

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA
ENGENHARIA METALÚRGICA

ANÁLISE DA LIGA DE MAGNÉSIO MRI230D OBTIDA POR PROCESSO DE
TIXOFUNDIÇÃO UTILIZANDO O MÉTODO SIMA

Matheus Ayala von Mühlen

Orientador: Professor Dr. Vinicius Karlinski de Barcellos

Porto Alegre
2018

Matheus Ayala von Mühlen

ANÁLISE DA LIGA DE MAGNÉSIO MRI230D OBTIDA POR PROCESSO DE
TIXOFUNDIÇÃO UTILIZANDO O MÉTODO SIMA

Trabalho de Diplomação de Curso
apresentado como requisito parcial para
obtenção do título de bacharel em
Engenheiro Metalúrgico pela
Universidade Federal do Rio Grande do
Sul, sob orientação do Professor
Doutor Vinicius Karlinski de
Barcellos.

Porto Alegre
2018

"Blood, sweat and respect. First two you give, last one you earn."
Dwayne "The Rock" Johnson.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço à minha mãe, cujas ações me possibilitaram chegar até aqui, além do incondicional apoio.

Ao meu orientador, Prof. Vinicius Karlinski, ao Eng. Régis Amaral, ao colega de curso Lucas Carafini, e ao Prof. Alexandre Rocha, pelo auxílio na elaboração deste trabalho, em especial à Eng^a. Caroline Almeida, pelo inestimável companheirismo durante esta fase.

À minha chefe, Rhuany Faturi, pelo incentivo fundamental na elaboração deste trabalho, bem como sua participação na correção deste, além dos longos anos de amizade.

À minha colega de trabalho Aline Raldi, pela amizade, bom humor e pela resolução de problemas técnicos relacionados às regras ABNT.

À minha amiga Késsia Leão Garcia, do Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF), pelo auxílio no corte das amostras e no ensaio de dureza.

Por último e não menos importante, à Netflix pelos momentos de lazer e manutenção da minha sanidade mental durante este período.

RESUMO

O método SIMA, do inglês "*strain induced melt activation*", é um processamento de ligas no estado semissólido (ESS), que tem se destacado sobretudo na indústria automobilística, principalmente pelo fato de ser uma alternativa aos processos convencionais de fundição sob pressão, forjamento e a outros processamentos no ESS, como a agitação mecânica. Esse processo busca a formação de uma estrutura globular, conferindo propriedades mecânicas superiores quando comparada à mesma liga com microestrutura dendrítica. Este trabalho analisa a influência do grau de deformação sobre a microestrutura da liga de Magnésio MRI230D (Mg-Al-Ca-Sr-Sn), a evolução da microestrutura com o tempo de permanência no ESS, sua correlação com a escala de dureza Brinell, e compara esses resultados com os da mesma liga obtida por agitação mecânica, outro processamento no ESS bastante utilizado. Foi realizada a laminação das amostras em dois graus diferentes de deformação: 4% e 7%; e três tempos de tratamento térmico posterior à laminação: 20, 40 e 60 minutos; e, em paralelo, foi realizada a obtenção da liga por agitação mecânica a 595°C por 10 minutos. A microestrutura das amostras foi avaliada a partir de micrografia com reagente Nital 3% e a dureza foi avaliada com uso de durômetro. Os resultados foram uma relação direta, tanto entre o grau de deformação, quanto entre o tempo de tratamento térmico com o aumento da dureza e grau de globularização das partículas, além de constatada uma superioridade dessas propriedades quando utilizado o Método SIMA em vez de agitação mecânica. Em vista disso, a amostra com 7% de deformação e 60 minutos de tratamento térmico obteve o melhor resultado entre as amostras estudadas.

Palavras-chave: Método SIMA; semissólido; MRI230D; globularização.

ABSTRACT

The SIMA Method (Strain induced melt activation) is a semi-solid alloy processing, a rising technology mainly in automobile industry, for being an alternative to the conventional processes of pressure casting, forging and others semi-solid alloy processing, such as mechanical stirring. This deformation process in semi-solid state seeks forming a globular structure, which guarantees superior mechanical properties when compared to the same alloy with a dendrite morphology microstructure. This work analyses the influence of deformation degree over the microstructure of Magnesium alloy MRI230D (Mg-Al-Ca-Sr-Sn), the evolution of the microstructure with how long it stays in semi-solid state, its correlation with Brinell Hardness Scale and compares this results with the same alloy obtained by mechanical stirring. The samples were rolled in two different deformation degrees: 4% and 7%; and three periods of heat treatment after rolling: 20, 40 and 60 minutes; and, in parallel, the same alloy was obtained by mechanical stirring at 595°C for 10 minutes. The microstructure of the samples was evaluated from a metalography with Nital 3% reagent and hardness was evaluated by durometer. The results were a direct relation between increasing deformation degree and time of heat treatment with increase in hardness and globularization degree as well as a superiority in those properties of the alloy obtained by SIMA Method in comparison with mechanical stirring. Thus, the sample with 7% deformation and 60 minutes of heat treatment achieved the best results among the studied samples.

Keywords: SIMA Method, semi-solid, MRI230D, globularization.

SUMÁRIO

1.0 INTRODUÇÃO.....	14
2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
2.1 Abordagem geral sobre o Magnésio	16
2.2 Consumo	17
2.3 Ligas de Magnésio	19
2.4 Ligas de Magnésio contendo Alumínio	21
2.4.1 Adição de Cálcio (Mg-Al-Ca)	22
2.4.2 Adição de Estrôncio (Mg-Al-Ca-Sr)	22
2.5 A liga MRI230D	23
2.6 Conformação no estado semissólido	24
2.7 O Método SIMA	27
2.8 Agitação Mecânica	29
3.0 MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1 Materiais	32
3.2 Métodos	35
3.2.1 - Descrição experimental da primeira etapa	35
3.2.2 - Descrição experimental da segunda etapa	37
4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
4.1 Análise das amostras de laminação	41
4.2 Análises Metalográficas	42
4.2.1 Amostra bruta de fusão	42
4.2.2 Amostra deformada 7% e sem tratamento térmico	43
4.2.3 Amostras deformadas 4% e 7% e submetidas a 20 minutos de tratamento térmico	44
4.2.4 Amostras deformadas 4% e 7% e submetidas a 40 minutos de tratamento térmico	47
4.2.5 Amostras deformadas 4% e 7% e submetidas a 60 minutos de tratamento térmico	50

4.2.6 Amostra obtida por processo de reofundição via agitação mecânica	53
4.3 Dureza Brinell	56
5.0 CONCLUSÕES	58
6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	59
7.0 REFERÊNCIAS	60

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 Comportamento de uma liga metálica no ESS (REIS, 2013)	15
Figura 2.2.1 Consumo de Magnésio no Século XX (KAINER, 2003)	18
Figura 2.2.2 Principais utilizações do Magnésio na Indústria Metalúrgica (FRANÇA, 2009)	19
Figura 2.3 Principais linhas de desenvolvimento de ligas de Magnésio (MORDIKE, 2001).....	21
Figura 2.6.1 Microestrutura dendrítica da liga MRI230D na condição bruta de fusão	25
Figura 2.6.2 Rotas para processamento no ESS (REIS, 2013).....	26
Figura 2.7 Ilustração esquemática da evolução microestrutural durante etapa de deformação do método SIMA: (a) braço dendrítico; (b) braço dendrítico após pequena deformação; (c) fragmentação e quebra do braço dendrítico; (d) formação de novos grãos (REIS, 2013)	28
Figura 2.8 Aparato experimental utilizado para agitação mecânica e obtenção da estrutura reologicamente alterada. (1) Tampa do forno acoplada ao cadinho; (2) Ferramenta utilizada para a agitação; (3) Resistências; (4) Termopar externo; (5) Isolamento térmico do forno; (6) Entrada de argônio; (7) Termopar interno; (8) Resistências; (9) Banho de Magnésio; (10) Furadeira acoplada à tampa para agitação (BARTEX, 2016).....	30
Figura 3.1.1 Lingote da liga MRI230D cedido pelo Laboratório de Fundição	33
Figura 3.1.2 Corpos de prova utilizados na primeira etapa	33
Figura 3.1.3 Sistema de fusão e agitação mecânica: (a) foto da furadeira acoplada ao forno utilizado para fusão; (b) sistema para retirada de cadinho e imersão em água para resfriamento (BARTEX, 2016)	34

Figura 3.2.1 Fluxograma representando as fases da primeira etapa	36
Figura 3.2.2.1 Ciclo térmico utilizado na corrida de refundição	38
Figura 3.2.2.2 Fluxograma representando as fases da segunda etapa	39
Figura 4.1 Defeito <i>alligatoring</i> ocorrido nas amostras	41
Figura 4.2.1 Microestrutura dendrítica da amostra bruta de fusão da liga MRI 230D (a) aumento de 50x; b) aumento de 100x	42
Figura 4.2.2 Micrografia da liga MRI230D após redução de espessura de 7% feita por laminação a quente (aumento de 50x)	44
Figura 4.2.3.1 Micrografia da liga MRI230D após deformação de 4% e tratamento térmico de 20 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x.....	45
Figura 4.2.3.2 Micrografia da liga MRI230D após deformação de 7% e tratamento térmico de 20 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x	46
Figura 4.2.4.1 Micrografia da liga MRI230D após deformação de 4% e tratamento térmico de 40 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x	47
Figura 4.2.4.2 Micrografia da liga MRI230D após deformação de 7% e tratamento térmico de 40 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x	49
Figura 4.2.5.1 Micrografia da liga MRI230D após deformação de 4% e tratamento térmico de 60 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x	50
Figura 4.2.5.2 Micrografia da liga MRI230D após deformação de 7% e tratamento térmico de 60 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x	52
Figura 4.2.6 Micrografia da liga MRI230D obtida por processo de refundição via agitação mecânica. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x	53

Figura 4.3 Gráfico de comparação de dureza para os diferentes graus de deformação e tempos de permanência no ESS57

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Propriedades Físicas do Magnésio	17
Tabela 2.3: Principais elementos de liga e seus efeitos quando adicionados ao Magnésio.....	15
Tabela 2.5.1: Composição química da liga MRI230D	23
Tabela 2.5.2: Propriedades mecânicas gerais da liga MRI230D	23
Tabela 3.1: Composição química do reagente Nital 3%	35
Tabela 4.2: Micrografias obtidas comparadas lado a lado	54
Tabela 4.3: Resultados de dureza Brinell obtidos para cada amostra	56

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ESS	Estado Semissólido
HB	Dureza Brinell
SIMA	<i>Strain Induced Melt Activation</i>
fs	Fração de sólido
rpm	Rotações por minuto

1.0 INTRODUÇÃO

A busca da indústria mundial nas últimas décadas tem sido pela adequação às demandas da população sobre a necessidade de produtos mais sustentáveis, eficientes e com peso reduzido.

Por causa disso, o magnésio e suas ligas aparecem como bons substitutos para o aço e alumínio, visto que possuem características que justificam o aumento da demanda no mercado mundial nos últimos anos, como baixo peso, boa precisão dimensional, boa reciclabilidade e a possibilidade de processamento em larga escala, além de ser o metal mais leve em uso para a produção de componentes estruturais com aplicações promissoras na indústria automotiva e aeronáutica (MEKONEN et al., 2012).

As ligas de magnésio mais comuns, como a AZ91 (Mg-9Al-0,8Zn), possuem limitadas temperaturas de trabalho, sendo seu máximo em torno de 120°C, o que ocasionou uma busca por ligas com maior resistência à fluência (YANG, 2008). Neste contexto, foi desenvolvida a série Mg-Al-Ca-Sr que oferece excelente resistência à fluência até 180°C e baixo custo se comparadas às ligas contendo ítrio e/ou demais terras raras, que são convencionalmente usadas para aumentar a resistência à fluência. Uma liga típica que representa essa série é a MRI230D, que foi desenvolvida pela *Dead Sea Magnesium* em associação com a *Volkswagen AG*, com foco em aplicações como caixas de câmbio automático que operam em temperaturas de até 175°C (BRONFIN et al., 2006).

Visando um processamento de ligas que possibilitasse melhor qualidade e acabamento superficial, assim como propriedades mecânicas superiores e menor consumo de energia, surgiram os tratamentos no estado semissólido. O processamento no estado semissólido (ESS) tem como objetivo modificar a estrutura da matriz, que normalmente se apresenta de forma dendrítica, para uma com maior grau de globularização (FANG et al., 2016). Para isso, é necessário que a liga apresente uma ampla faixa de intervalo entre temperaturas "liquidus" e "solidus" para melhor controle da fração de sólido (FELTRIN, 2004; GARCIA, 2007). A empresa desenvolvedora da liga, *Dead Sea Magnesium LTDA.*, informa no catálogo da liga disposto no seu site que, em condições próximas ao equilíbrio, essa liga apresenta uma ampla faixa de solidificação, com início em aproximadamente 603°C e terminando próximo aos 522°C, sendo adequado para o processamento em estado semissólido. A Figura 1.1 mostra o comportamento de uma liga no ESS.

Figura 1.1: Comportamento de uma liga metálica no ESS.



Fonte: REIS, 2013

Como podemos ver na figura, enquanto no estado semissólido, a liga se comporta de maneira semelhante à uma pasta, sendo que conforme reduzimos a fração sólida, esse comportamento se acentua.

Inicialmente este método foi mais difundido entre as ligas de alumínio, porém atualmente começou-se a explorar uma maior gama de aplicações, entre elas as ligas de magnésio. Os principais métodos de processamento no ESS são agitação mecânica (*mechanical stirring*), agitação eletro-magnética (*electro-magnetic stirring*) e ativação da fusão induzida por tensão (*strain induced melt activation - SIMA Method*). O método SIMA tem como objetivo aplicar certo grau de deformação no material e, posteriormente, realizar o tratamento térmico no ESS. Este método possui uma temperatura de trabalho menor que a temperatura liquidus do material, resultando em menores gastos energéticos do que as outras opções (HONG, 2005).

