, G. E. (1981). <u>Metalurgia Mecânica</u>. Rio de Janeiro RJ, Editora Guanabara Koogan S.A.
- Garcia, A. (2001). <u>Solidificação: Fundamentos e Aplicações</u>. Campinas SP, Editora da Unicamp.
- Garcia, A., J. A. Spim, et al. (2000). Ensaios dos Materiais, Editora LTC S.A.

## Teses e Dissertações

Folle, E. F. (2005). Análise numérica da solidificação de ligas do sistema alumínio-cobre para previsão de características macroestrutural, microestrutural e mecânica. <u>Programa de</u> <u>Pós-Graduação Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais,</u> <u>UFRGS.</u>

## Norma Técnica

ASTM-B557 (2003). Standard Test Methods of Tension Testing Wrought and Cast Aluminum and Magnesium-Alloy Products.

## ANEXO I: Estudo prévio da liga de magnésio

Na primeira fase dos trabalhos foi feito um levantamento bibliográfico em busca de uma liga de magnésio com características semelhantes a liga de alumínio utilizada em motores de máquinas portáteis de jardinagem e silvicultura. A partir dessas observações na literatura, foi sugerida a Stihl uma liga com a composição mostrada na tabela IX.

Tabela XXV: Composição química sugerida para a liga a ser desenvolvida.

(% em peso)	Zn	Al	Ca	La
Especificado	0,5 máx.	5 - 6	0,8 - 1	3,2-3,9

A empresa Rima produziu amostras da liga. A mesma foi solidificada em coquilha de cobre conforme esquema da Figura 1.



Figura 1 – Coquilha de cobre.

Foi realizada uma análise metalográfica, das amostras enviadas pela empresa Rima para verificar a microestrutura formada. Nas análises mostradas na Figura 2 verificou-se que a mesma apresentava as fases aciculares  $Al_{11}La_3$  e a fase lamelar  $Al_2Ca$  de acordo com os autores (Anyanwu, Gokan et al. 2004).



Figura 2. Análise metalográfica do lingote da liga de magnésio.

Foi solicitado um lote de 1000 kg da liga à Rima. Parte desse lote foi injetado pela empresa Stihl e os cilindros injetados apresentaram problemas tanto no processo de fundição sob pressão quanto nos resultados em ensaios posteriores.

## Análise química

Para análise da composição química foram usados dois lingotes, o primeiro bruto de origem da Rima dos 1000 kg enviados e o segundo produzido a partir da sobra da refusão do lingote retirado do forno da empresa que injetou como testes a liga, para avaliar a eventual perda de algum elemento de liga durante processo de fusão.

As amostras em forma de cavaco foram enviadas para o Instituto de Química da Universidade Federal de Santa Maria - UFSM. A análise química avalia após decomposição das amostras, os três principais elementos da liga medidos por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES). Os resultados da análise estão citados na tabela XXVI.

Elemento	Lingote from Rima	Lingote (sobra forno)	% especificado
Alumínio	$4,15 \pm 0,19\%$	$4,13 \pm 0,23\%$	5-6%
Cálcio	$1,13 \pm 0,02\%$	$1,06 \pm 0,06\%$	0,8 – 1%
Lantânio	$3,00 \pm 0,08\%$	$3,11 \pm 0,16\%$	3,2-3,9%

Tabela XXVI: Resultado da análise química dos lingotes realizada por via úmida na UFSM.

Os resultados da tabela XXVI mostram que não houve variação da composição química durante processo. No entanto o resultado do percentual do alumínio ficou abaixo dos 6% indicados para a liga.

Frente a este empecilho e o fato de ser uma nova liga nunca trabalhada até então, as dificuldades de injeção da liga de magnésio foram expressivas a respeito dos parâmetros experimentais obtidos, quando comparados com os parâmetros conhecidos e já injetados da ligas de alumínio. Apesar de todos eventuais problemas o cilindro ainda foi injetado e preencheu toda a cavidade do molde dando a forma do cilindro, no entanto uma série de problemas foi observada após a injeção.

Frente a todas estas dificuldades surgidas foi sugerido o desenvolvimento de um aparato experimental de solidificação para estudo das ligas ZAXLa05613 com 6% de alumínio, liga ZAXLa05413 fornecida pela rima com 4% de alumínio e das ligas sugeridas pela empresa MRI230D e MRI 201S.

O processo de solidificação tem uma influência significativa sobre as propriedades mecânicas não somente no caso de peças de fundição que já apresentam necessariamente a estrutura de forma definitiva, mas também naqueles produtos que serão trabalhados mecanicamente. As propriedades mecânicas de um componente fundido estão relacionadas com os tipos de microestruturas presentes formadas durante processo de solidificação e de fatores tais como tamanho de grão, porosidades, heterogeneidades de composição química, tamanho, forma e distribuição das inclusões e presença de partículas de segunda fase.

Dessa forma, houve a necessidade de uma melhor compreensão dos mecanismos de formação dessas microestruturas e das propriedades mecânicas da liga em estudo.

Para atender esse requisito foi elaborado um experimento de solidificação unidirecional vertical ascendente no Laboratório de Fundição.