Sendo assim, este trabalho tem como objetivo realizar o tratamento termomecânico de acordo com o Método SIMA (Strain induced melt activation) em amostras da liga MRI230D (Mg-Al-Ca-Sr-Sn) brutas de fusão; e, como objetivo específico, estudar as influências dos parâmetros grau de deformação e tempo de tratamento térmico, por intermédio de micrografias e ensaio de dureza; e fazer a comparação dos resultados obtidos com a mesma liga obtida pelo processamento no ESS mais convencional, reo fundição a agitação mecânica.

2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Abordagem geral sobre o magnésio

O magnésio é um metal de cor cinza, com baixa densidade e ponto de fusão relativamente baixo. Enquanto elemento químico, possui símbolo **Mg**, número atômico 12, ou seja, possui em seu átomo 12 prótons e 12 elétrons, tendo, portanto, massa atômica 24 u.m.a. Sua classificação é de metal alcalino-terroso, pertencendo ao grupo 2 da tabela periódica. Quando no estado sólido, maneira que é encontrado em condições normais, organiza-se com uma estrutura cristalina hexagonal compacta, o que tem direta influência no comportamento desse metal quando submetido a processos de deformação, além de resultar na existência da transição dúctil-frágil. É o sexto elemento mais abundante no nosso planeta, constituindo cerca de 2,76% da crosta terrestre, sendo o terceiro mais abundante dissolvido na água do mar (KAINER, 2003, p. 9).

Na natureza, encontra-se o magnésio principalmente na forma de minerais rochosos, sendo os principais a Magnesita (MgCO_3), Dolomita ($\text{MgCO}_3\text{CaCO}_3$) e a Carnalita ($\text{KCl}\cdot\text{MgCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Também é encontrado dissolvido na água do mar, podendo chegar a concentrações de até $1,1 \text{ kg/m}^3$, em águas salinas subterrâneas e em leitos salinos (KAINER, 2003, p.10). Além disso, o magnésio é encontrado em seres vivos, inclusive no corpo humano.

O magnésio metálico pode ser obtido principalmente por dois processos: eletrolítico e silicotérmico. No primeiro, tem-se a extração do magnésio mais comumente da água do mar, sendo possível o uso da magnesita, dolomita ou águas salinas naturais como matérias-primas. Nesse caso, ocorre a eletrólise do cloreto de magnésio, resultando na obtenção do cloro e magnésio metálico. Já no processo silicotérmico utiliza-se como matéria-prima a dolomita. Nele, mistura-se a dolomita calcinada com o mineral ferrosilícico, liga de ferro e silício, realizando a prensagem em pequenos tijolos que são colocados em um retorta de aço e aquecidos a vácuo até 1200°C . Nesse processo, extrai-se o magnésio em forma de cristais que se fundem (KAINER, 2003, p. 10). A tabela 2.1 lista algumas propriedades físicas do Magnésio.

Tabela 2.1 - Propriedades físicas do Magnésio.

Propriedade	Valor
Massa atômica	24,31
Cor	Cinza prateado
Densidade (25°C)	1,74g/cm ³
Densidade (650°C)	1,58g/cm ³
Temperatura de fusão	650°C ± 5
Temperatura de ebulição	1107°C ± 10
Estrutura cristalina	Hexagonal compacta
Módulo de elasticidade	45 GPa

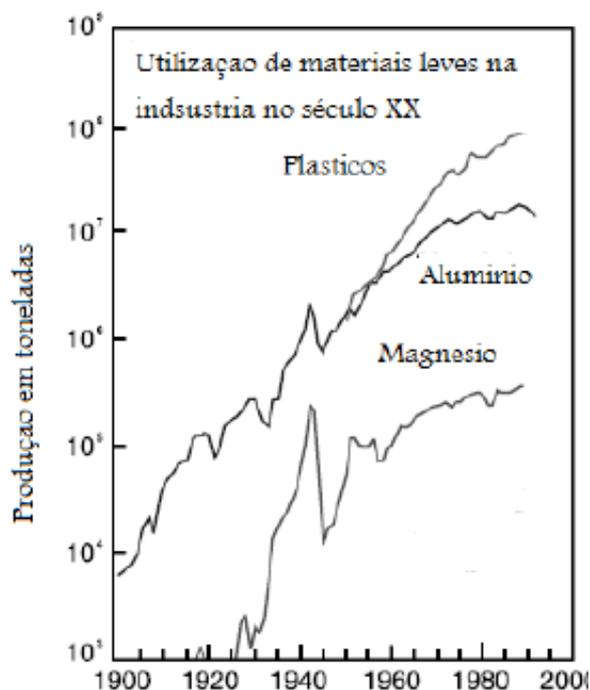
FONTE: KAINER, 2003, p.10; FIGUEIREDO, 2008

2.2 Consumo

Dada a atual busca da indústria pela redução da emissão de poluentes, cresce a utilização de materiais mais leves, afim de melhorar a eficiência energética. Dentre os metais, tem-se como os principais o Alumínio e o Magnésio, sendo o primeiro amplamente utilizado na indústria, enquanto que o segundo tem sido grande foco de estudos para desenvolvimento e aplicações industriais, visto que possui dois terços da densidade do Alumínio e menos de um quarto da densidade do aço, sendo, portanto, o metal mais leve para aplicações estruturais, além de apresentar boa usinabilidade e reciclabilidade (MORDIKE, 2001).

A figura 2.2.1 mostra o crescimento do uso das ligas de Magnésio e Alumínio no século XX.

Figura 2.2.1 - Consumo do magnésio ao longo do Século XX



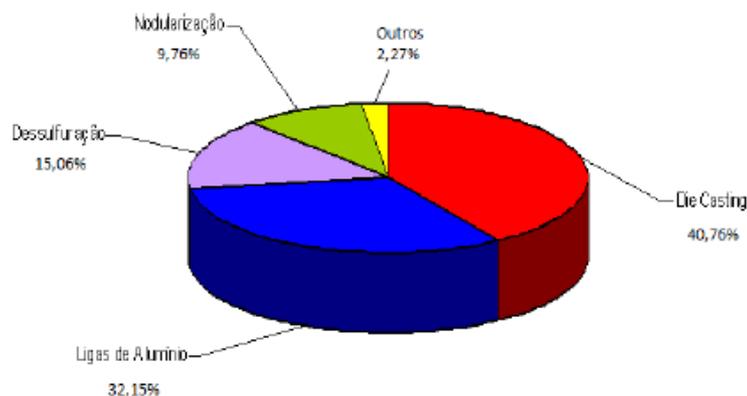
FONTE: adaptado de KAINER, 2003, p. 18.

Já existem diversas aplicações para o Magnésio e suas ligas, sendo as principais nas indústrias: aeroespacial, aeronáutica, automobilística, eletrônicos e máquinas portáteis. A indústria automobilística consome em torno de 80% de todo o Magnésio produzido no mundo e, atualmente, mais de 60 peças de um automóvel são fabricadas desse material (FRANÇA, 2009).

Apesar dos avanços tecnológicos e do crescimento da utilização de ligas de magnésio como material estrutural, tem-se, ainda, a produção de ligas de magnésio como o maior uso desse metal na indústria metalúrgica, visto o importante aumento da resistência de corrosão resultante da sua adição.

A figura 2.2.2 ilustra as principais aplicações do Magnésio na indústria metalúrgica.

Figura 2.2.2 - Principais utilizações de magnésio na indústria metalúrgica.



FONTE: Adaptado de FRANÇA, 2009.

2.3 Ligas de Magnésio

Assim como com outros metais, a adição de elementos químicos de liga ao Magnésio altera suas propriedades (mecânicas e químicas) tanto positivamente quanto negativamente. Abaixo, segue a tabela 2.3, que informa os principais resultados obtidos quando se adiciona uma série de elementos.

Tabela 2.3 - Principais elementos de liga e seu efeito quando adicionados ao Magnésio.

Elemento	Descrição das propriedades
Alumínio	É o principal elemento de liga utilizado. Aumenta a dureza e a resistência à tração. O Alumínio forma a fase β ($Al_{17}Mg_{12}$) que precipita no contorno de grão. A formação dessa fase, porém, é o principal causador da baixa resistência do Magnésio a elevadas temperaturas devido a seu baixo ponto de fusão ($413^{\circ}C$).
Berílio	Diminui a tendência a oxidação superficial nos processos de fusão. Tem baixa solubilidade (0,001%).
Cálcio	Diminui a oxidação da liga e ainda pode ajudar no processo de refino de grão.
Lítio	A adição de Lítio causa endurecimento por precipitação a temperatura ambiente. Ajuda a diminuir a densidade (ligas com Lítio são de chamadas de "super leves"). Diminui as propriedades contra a corrosão.
Manganês	O Manganês combina-se com o Ferro, ajudando a diminuir a corrosão

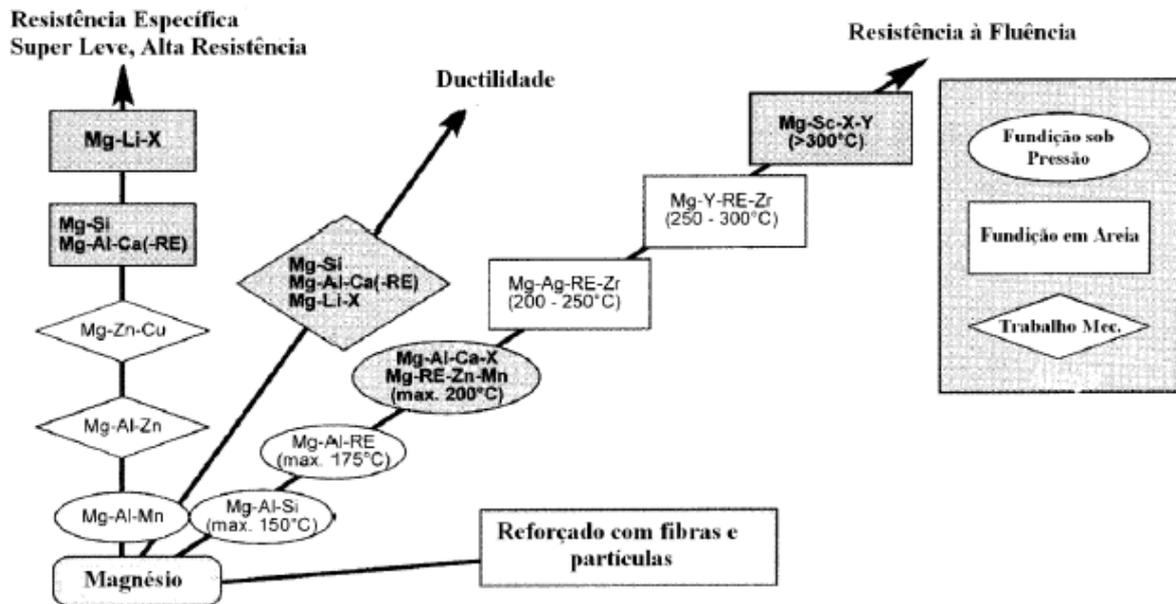
	em ligas de Magnésio com relativamente altos valores de Ferro. Ajuda no refino de grão e melhora a soldabilidade.
Terras raras	De forma geral, a adição de elementos terras raras aumenta a resistência à elevadas temperaturas. Formam compostos de alta estabilidade térmica, como, por exemplo, a fase $Al_{11}RE_3$ (em ligas contendo Alumínio).
Silício	Aumenta a fluidez do banho, porém, diminui a resistência à corrosão com a presença do Ferro.
Prata	Facilita o endurecimento por precipitação. Ajuda na resistência à elevadas temperaturas.
Tório	Aumenta a resistência à fluência e a tração. Infelizmente, é radiativa e dificulta a aplicação.
Zinco	É o segundo elemento mais utilizado. De forma geral, aumenta a resistência mecânica em temperatura ambiente. Porém, em ligas contendo Alumínio, reduz a ductilidade a quente. Ajuda a reduzir os efeitos deletérios do Ferro e Níquel, ajudando a aumentar a corrosão.
Zircônio	Potente refinador de grão do Magnésio. Atribui-se à similaridade do parâmetro de rede dele e do Magnésio (Zr $a = 0,323$ nm e $c = 0,514$ nm; Mg $a = 0,320$ nm e $c = 0,520$ nm). Assim, durante a solidificação, precipitados ricos em Zircônio podem funcionar como um local de nucleação heterôgenea.

FONTE: KAINER, 2003; BROOKS, 1982; FIGUEIREDO, 2008.

Por causa dessa série de propriedades possíveis de serem obtidas, as ligas de Magnésio podem ser subdivididas em diferentes aplicações, como ligas para fundição (com boas propriedades para fundição, como boa fluidez) e ligas para trabalho mecânico (com boas propriedades para deformação, como bom alongamento) (BARTEX, 2012). Pode-se destacar as séries AZ (Mg-Al-Zn), AM (Mg-Al,Mn), AE (Mg-Al-RE), EZ (Mg-RE-Zn) e ZK (Mg-Zn-Zr) entre as principais ligas comerciais de Magnésio (YANG et al, 2008; MORDIKE, 2001).

Pode-se resumir as linhas de pesquisa associadas ao Magnésio com o fluxograma disposto na Figura 2.3, que mostra as principais potencialidades de cada família, além dos processos de fabricação utilizados em cada sistema (BARTEX, 2012).

Figura 2.3 - Principais linhas de desenvolvimento de ligas de Magnésio.



FONTE: MORDIKE, 2001.

2.4 Ligas de Magnésio contendo Alumínio

O Alumínio é o componente químico mais utilizado como elemento de liga no Magnésio, sendo adicionado, geralmente, entre 3 e 9% em massa (KAINER, 2003). A adição do Alumínio causa a formação da fase β ($Mg_{17}Al_{12}$) que melhora tanto a fundibilidade quanto a fluidez. Além disso, as propriedades mecânicas a temperatura ambiente também melhoram ao ocorrer a precipitação dessa fase em solução sólida (FIGUEIREDO, 2008), e, inclusive, aumentam proporcionalmente à adição de Al.

Entretanto, a fase β possui baixo ponto de fusão (437°C), sendo grande responsável pela baixa resistência à fluência dessas ligas, tendo como limite de temperaturas de trabalho em torno de 125°C (ALAM et al, 2011; ANYANWU, 2004; ZHU 2010). Por isso, a utilização de Alumínio nas ligas de Magnésio deve ser otimizada para que se consiga obter as melhores propriedades, levando ambas situações em consideração.