Na tabela XXVII, está o resultado de análise química feita pela UFSM, as amostras foram tiradas em forma de cavaco do lingote da liga de magnésio ZAXLa05413 solidificada pelo aparato experimental montado no Laboratório de Fundição.

Tabela XXVII:Resultado da análise química realizada por via úmida na UFSM do lingote<br/>solidificado no aparato de solidificação unidirecional do laboratório de<br/>fundição

Elemento	Lingote solidificado pelo aparato experimental (Lafun)	% especificado
Alumínio	3,67 ± 0,16	5-6%
Cálcio	1,02 ± 0,03	0,8 - 1%
Lantânio	3,17 ± 0,10	3,2-3,9%
Zinco	$0,03 \pm 0,0004$	0,05

As informações retiradas do experimento são de fundamental importância para ajustes dos parâmetros das variáveis térmicas do processo objetivando a previsão de formação de microestruturas e conseqüentemente, a produção de cilindros de qualidade.

## **ANEXO II: Diagramas de fases**

#### Curva de resfriamento liga de magnésio (ZAXLa05413) com resfriamento

Por observação do diagrama de fase Mg-Al, Figura 3, (uma vez que alumínio é o elemento majoritário), verifica-se que a  $T_L$  está próxima de 615°C para uma liga Mg-4%Al. A temperatura final de solidificação  $T_S$  seria próxima de 590°C.



Figura 3 : Diagrama de fases Magnésio-Alumínio

As curvas de resfriamento da liga sem o sistema de refrigeração mostram resultados semelhantes para os termopares situados mais distante da base. O termopar colocado a 105 mm da base registrou uma interferência quando a temperatura atingiu 530°C, mas registrou o início da solidificação próximo de 615°C, uma recuperação de calor é verificada próximo de 610°C que pode estar relacionada à formação de algum composto no contorno de grão liberando calor latente. Próximo de 600°C uma nova mudança na inclinação da curva registra o fim da solidificação, conforme mostra a Figura 4.



Figura 4: Curva de resfriamento lento da liga ZAXLa05413

Sabe-se de trabalhos anteriores que durante o processo de solidificação grande parte dos elementos de liga segregam para o contorno de grão. Uma maior afinidade entre lantânio e alumínio é verificada em relação a lantânio e magnésio de modo que todo lantânio ira se combinar com alumínio no contorno e mesmo dentro dos grãos formando compostos aciculares. Essa pode ser a causa da mudança na inclinação da curva de solidificação ainda na zona pastosa indicando a formação desses compostos.

Porém, o diagrama de equilíbrio Mg-La, Figura 5(b) revela a formação de um eutético na temperatura de  $613^{\circ}$ C (Mg+Mg<sub>17</sub>La<sub>2</sub>) que poderia também ser a causa da recalescência ou aumento na temperatura durante processo de solidificação na zona pastosa. No entanto a hipótese de formação desse eutético é pouco provável já que Pettersen et al afirma no seu trabalho que quando a relação de RE/Al ficar acima de 1,4, todo alumínio se ligará com terras raras e novas fases poderão se formar, tanto fases do sistema Al-RE ricas em terras raras, como também a fase Mg<sub>12</sub>RE poderão ser encontradas na liga. Essa relação para a liga ZAXLa05413 em estudo é de 0,75 o que indica que todo o lantânio deve encontrar alumínio suficiente para se combinar. Portanto, no contorno de grão todo o lantânio deve ser utilizada na formação de compostos aciculares  $Al_{11}La_3$ . Para que se verificasse a formação de compostos Mg-La deveríamos ter uma concentração de lantânio na liga maior que a concentração de alumínio. Grande parte do alumínio é utilizada na formação de  $Al_{11}La_3$ , outra parte que segrega no contorno de grão deve ser utilizada pra formação da fase  $\beta$ -Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> e de compostos com



Figura 5: Diagramas de fases, (a) alumínio - lantânio, (b) magnésio - lantânio

### Possíveis compostos que podemos encontrar na liga

cálcio.

Conforme mostra diagrama (Al-Ca) da Figura 6(a), existe a formação de um eutético em 545°C com as fases Al<sub>2</sub>Ca +  $\beta$ Ca. A formação desse composto pode ser a causa da mudança na inclinação da curva de resfriamento registrada próxima de 530°C.

Porém, a Figura 6(b) do diagrama de fases Mg-Ca indica a formação de um eutético Mg+Mg<sub>2</sub>Ca em 516°C. No entanto, em termos de eletronegatividade (observando a tabela periódica), constatamos uma maior afinidade entre alumínio e cálcio, ou seja, a formação de compostos irá ocorrer apenas se não houver alumínio no contorno de grão.



Figura 6 : Diagramas de fases, (a) alumínio-cálcio, (b) magnésio-cálcio.



## ANEXO III: Microestruturas das ligas de magnésio ZAXLa05413 e AZ91

**Experimento 3** – Microestrutura da solidificação unidirecional da liga de magnésio **ZAXLa05413** 

**Experimento 4** – Microestrutura da solidificação unidirecional da liga de magnésio **ZAXLa05413** 



**Experimento 5** – Microestrutura da solidificação unidirecional da liga de magnésio **AZ91**