A seguir, serão apresentados alguns sistemas de interesse para este trabalho formados pelo binário Mg-Al adicionados de um ou mais elementos visando obter propriedades físicas, químicas ou mecânicas que melhorem seu desempenho e aplicabilidade.

2.4.1 Adição de Cálcio (Mg-Al-Ca)

As ligas de Mg-Al-Ca tem se estabelecido entre as mais populares graças a sua melhorada resistência à fluência, possibilidade de utilização de die-casting, além de um custo realista para diversas aplicações, principalmente veiculares (KESAVAN, 2014).

Além das melhorias mencionadas anteriormente advindas da adição do Alumínio, a adição do Cálcio traz ainda mais vantagens. Em estudos recentes feitos à cerca dessa adição, tem-se observado uma melhora na resistência à fluência das ligas de Magnésio, bem como o mantimento da capacidade de serem obtidas por die-casting (KESAVAN, 2014).

Importante mencionar, também, que a adição de Cálcio aumenta a taxa de nucleação no banho, portanto reduzindo o tamanho de grão e aumentando as propriedades mecânicas e formando a fase intermetálica Al_2Ca que ajuda a diminuir a formação da fase β . (SHUANG-SHOU LI et al. 2007).

Devido a todas essas propriedades, o sistema Mg-Al-Ca se provou ser uma combinação promissora, podendo entregar um ótimo custo e podendo ser aplicado a diversos setores industriais.

2.4.2 Adição de Estrôncio (Mg-Al-Ca-Sr)

Foi desenvolvida pela *General Motors* a série Mg-Al-Ca-Sr, com o objetivo de aumentar as propriedades mecânicas em altas temperaturas utilizando elementos de liga mais baratos, e foi obtido um aumento de 40% na resistência à tração (YANG et al. 2008).

Mais tarde, foi proposta por KINJI HIRAI (et al. 2007) a adição de Cálcio e Estrôncio na liga AZ91 e, nesse trabalho realizado por ele, foi mostrado que as adições de Ca (1%) e Sr (0,5%) diminuíram o tamanho médio de grão de 58 para 19 μm , além de um aumento no limite de resistência à tração de 228 para 250 MPa.

2.5 A liga MRI230D

A tabela 2.5.1 mostra a composição química nominal da liga MRI230D resistente à fluência desenvolvida pela *Dead Sea Magnesium Ltda.* A intenção da criação dessa liga era a resistência à fluência em temperaturas de até 180°C e, por isso, ela é atualmente uma das ligas da série Mg-Al-Ca-Sr-Sn mais aplicadas à indústria automotiva.

Nesta liga, a adição de Alumínio tem o papel de aumentar seu limite de elasticidade e garantir a sua fundibilidade, enquanto que Cálcio e Estrôncio são adicionados para formação de fases intermetálicas tanto nos contornos de grão quanto no interior dos grãos para garantir a melhora na resistência à fluência (RZYCHON, 2010). Consta na tabela 2.5.1 a composição química nominal da liga MRI230D.

Tabela 2.5.1 - Composição química da liga MRI230D.

<i>Liga MRI230D</i>	<i>Al</i>	<i>Zn</i>	<i>Mn</i>	<i>Ca</i>	<i>Sr</i>	<i>Sn</i>	<i>Mg</i>
% em massa	6,45	<0,01	0,27	2,25	0,25	0,84	Elemento base

FONTE: KESAVAN, 2014.

A seguir, a tabela 2.5.2, que mostra as propriedades mecânicas gerais da liga MRI230D.

Tabela 2.5.2 - Propriedades mecânicas gerais da liga MRI230D

Propriedade	
Limite de escoamento [MPa]	
20°C	180
150°C	150
Limite de resistência à tração [MPa]	
20°C	245
150°C	205
Densidade aos 20°C [g/cm ³]	1.8
Resistência à fadiga [MPa]	103

FONTE: KESAVAN, 2014.

2.6 Conformação no estado semissólido

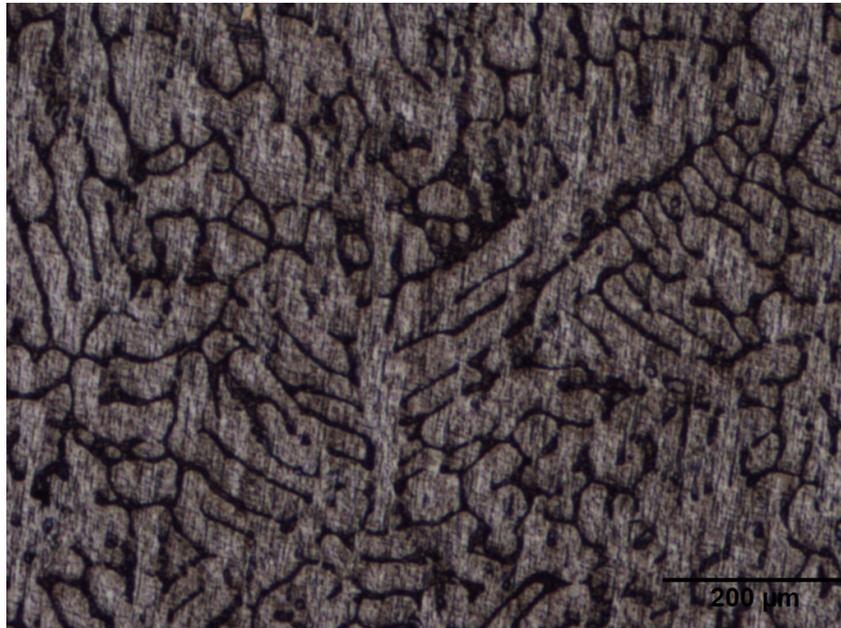
As duas formas mais frequentes de conformação de peças metálicas se dão ou no estado totalmente sólido, como forjamento, ou no estado totalmente líquido, como fundição. No primeiro, apesar de obter-se produtos de alta performance, esse desempenho é alcançado devido a processos que envolvem alto custos com máquinas e ferramentas – enquanto o segundo permite a obtenção de formas complexas, mas sem a alta performance mecânica obtida na conformação no estado sólido (PAES, 2004).

Durante a década de 80, grande parte do desenvolvimento da indústria automotiva teve como foco as ligas de Alumínio. Isso se deu devido à crise do petróleo que ocorreu nas décadas de 1970 e 1980, resultando em uma demanda cada vez maior de produtos de baixo peso, a fim de diminuir o consumo de combustível dos automóveis. Agora, com as novas exigências para redução das emissões gasosas e a criação de uma legislação para o controle de poluentes, novamente, é necessário que a indústria desenvolva novas tecnologias para redução de peso. Nesse contexto, surgiram as pesquisas focadas em ligas de magnésio (BARTEX, 2012). Soma-se a isso, o crescimento do interesse da indústria pela conformação no estado semissólido, fazendo com que este tenha se tornado um método promissor de processamento de materiais para obtenção de produtos de alta precisão, e, por isso, tem sido bastante utilizado nas indústrias automotiva e aeroespacial (CASTILHOS, 2016).

Quando comparada a processos convencionais de conformação, ou seja, em estado líquido ou sólido, a conformação no estado semissólido apresenta diversas vantagens, pois combina a formabilidade de metais líquidos com a qualidade dos metais processados no estado sólido. Entre essas vantagens pode-se citar produção de componentes de alta qualidade, maximização das propriedades através de tratamentos térmicos e redução da macrossegregação, contração de solidificação e temperatura de conformação, além de reduzir o número de etapas entre obtenção da matéria-prima e produto final (BOLOURI, 2010; PAES, 2004).

Ligas de magnésio produzidas por métodos de fundição convencional possuem microestrutura com morfologia dendrítica, conforme mostra a Figura 2.6.1.

Figura 2.6.1: Microestrutura dendrítica da liga MRI230D na condição bruta de fusão.



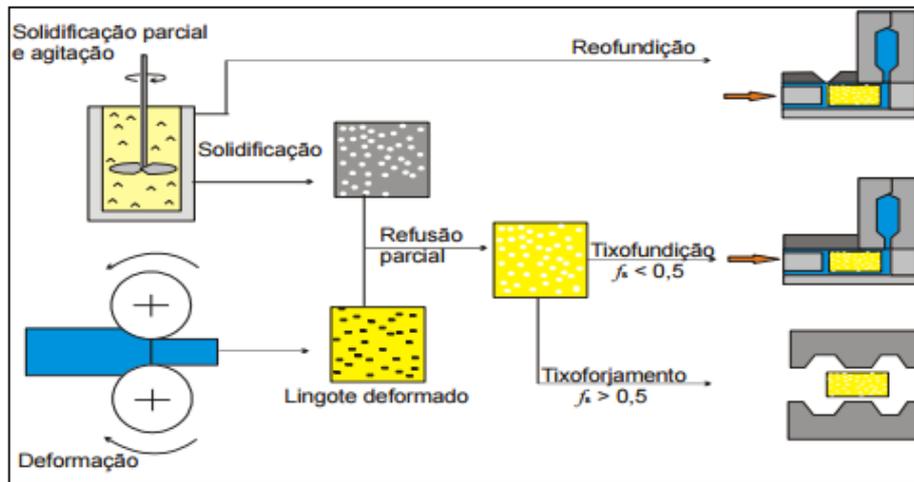
Fonte: Próprio autor.

O principal fator responsável pela possibilidade de conformação de ligas no estado semissólido é a ausência de características dendríticas na morfologia da fase sólida. Assim, o principal objetivo do processamento no ESS é a obtenção de uma morfologia que não seja dendrítica, que seja globular, com o intuito de trazer melhorias no que diz respeito aos esforços necessários para a fabricação de peças (CASTILHOS, 2016).

O controle da microestrutura no ESS é extremamente importante e pode ser definido como a etapa responsável pela globularização das partículas. Para se obter melhores resultados, é aconselhável realizar um tratamento prévio, chamado de condicionamento microestrutural, visto que este tratamento favorece a formação da microestrutura com partículas esféricas ou globulares, melhorando as condições de fluxo e também, conseqüentemente, as propriedades mecânicas, e não submeter as ligas diretamente ao estado semissólido e conformar as peças, uma vez que o estado dendrítico da liga pode comprometer as condições de fluxo, causar a segregação de líquido e ainda elevar os esforços de conformação.(ALVES, 2011).

As principais técnicas de processamento no ESS e obtenção de estrutura globular estão apresentadas na figura 2.6.2, juntamente às devidas terminologias.

Figura 2.6.2: Rotas para o processamento no ESS.



Fonte: REIS, 2013.

Segundo Bolouri (2010):

- i) Reofundição: refere-se ao processo em que a liga é, a partir do estado totalmente líquido, resfriada até o estado semissólido, submetida à agitação e injetada na matriz sem um processo intermediário de solidificação;
- ii) Tixo: geralmente refere-se a processos em que uma etapa intermediária de solidificação ocorre;
- iii) Tixofundição: tende a ter relativamente altas frações de líquido ($f_s < 0,5$), nas quais se parte de um material sólido previamente condicionado, realiza-se a refusão parcial e injeção no molde;
- iv) Tixoforjamento: processo idêntico ao da tixofundição, porém tende a acontecer com frações de líquido mais baixas ($f_s > 0,5$).
- v) Tixoconformação: engloba os processos de tixofundição e tixoforjamento.

Existem diversas técnicas de produção que são sugeridas para que se alcance microestruturas adequadas para o processo de conformação no estado semissólido utilizando ligas de magnésio. Entre essas técnicas, tem-se o Método SIMA (*strain induced melt activation*), que é um processo que possui sua simplicidade e baixo custo de equipamentos em relação aos demais

processos como suas maiores vantagens comerciais; e tem-se a agitação mecânica, que tem como base a utilização de esforços de cisalhamento para quebra da organização dendrítica, seguida da separação e esferoidização dessa nova estrutura.

2.7 Método SIMA

O método SIMA compreende deformação a quente ou a frio de uma liga até um determinado grau de deformação e um posterior tratamento térmico na faixa de temperatura na qual a liga se encontra no estado semissólido (pastoso) (EMAMY, 2013).

O objetivo da deformação é introduzir no material uma quantidade crítica de energia sob forma de discordâncias, para que ocorra recristalização durante o aquecimento, obtendo-se grãos pequenos e equiaxiais. Uma vez atingida a temperatura *solidus* se inicia a formação do líquido, que penetra nos contornos de grão formando então a microestrutura desejada (ALVES, 2011).

O tratamento térmico é o aspecto mais importante no controle da microestrutura no processo SIMA. Durante o tratamento térmico, ocorre recristalização e refusão parcial. Parâmetros tais como o tempo de aquecimento, a temperatura e o grau de deformação são fatores críticos para o controle das microestruturas semissólidas no processo SIMA (EMAMY, 2013).

O Método SIMA é, assim como a agitação mecânica e magneto-hidro-dinâmica, uma das tecnologias mais promissoras quando a intenção é preparação de pastas semissólidas, além de resultar em uma microestrutura equiaxial mais fina e homogênea. (CASTILHOS, 2016). Entretanto, quando comparado a estes processos, o Método SIMA se destaca por sua temperatura de trabalho ser inferior a *liquidus* em todos os momentos, reduzindo o consumo de energia (HONG, 2005).

O método compreende as seguintes etapas (BOLOURI, 2010):

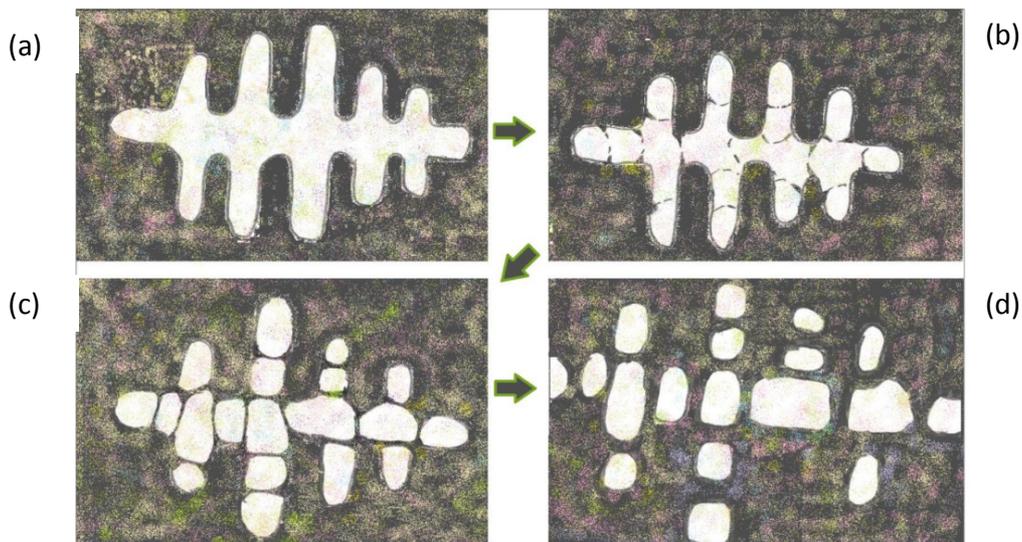
- i) Fusão da liga em tamanho conveniente para obtenção da estrutura dendrítica;
- ii) Deformação a frio ou a quente a fim de introduzir tensão suficiente;
- iii) Refusão parcial da liga pré-deformada por meio de um aquecimento até uma temperatura entre a *solidus* e *liquidus*, e em seguida, permanência isotérmica durante um determinado período de tempo. Dessa forma, é gerada uma microestrutura não-dendrítica, esférica, uniforme e extremamente fina; Durante essa etapa, devido aos efeitos da tensão superficial e da curvatura da interface, as bordas das dendritas

quebradas começam a fundir, diminuindo a área interfacial e levando a uma microestrutura de menor energia livre.

- iv) A pasta semissólida com grãos equiaxiais é tixofundida ou tixoforjada. Como durante todo o processo apenas uma parte do material é fundida, a atmosfera de proteção adotada em processos convencionais de fundição pode ser desconsiderada.

Pode-se ilustrar a evolução da microestrutura durante a etapa de deformação do processo SIMA da forma vista na figura 2.7.

Figura 2.7: Ilustração esquemática da evolução microestrutural durante etapa de deformação do método SIMA: (a) braço dendrítico; (b) braço dendrítico após pequena deformação; (c) fragmentação e quebra do braço dendrítico; (d) formação de novos grãos.



Fonte:REIS, 2013.

Como mencionado anteriormente, o primeiro passo é a deformação plástica do material abaixo da sua temperatura solidus. Nas fases iniciais de deformação, os novos contornos de grão aparecem nos braços dendríticos (Fig. 2.7.b). À medida que a deformação plástica prossegue, os grãos começam a se quebrar em grãos menores, tomando forma mais circular (HASSAS-IRANI et al.,2013).

Após a etapa de deformação a frio ou a quente, é realizado o tratamento térmico da liga para o seu estado semissólido. Pode-se dividir em quatro fases a evolução microestrutural da liga pré-deformada durante o tratamento térmico:

- 1) Uma orientação semelhante entre todas as dendritas devido à pré-deformação aplicada;
- 2) As fases eutéticas fundem-se e os grãos dendríticos primários coalescem para dentro de grãos não dendríticos interligados que passam por recristalização;
- 3) Os novos grãos recristalizados combinam-se e crescem;
- 4) Por fim, os grãos separam-se uns dos outros e ocorre esferoidização no intervalo de temperatura de semissólido.

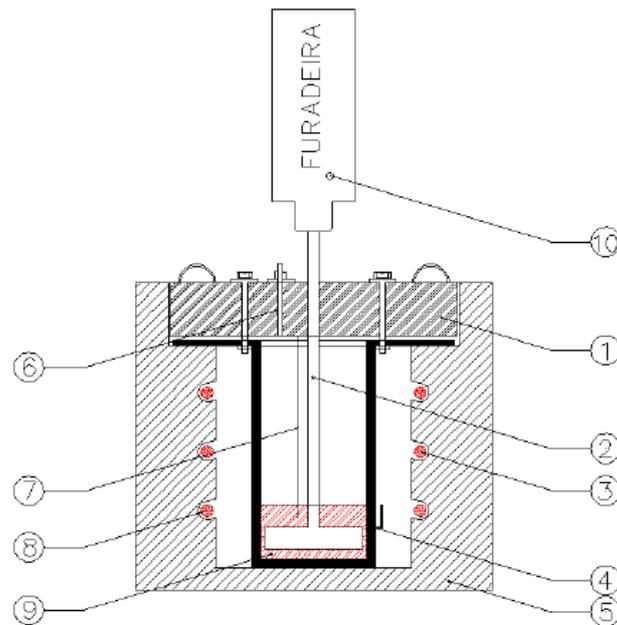
A otimização do Método SIMA para que esse possa ser utilizado em aplicações práticas, bem como a obtenção de propriedades mecânicas superiores, está intimamente ligado ao entendimento da evolução da microestrutura esferoidal que ocorre no estado semissólido (CASTILHOS, 2016).

2.8 Agitação mecânica

Quando aplicada agitação mecânica forçada no líquido que está em solidificação, há a ruptura da estrutura dendrítica em formação causada pelo esforço de cisalhamento imposto e o incentivo da sua globularização (PAES, 2000). Em geral, esta agitação é promovida por meio de pás, rotores ou propulsores.

A figura 2.8 apresenta o esquema do aparato experimental utilizado para agitação mecânica neste trabalho.

Figura 2.8 – Aparato experimental utilizado para agitação mecânica e obtenção da estrutura reologicamente alterada. (1) Tampa do forno acoplada ao cadinho; (2) Ferramenta utilizada para a agitação; (3) Resistências; (4) Termopar externo; (5) Isolamento térmico do forno; (6) Entrada de argônio; (7) Termopar interno; (8) Resistências; (9) Banho de Magnésio; (10) Furadeira acoplada à tampa para agitação.



FONTE: BARTEX, 2016.

Por conta do esforço de cisalhamento causado pela agitação, essas novas estruturas separadas são lançadas ao líquido tomando a forma esferoidal. Esses sólidos já atingiram o raio crítico, portanto são estáveis, e, como o processo ocorre em temperatura constante ou com a redução da temperatura (devido ao resfriamento), continuarão na forma sólida mesmo estando rodeados pelo líquido eutético (BARTEX, 2016).

Devido ainda a agitação, acontece um processo convectivo no fluido movimentando esses sólidos arrancados do braço dendrítico para o interior do líquido. Esse sólido, também conhecido na literatura como grãos primários (*primary grains*), toma a forma esferoidal devido, basicamente a (MARTIN, KUMAR e BROWN, 1994):

- 1) As tensões de cisalhamento causadas no líquido pela agitação;

2) Fluxo de soluto na fronteira do glóbulo, devido à diferença de solubilidade entre o sólido e o líquido;

3) Redução da energia livre do sistema causada pela obtenção da forma esferoidal.

Novas estruturas dendríticas podem nuclear e crescer, desde que não haja mais agitação no banho, a partir desse sólido que foi jogado no líquido de composição eutética e assumiu a forma esferoidizada. Daí são formadas as estruturas globulares típicas dos processos no estado semissólido (CANYOOK et al., 2012).

3.0 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesse capítulo são descritos os materiais utilizados e as metodologias aplicadas nesse trabalho. Serão brevemente detalhados os materiais utilizados para a realização dos ensaios. Depois, são descritos os métodos utilizados com o auxílio de figuras e de diagramas esquemáticos para melhor entendimento. Os experimentos realizados nesse trabalho foram separados em duas etapas: a primeira consiste na obtenção da liga obtida pelo Método SIMA, realizando avaliação da variação de parâmetros importantes nesse processamento. A segunda etapa consiste em obter a mesma liga por outro método de processamento no ESS, a agitação mecânica.

3.1 MATERIAIS

Para a realização deste estudo utilizou-se um lingote da liga MRI230D, de composição química informada na tabela a 2.5.1, cedido pelo Laboratório de Fundição da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Tabela 2.5.1 - Composição química nominal da liga MRI230D, %.

<i>Liga MRI230D</i>	<i>Al</i>	<i>Zn</i>	<i>Mn</i>	<i>Ca</i>	<i>Sr</i>	<i>Sn</i>	<i>Mg</i>
% em massa	6,45	<0,01	0,27	2,25	0,25	0,84	Elemento base

Fonte: KESAVAN, 2014.

O lingote foi cortado, com auxílio de uma máquina de corte pertencente ao Laboratório de Metalurgia Física, em sete corpos de provas com 12 mm de espessura (alguns são mostrados na figura 3.1.2) para realização da primeira etapa, além de separado 960 gramas do material para a segunda etapa.

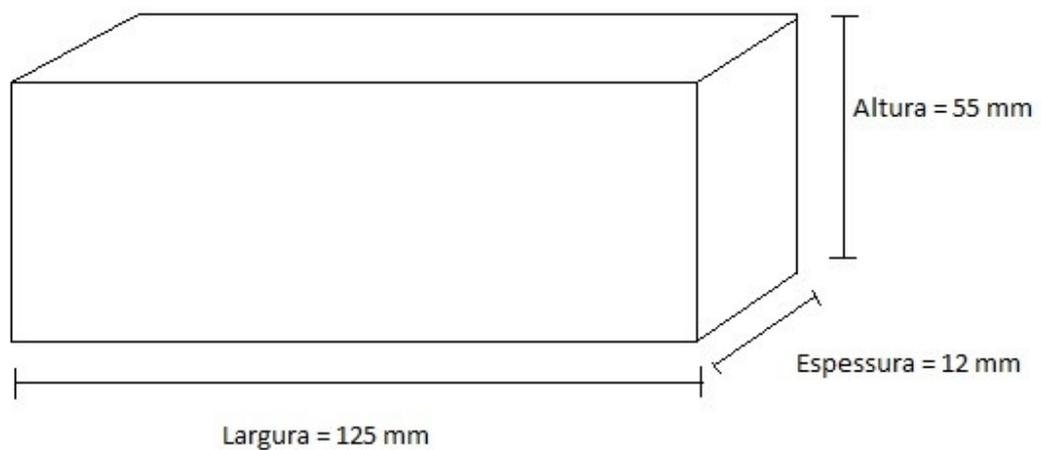
Figura 3.1.1 - Corpos de prova utilizados na primeira etapa.



FONTE: Próprio autor.

O desenho esquemático com as medidas dos corpos de prova encontra-se abaixo na Figura 3.1.2.

Figura 3.1.2 - Desenho esquemático com as medidas dos corpos de prova.



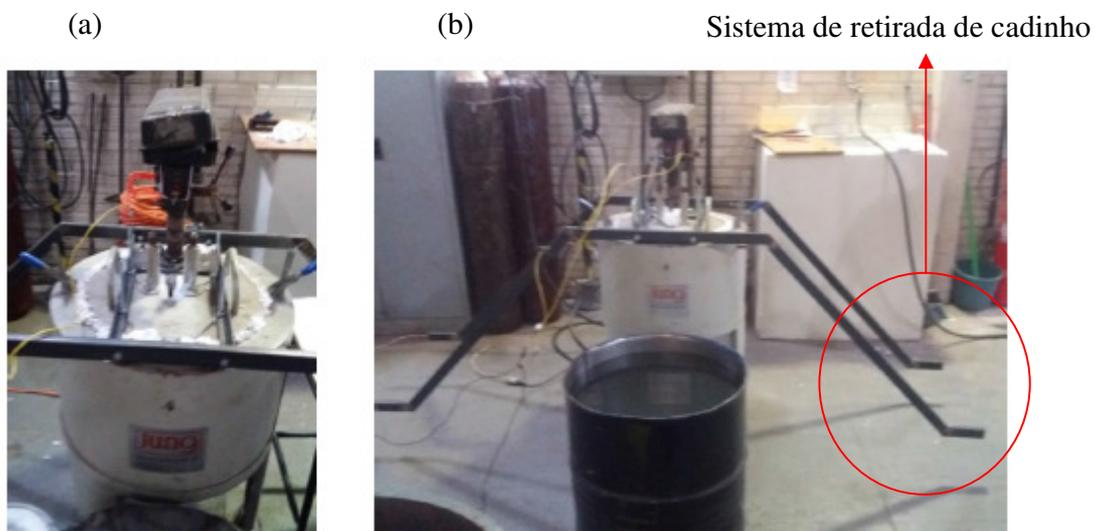
FONTE: Próprio autor.

Na primeira etapa, as deformações plásticas realizadas nas amostras foram efetuadas através do processo de laminação realizado no laminador DEMAG, no Laboratório de

Transformação Mecânica, com cilindros lisos de aço com diâmetro de 178,8 mm e velocidade de rotação de 28 rpm. Para o tratamento térmico no estado semissólido, utilizou-se um forno do tipo mufla no Laboratório de Fundição. Um termopar do tipo K foi acoplado nas amostras para controle da temperatura.

Na segunda etapa, utilizou-se para fusão o aparato que se encontra no Laboratório de Fundição e que já foi utilizado em outros experimentos deste tipo, consistindo em um forno resistivo com um cadinho de aço inoxidável SAE 420 de dimensões 240mm x 118 mm (altura e diâmetro) inserido em seu interior, com uma tampa de material refratário colocada sobre o forno e, nessa tampa, um orifício por onde é introduzido argônio para gerar uma atmosfera inerte e evitar a oxidação catastrófica do banho. Há um sistema de agitação acoplado na tampa do forno que consiste em uma furadeira de bancada que foi adaptada para esse fim. Para resfriamento, o aparato permite retirar todo o sistema cadinho e tampa interior do forno e imergir imediatamente em água na temperatura ambiente. O aparato descrito pode ser visto na figura 3.1.3.

Figura 3.1.3 - Sistema de fusão e agitação mecânica: (a) foto da furadeira acoplada ao forno utilizado para fusão; (b) sistema para retirada de cadinho e imersão em água para resfriamento.



FONTE: BARTEX, 2016.

Depois de retirado o material reofundido, este foi separado para subsequente análise metalográfica utilizando máquina de corte cedido pelo Laboratório de Siderurgia.

Para análise metalográfica foram utilizadas lixas de granulometrias 80 a 1200, seguido de polimento com solução de alumina 0,03 μm , ataque químico com reagente Nital 3%, cuja composição química se encontra na tabela 3.1, e observação por microscópio óptico.

Tabela 3.1: Composição química do reagente Nital 3%.

Ácido Nítrico concentrado	Álcool Etílico
3 ml	97 ml

FONTE: Próprio autor.

Para as medições de dureza, utilizou-se durômetro para dureza Brinell.

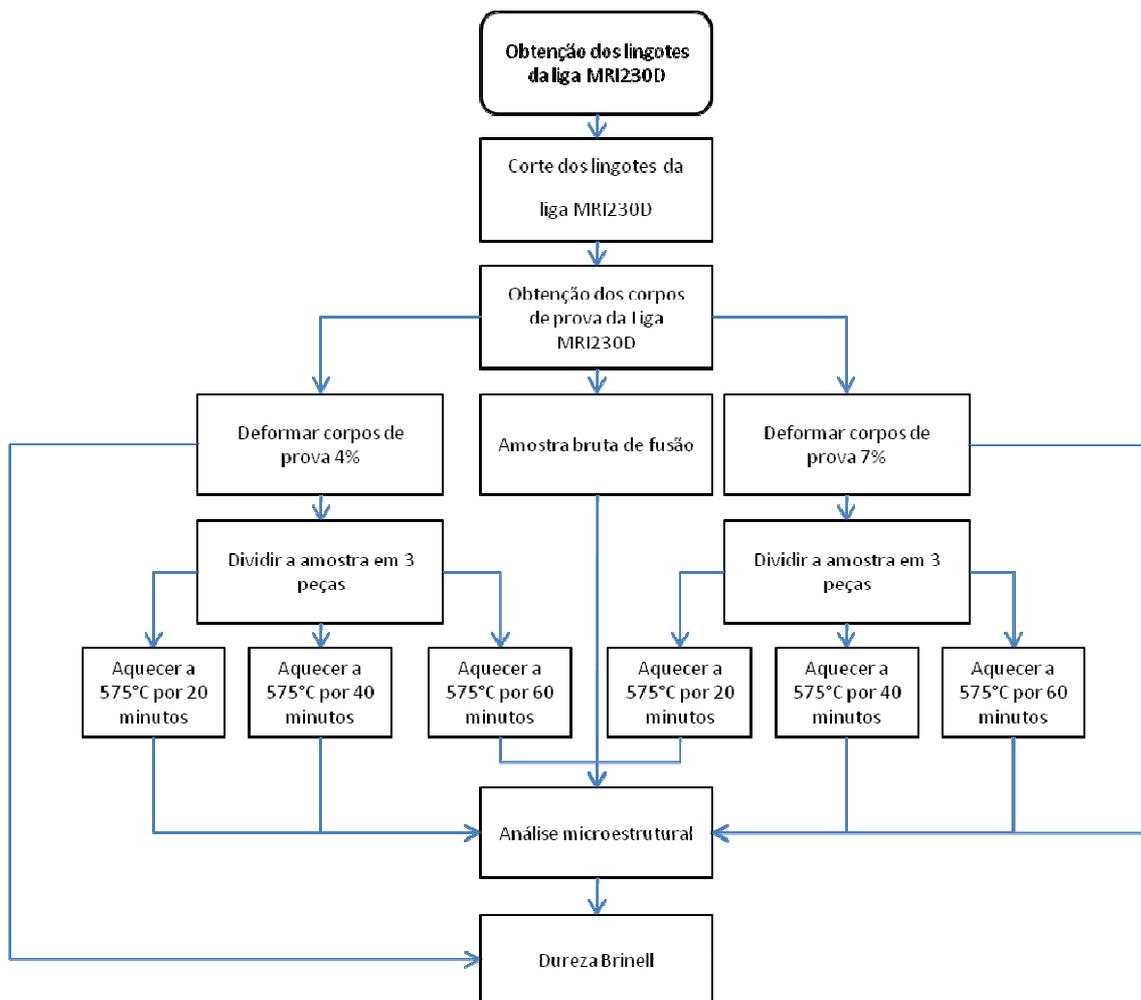
Todos os equipamentos acima citados encontram-se nas dependências dos laboratórios de pesquisa que compõem o Centro de Tecnologia da Escola de Engenharia da UFRGS, bem como no Laboratório de Metalurgia Física.

3.2 MÉTODOS

3.2.1 DESCRIÇÃO EXPERIMENTAL DA PRIMEIRA ETAPA - MÉTODO SIMA

A ilustração da sequência de trabalho seguida na primeira etapa pode ser vista no fluxograma presente na figura 3.2.1.

Figura 3.2.1 - Fluxograma representando as fases da primeira etapa.



FONTE: Próprio autor.

Dos sete corpos de prova envolvidos nesta etapa, realizou-se, em três deles, deformações plásticas de 4%; e, em outros três, 7% na espessura das amostras. Empregou-se uma amostra para cada tempo de tratamento térmico (20, 40 e 60 minutos) em cada grau de deformação, além de uma bruta de fusão.

Com a intenção de se obter um grau de deformação plástica mais acentuado, foi realizada laminação a quente. Para ligas de magnésio, têm-se uma temperatura de recristalização compreendida no intervalo de 200-250°C e, para este experimento, foi adotada a temperatura de 250°C. O tempo de encharque empregado foi de 30 minutos (espessura próxima à meia polegada).

Devido a reatividade do magnésio quando exposto a altas temperaturas na presença do oxigênio e pela impossibilidade de utilizar atmosfera inerte nos fornos disponíveis, os corpos de prova foram envolvidos com três camadas de folhas de alumínio com a finalidade de evitar a ignição durante o tratamento no estado semissólido.

Com os corpos de prova devidamente protegidos e com termopar tipo K acoplado às amostras, fez-se o aquecimento até a temperatura desejada. Para a tixofundição, é desejado que esta temperatura garanta uma fração sólida menor que 0,50. Para a liga MRI230D, que possui temperatura solidus e liquidus de, aproximadamente, 522°C e 603°C respectivamente, foi utilizada a temperatura de 575°C, que corresponde à fração sólida de 0,45.

Assim que a temperatura medida pelo termopar atingiu a desejada, foram cronometrados os tempos de tratamento térmico (20, 40 e 60 minutos), de modo que aos 20 minutos foi retirado do forno um corpo de prova e assim sucessivamente aos 40 e 60 minutos. Após o tempo de forno, as amostras foram colocadas em água ainda protegidas pela camada de alumínio. Depois, repetiu-se o processo para os corpos de prova com grau de deformação de 4%.

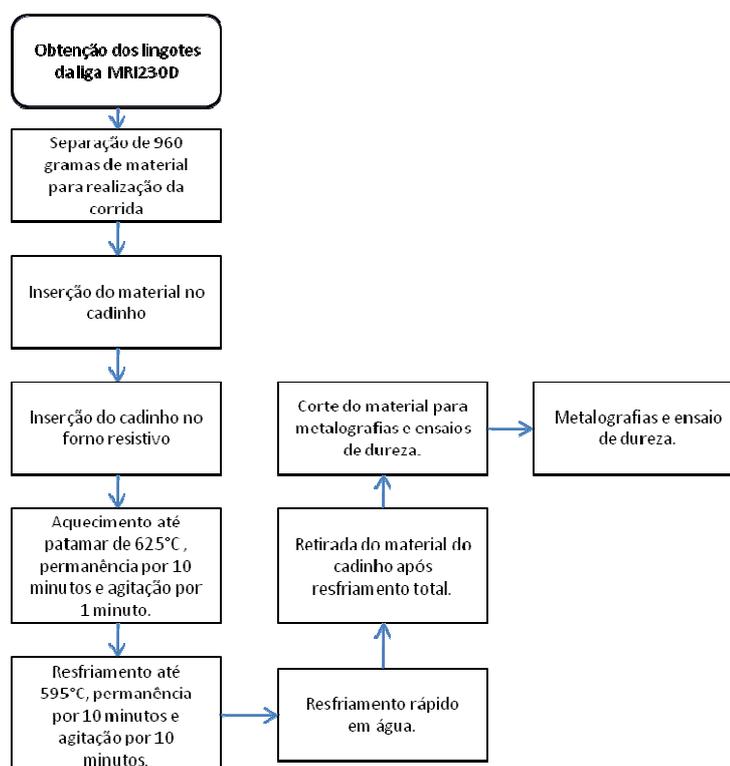
Por fim foram realizadas as micrografias das amostras com lixamento começando em granulometria 80, e terminando em 1200, polimento com solução de alumina de 0,03 µm. O ataque químico foi realizado com Nital 3% durante 10 segundos. As microestruturas foram analisadas em microscópio óptico com aumentos de 50x e 100x, e, por auxílio de equipamento computacional, foram obtidas as imagens que foram analisadas.

A fim de quantificar de maneira mais objetiva a alteração nas propriedades mecânicas por conta do processamento no ESS, foi feito ensaio de dureza Brinell, sendo realizadas cinco endentações em cada uma das nove amostras (bruta de fusão, deformada 4%, deformadas 4% com tempos de tratamentos de 20 minutos, 40 minutos e 60 minutos, deformada 7% e deformadas 7% com tratamentos de 20 minutos, 40 minutos e 60 minutos).

3.2.2 DESCRIÇÃO EXPERIMENTAL DA SEGUNDA ETAPA - REOFUNDIÇÃO

A ilustração da sequência de trabalho seguida na segunda etapa pode ser vista no fluxograma presente na figura 3.2.2.2.

Figura 3.2.2.1 - Fluxograma representando as fases da segunda etapa.



FONTE: Próprio autor.

Nesta etapa, foi realizada uma corrida para a obtenção do material refundido por agitação mecânica. O aparato experimental utilizado nesta etapa está descrito no Item 3.1: Materiais.

O sistema de agitação é acoplado na tampa do forno e realiza a movimentação em estado semissólido causando a quebra das estruturas recém-formadas do banho. É feito o acompanhamento da evolução térmica do banho por meio de Termopar tipo K.

O ciclo térmico aplicado para o processamento em estado semissólido consistem em, após a carga ser colocada no cadinho, a tampa fechada e o forno ligado, elevar a temperatura, partindo da temperatura ambiente ($T_a = 25^\circ\text{C}$) até a obtenção da completa fusão da carga (foi utilizado o patamar de 625°C). Entretanto, após a temperatura atingir 450°C a corrente de argônio foi ligada,

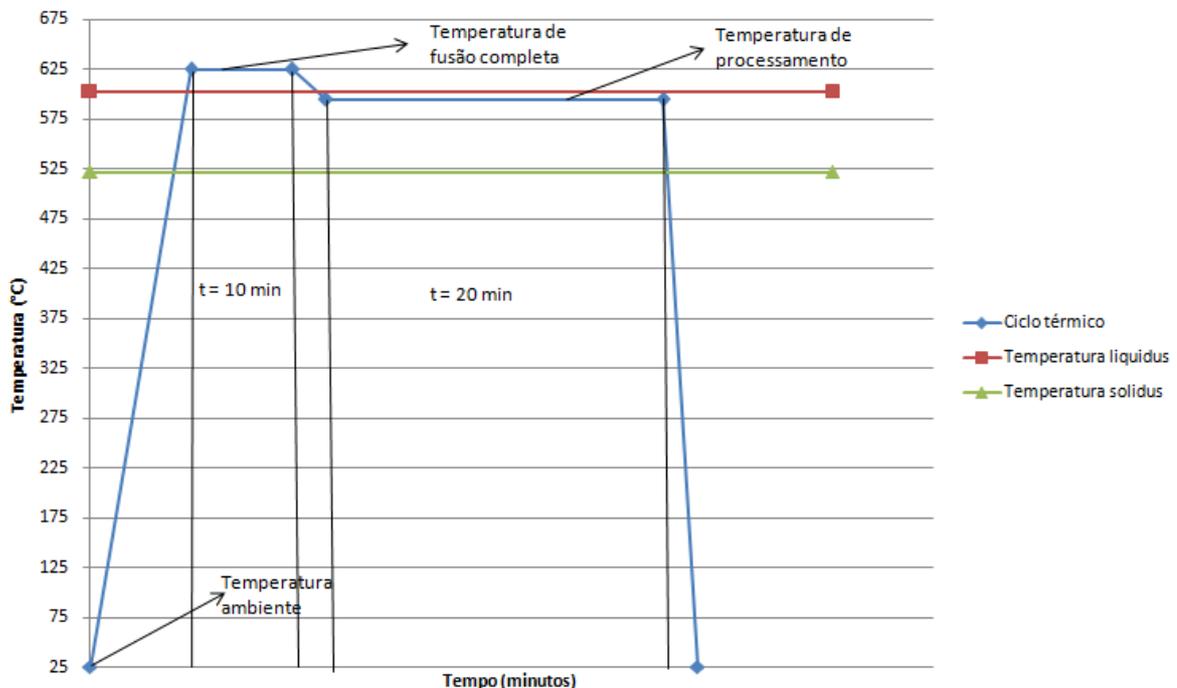
fornecendo uma vazão de 5 litros por minuto, para criar uma atmosfera protetora e evitar oxidação catastrófica do banho.

Após atingir o patamar de 625°C a liga permaneceu nessa temperatura por dez minutos e foi realizada uma agitação prévia da carga, por um minuto, para a homogeneização completa do banho. Passados os dez minutos a carga foi resfriada até a temperatura de processamento (595°C).

Uma vez atingida a temperatura de processamento, foram marcados dez minutos e iniciou-se a agitação mecânica e, durante essa etapa, as amostras foram mantidas nessa temperatura de forma isotérmica por mais dez minutos, com agitação constante. Utilizou-se, para isso, uma furadeira de bancada, que foi adaptada para esse fim.

Após o processamento (ciclo térmico de fusão, manutenção na temperatura isotérmica de processamento e agitação) o sistema cadinho e tampa é retirado do interior do forno e imerso imediatamente em água na temperatura ambiente com a finalidade de congelar as estruturas recém-formadas. A figura 3.2.2.1 mostra de forma esquemática o ciclo térmico utilizado.

Figura 3.2.2.2 - Ciclo térmico aplicado na corrida de reofundição.



FONTE: Próprio autor.

Na sequência, o material solidificado foi retirado de dentro do cadinho e separado em corpos de prova para a realização das micrografias e teste de dureza Brinell.

Uma vez obtidos os resultados das duas etapas descritas acima (imagens das micrografias e durezas), estes foram comparados entre si.

4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE AMOSTRAS DE LAMINAÇÃO

Durante a laminação a quente dos corpos de prova que se buscava atingir 7% de grau de deformação, ocorreu a abertura de 3 topos ao entrarem no cilindro de laminação. Este defeito deve-se a baixa ductilidade a quente de ligas metálicas, em especial para a liga MRI 230D. Este fenômeno ocorrido é amplamente conhecido como "*alligatoring*", figura 4.1. Este defeito ocorre por principalmente dois motivos: erro na etapa de laminação, proveniente da maneira de entrada do corpo de prova entre os cilindros e a maneira que estes estão nivelados, e as propriedades mecânicas do material, em especial a ductilidade. A laminação a quente dos corpos de prova que se buscava atingir 4% de grau de deformação não apresentou qualquer problema.

Figura 4.1 – Defeito *alligatoring* ocorrido em algumas amostras submetidas a 7% de grau de deformação.



FONTE: Próprio autor.

4.2 ANÁLISES METALGRÁFICAS

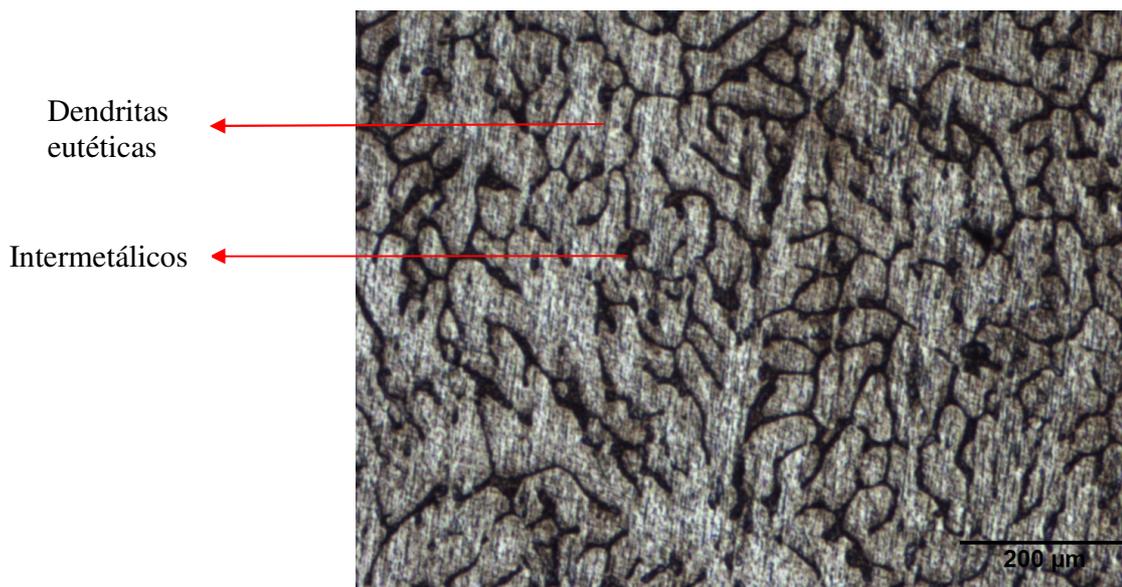
4.2.1 AMOSTRA BRUTA DE FUSÃO

Na figura 4.2.1, pode-se observar a microestrutura da amostra bruta de fusão (sem deformação e sem tratamento térmico).

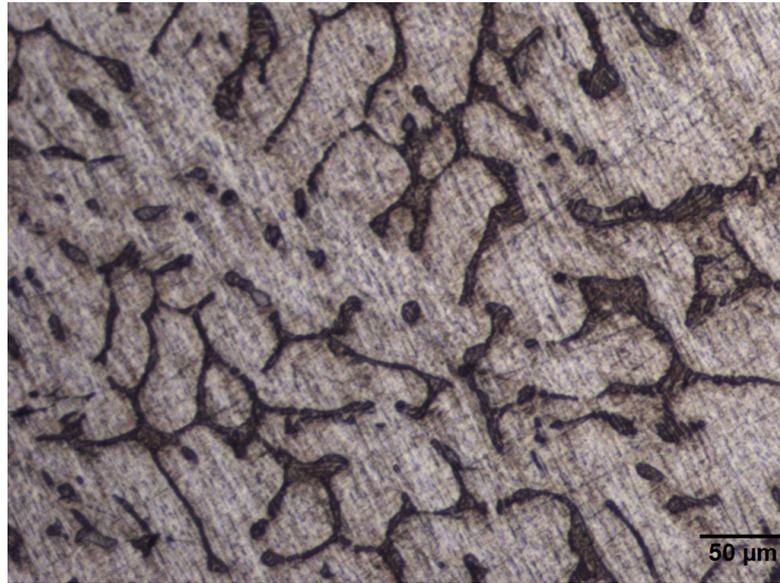
Figura 4.2.1-Microestrutura dendrítica da amostra bruta de fusão da liga MRI 230D

(a) aumento de 50x;

(b) aumento de 100x.



(a)



(b)

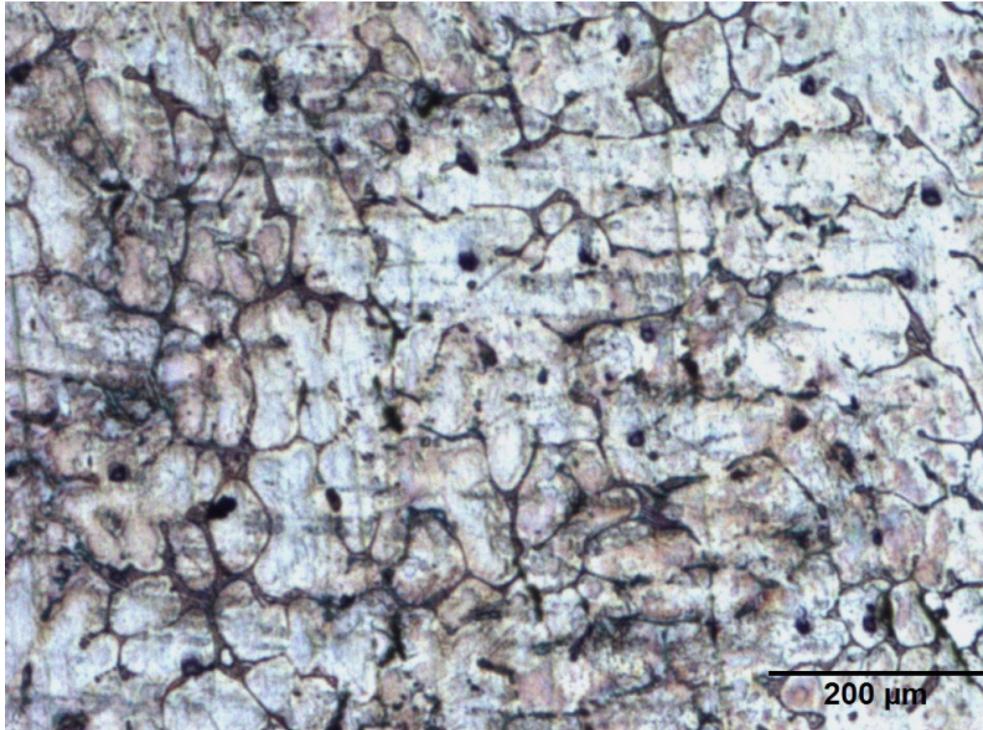
FONTE: Próprio autor.

Conforme verifica-se na imagem, a microestrutura do corpo de prova bruto de fusão é totalmente dendrítica. Observa-se duas fases predominantes: dendritas de composição eutética com compostos intermetálicos compondo a fase secundária.

4.2.2 AMOSTRA DEFORMADA 7% E SEM TRATAMENTO TÉRMICO

Com o grau de deformação de 7% aplicado sobre a amostra, nota-se na figura 4.2.2 que há uma pequena diminuição do comprimento das dendritas presentes em relação à bruta de fusão, além de uma organização sutil na direção em que ocorreu a laminação. Um certo nível de encruamento pode ser observado.

Figura 4.2.2- Micrografia da liga MRI230D após redução de espessura de 7% feita por laminação a quente (aumento de 50x).

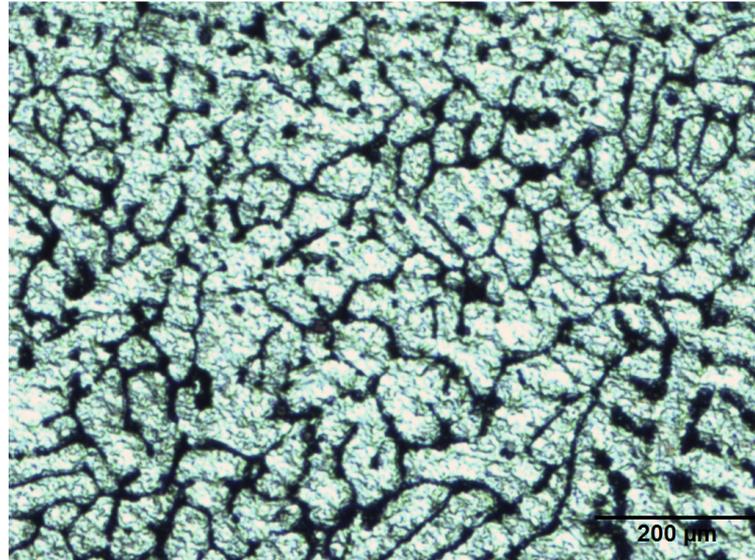


FONTE: Próprio autor.

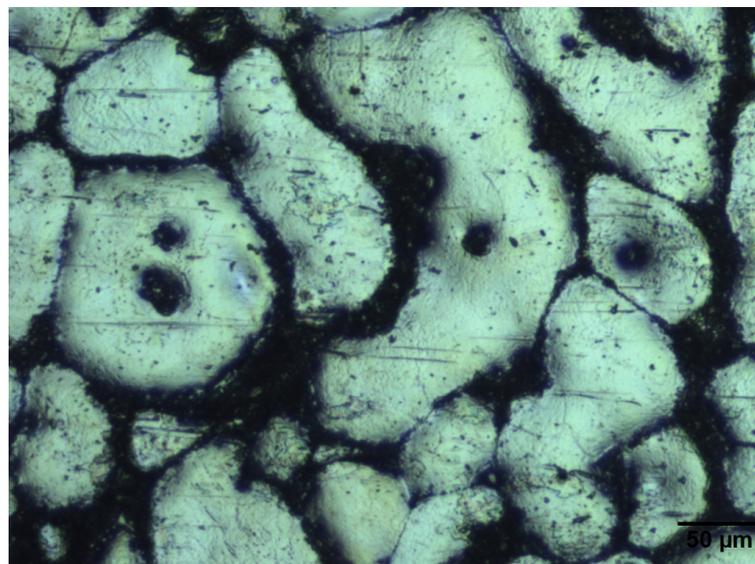
4.2.3 AMOSTRAS DEFORMADAS 4% e 7% E SUBMETIDAS A 20 MINUTOS DE TRATAMENTO TÉRMICO

A microestrutura obtida para a amostra previamente deformada em 4% e submetida a 20 minutos de tratamento térmico encontra-se na Figura 4.2.3.1

Figura 4.2.3.1- Micrografia da liga MRI230D após deformação de 4% e tratamento térmico de 20 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x.



(a)



(b)

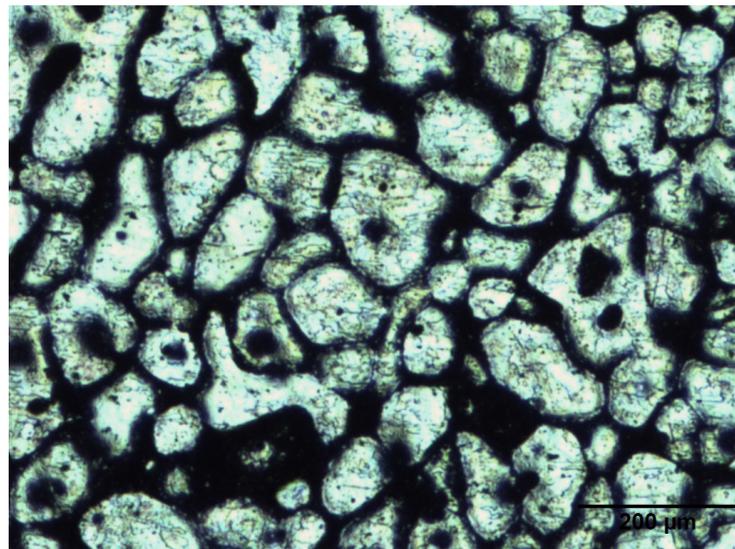
FONTE: Próprio autor.

A amostra deformada em 4% e tratada termicamente por 20 minutos apresenta uma microestrutura quase dendrítica, havendo uma percepção de que o grau de deformação foi menor

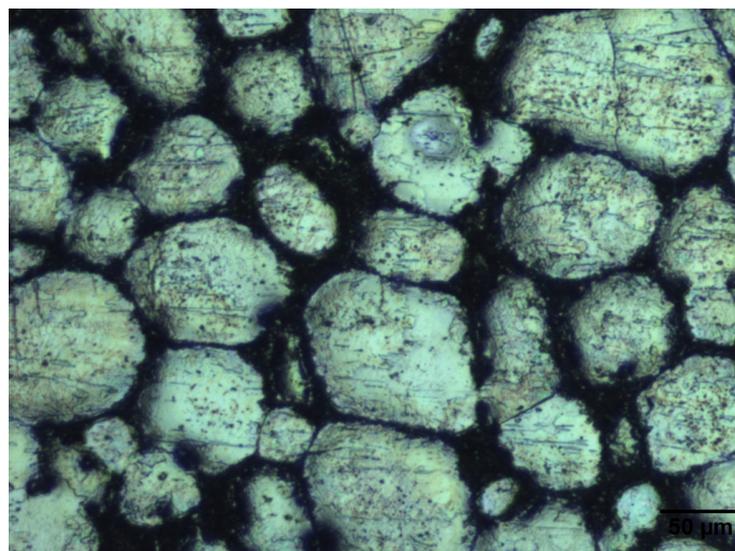
que o ideal para haver uma quebra de dendritas mais adequada. Apesar disso, já se encontra regiões onde grãos mais globulares estão presentes.

A microestrutura obtida para a amostra previamente deformada em 7% e submetida a 20 minutos de tratamento térmico encontra-se na Figura 4.2.3.2.

Figura 4.2.3.2- Micrografia da liga MRI230D após deformação de 7% e tratamento térmico de 20 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x.



(a)



(b)

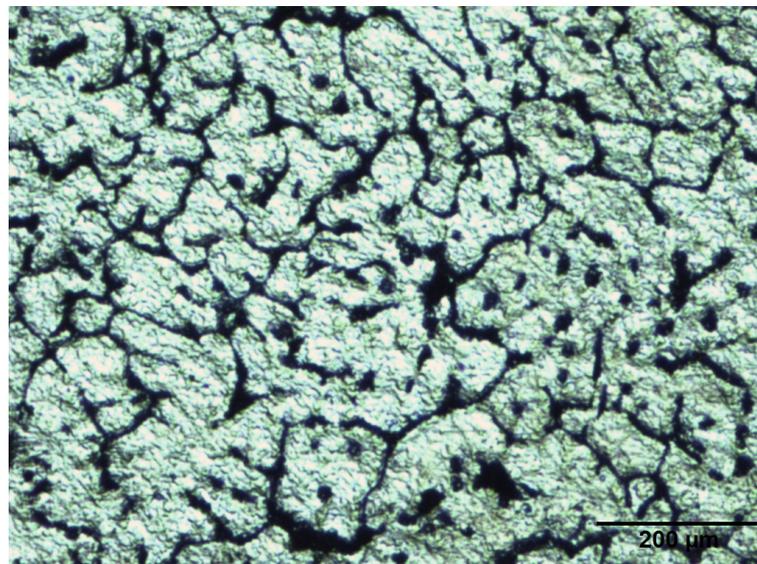
FONTE: Próprio autor.

A amostra deformada em 7% e tratada termicamente por 20 minutos apresenta uma microestrutura mais globular e uniforme comparada às anteriores, sendo de mais fácil percepção a existência de microestrutura com maior grau de globularização, ainda que os grãos não estejam equiaxiais.

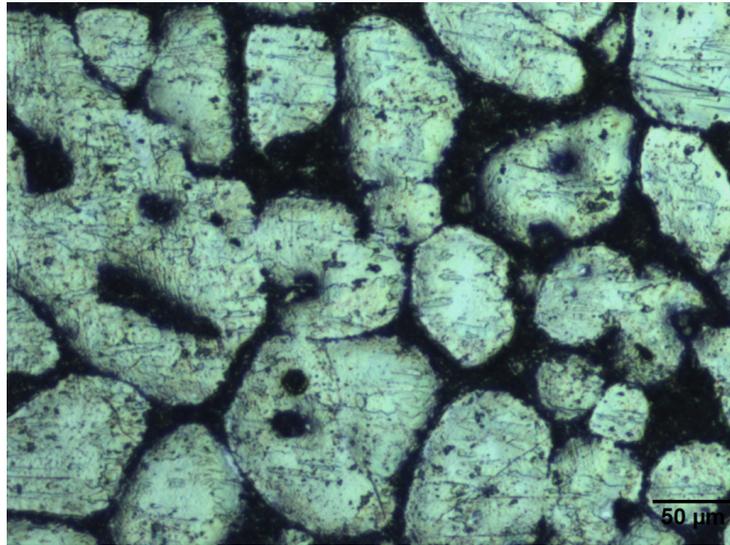
4.2.4 AMOSTRAS DEFORMADAS 4% e 7% E SUBMETIDAS A 40 MINUTOS DE TRATAMENTO TÉRMICO

Para os parâmetros de 4% de deformação e tempo de tratamento de 40 minutos, a micrografia obtida é mostrada na Figura 4.2.4.1.

Figura 4.2.4.1- Micrografia da liga MRI230D após deformação de 4% e tratamento térmico de 40 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x.



(a)



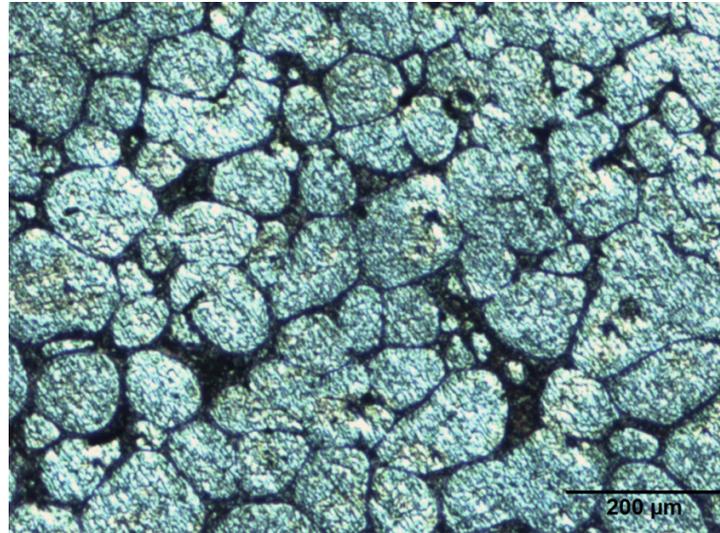
(b)

Fonte: Próprio autor.

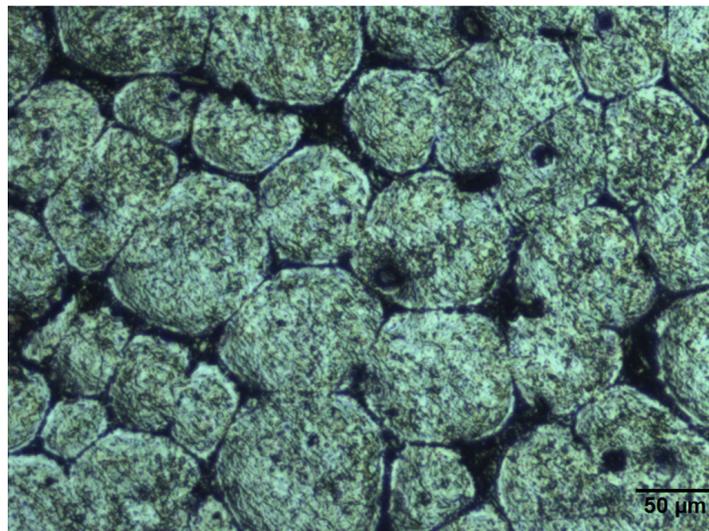
É possível perceber uma microestrutura com grãos mais separados, ainda que um tanto alongados, provavelmente devido ao maior tempo de tratamento, o que permitiu maior difusão da fase líquida para entre os braços dendríticos previamente quebrados, ainda que, assim como na amostra deformada 4% e tratada por 20 minutos, há a percepção de que o grau de deformação não foi o suficiente para uma quebra adequada destes.

Para os parâmetros de 7% de deformação e tempo de tratamento de 40 minutos, a micrografia obtida é mostrada na Figura 4.2.4.2.

Figura 4.2.4.2 - Micrografia da liga MRI230D após deformação de 7% e tratamento térmico de 40 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x.



(a)



(b)

Fonte: Próprio autor.

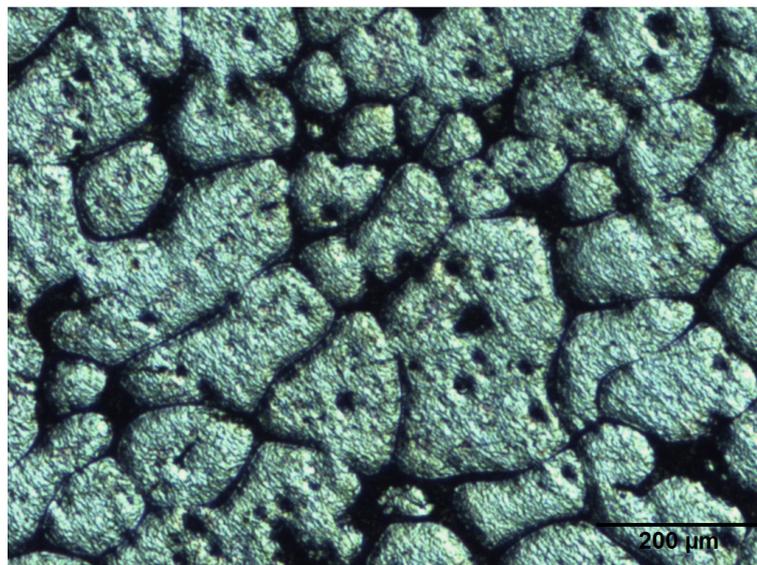
É possível perceber uma microestrutura com grãos mais equiaxiais e menos alongados quando comparada com a microestrutura da amostra deformada 7% e tratada por 40 minutos, tendo sido alcançado um grau de globularização elevado comparado às amostras anteriores, pois,

graças à maior deformação aplicada, houve uma maior quebra dos braços dendríticos, mas percebe-se que seria desejável uma maior separação entre os grãos.

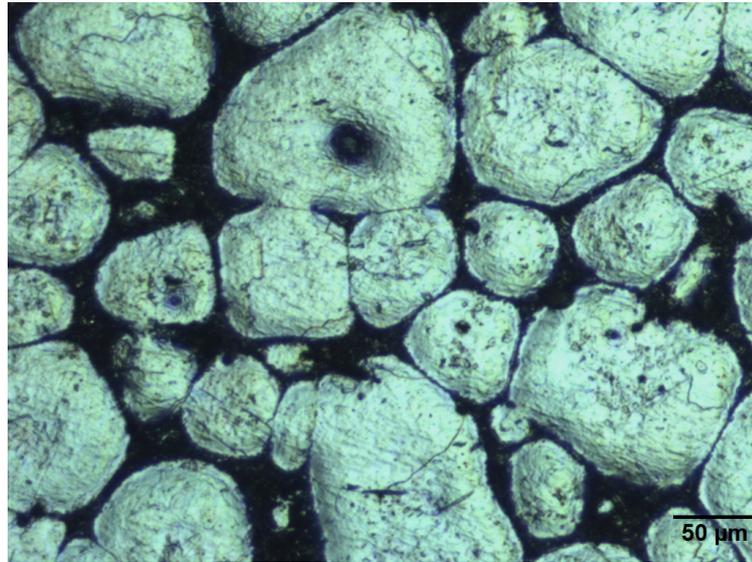
4.2.5 AMOSTRAS DEFORMADAS 4% e 7% E SUBMETIDAS A 60 MINUTOS DE TRATAMENTO TÉRMICO

As amostras com maior tempo de tratamento resultou nas micrografias exibidas nas Figura 4.2.5.1 e 4.2.5.2.

Figura 4.2.5.1- Micrografia da liga MRI230D após deformação de 4% e tratamento térmico de 60 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x.



(a)

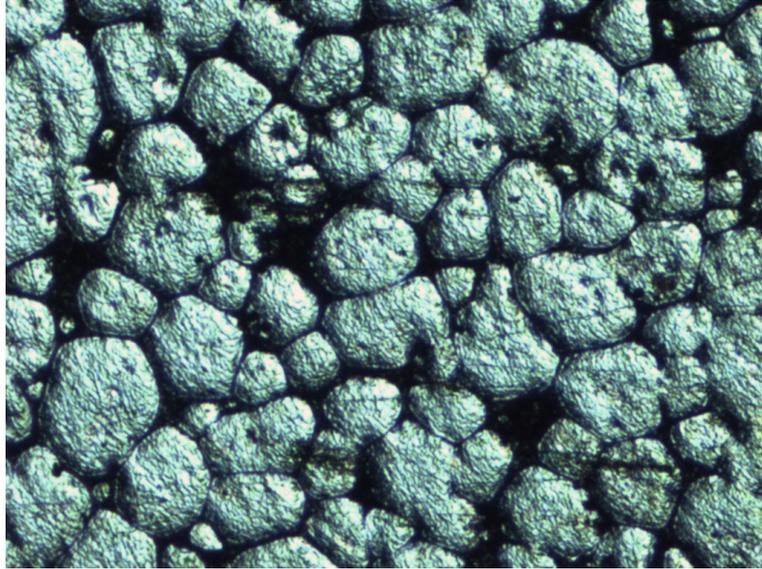


(b)

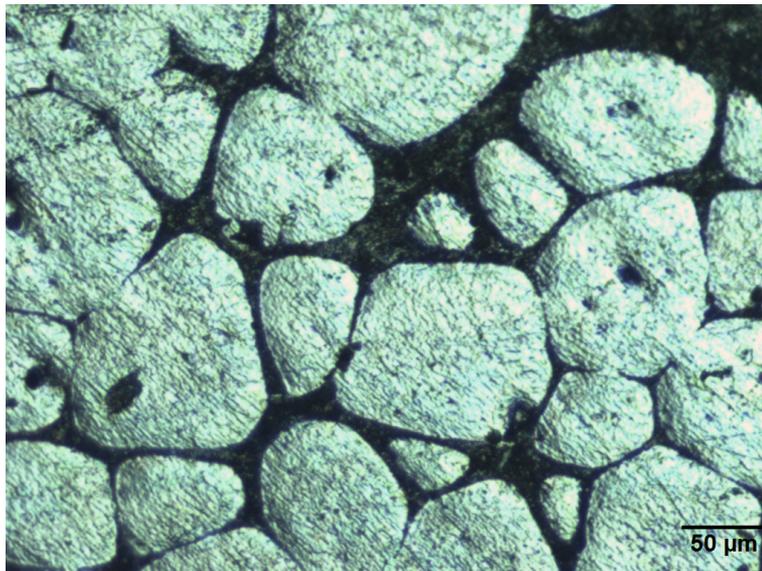
FONTE: Próprio autor.

Na amostra com 4% de grau de deformação e 60 minutos de tratamento térmico, constata-se um maior grau de globularização das partículas quando comparada com as de menor tempo de tratamento, e uma microestrutura mais homogênea, por efeito de maior tempo para penetração da fase líquida entre os grãos, tornando possível a dissolução de contornos irregulares, resultando em um formato mais esférico. Entretanto, os grãos se mostram pouco equiaxiais; e percebe-se que, pelo baixo grau de deformação, não houve uma quebra tão eficiente dos grãos quanto nas amostras mais deformadas.

Figura 4.2.5.2- Micrografia da liga MRI230D após deformação de 7% e tratamento térmico de 60 minutos. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x.



(a)



(b)

FONTE: Próprio autor.

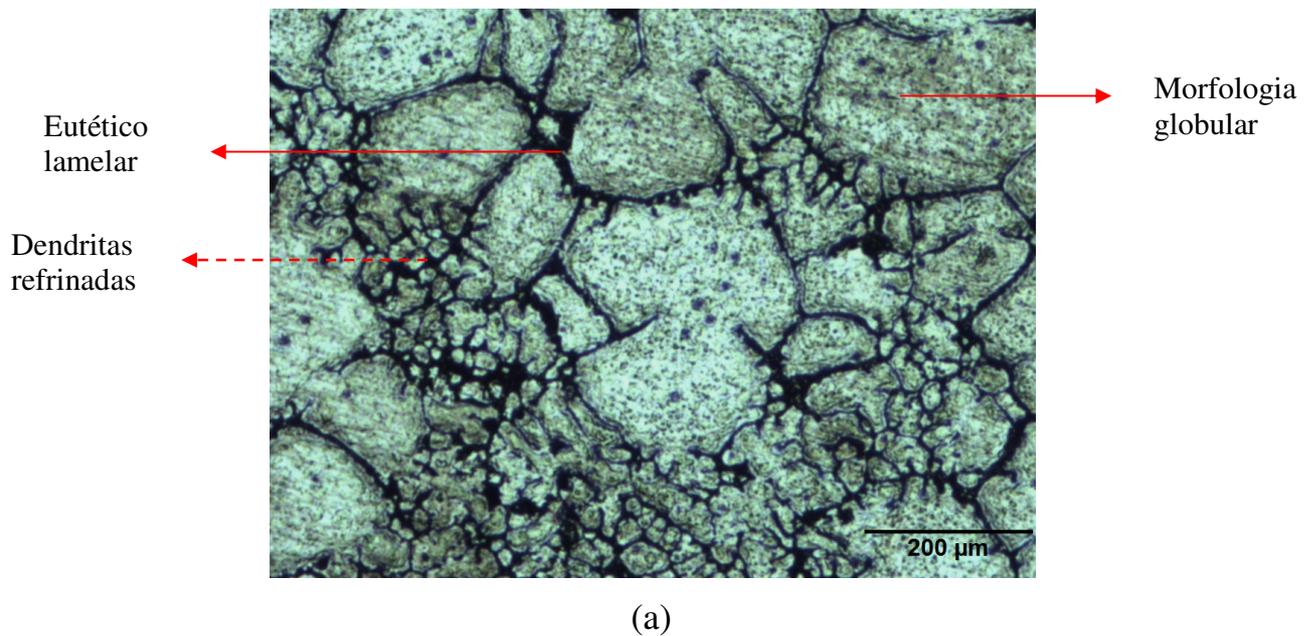
Na amostra com 7% de grau de deformação e 60 minutos de tratamento térmico, constata-se um alto grau de globularização das partículas e uma microestrutura mais homogênea e com grãos mais equiaxiais, além de bem separados entre si, por efeito de maior quebra das dendritas

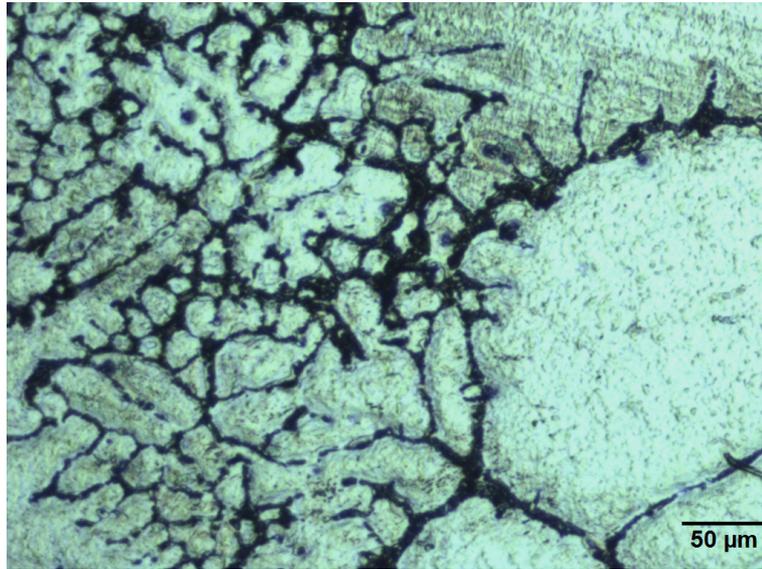
em razão do alto grau de deformação, bem como o maior tempo de estadia no ESS. Esta amostra obteve o resultado mais perto do desejado entre todas as amostras analisadas.

4.2.6 AMOSTRA OBTIDA POR PROCESSO DE REOFUNDIÇÃO VIA AGITAÇÃO MECÂNICA

As micrografias da amostra retirada da corrida de obtenção da liga MRI230D por processo de reofundição via agitação mecânica estão na Figura 4.2.6.

Figura 4.2.6 - Micrografia da liga MRI230D obtida por processo de reofundição via agitação mecânica. (A) aumento de 50x. (B) Aumento de 100x.



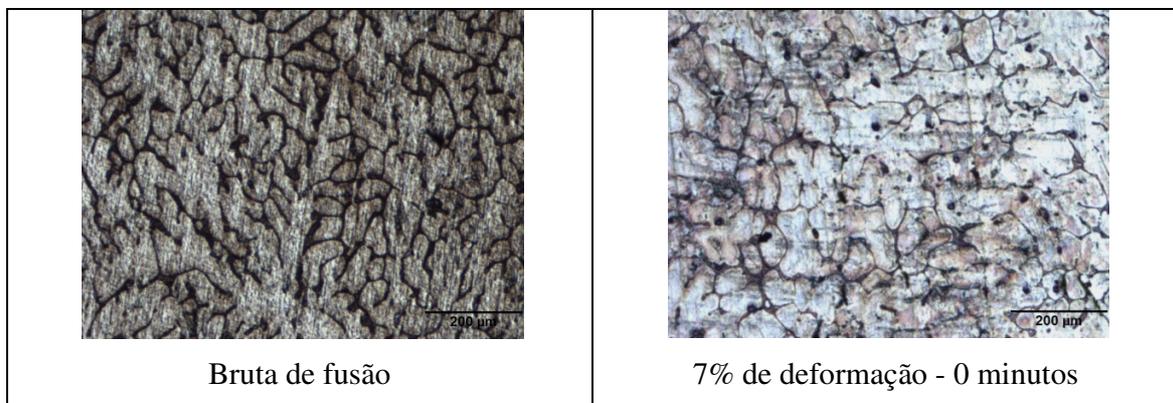


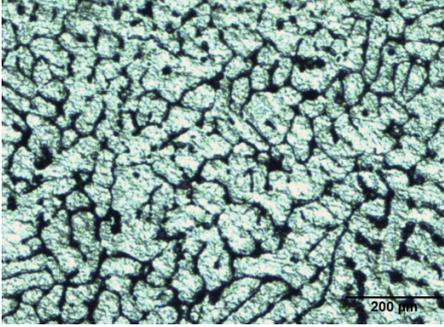
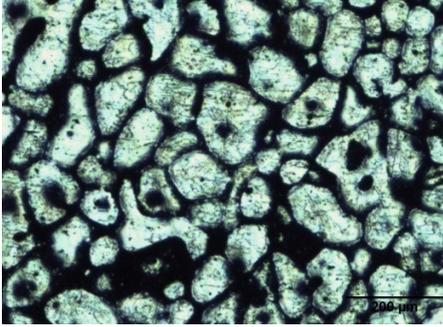
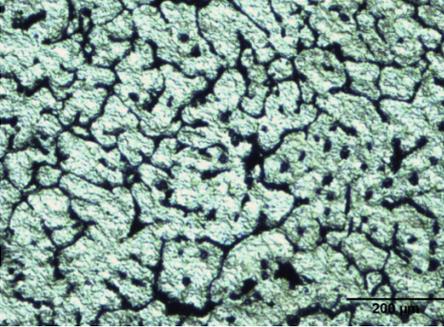
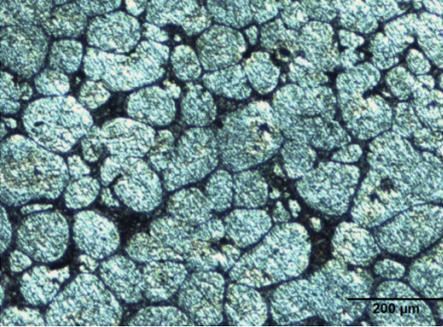
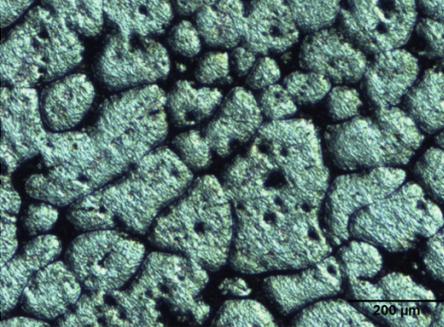
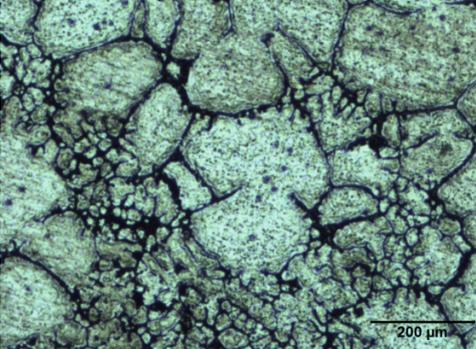
(b)

FONTE: Próprio autor.

Nas micrografias obtidas a partir da amostra refundida via agitação mecânica é possível ver a coexistência de três morfologias: dendrítica refinada, globular, ao fundo, eutético lamelar. Há regiões das imagens em que a microestrutura apresenta-se completamente dendrítica, devido à formação destas entre os glóbulos durante o resfriamento da liga, enquanto em outras foi atingido, devido aos esforços de cisalhamento impostos pelo processo de agitação mecânica, um certo grau de globularização dos grãos.

Na tabela 4.2, podemos ver, lado a lado para melhor visualização, as micrografias obtidas. Tabela 4.2 - Micrografias comparadas lado a lado.



 <p>4% de deformação - 20 minutos</p>	 <p>7% de deformação - 20 minutos</p>
 <p>4% de deformação - 40 minutos</p>	 <p>7% de deformação - 40 minutos</p>
 <p>4% de deformação - 60 minutos</p>	 <p>7% de deformação - 60 minutos</p>
 <p>Reofundida</p>	

FONTE: Próprio autor.

4.3 DUREZA BRINELL

A dureza é uma propriedade que permite avaliar a resistência que um material apresenta à deformação permanente, fornecendo dados sobre as condições de fabricação e tratamento das ligas metálicas. Assim, a tabela 4.3 exibe os resultados das médias dos cinco valores de dureza obtidos para cada amostra.

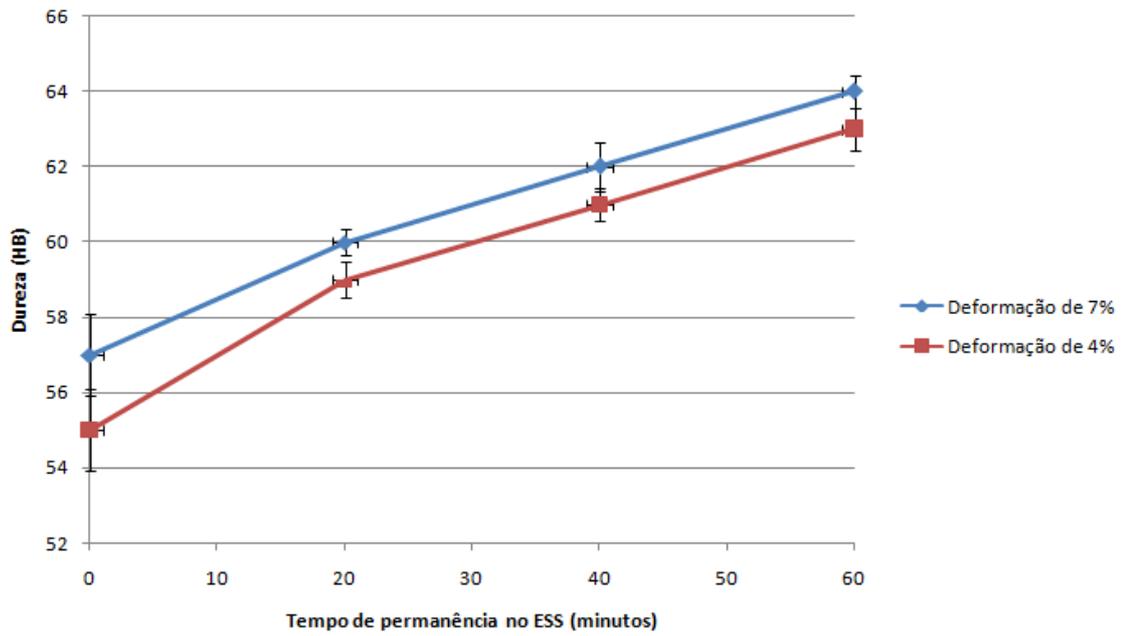
Tabela 4.3- Resultados de dureza Brinell obtidos para cada amostra.

<i>Grau de deformação</i>	<i>Tempo de Tratamento</i>	<i>HBW</i>
4%	0 min	55
	20 min	59
	40 min	61
	60 min	63
7%	0 min	57
	20 min	60
	40 min	62
	60 min	64
Amostra obtida por reofundição	-	60
Amostra bruta de fusão	-	50

FONTE: Próprio autor.

A figur 4.3, obtida a partir da Tabela 4.3, evidencia a comparação dos resultados obtidos no ensaio de dureza para os graus de deformação de 4% e 7% com tempos de tratamento térmico de 20, 40 e 60 minutos, bem como as amostras deformadas não submetidas ao tratamento e a amostra obtida por reofundição. É visível que, tanto o maior grau de deformação, quanto a maior permanência no estado semissólido apresentaram maiores valores no que diz respeito à dureza.

Figura 4.3 - Gráfico de comparação de dureza para os diferentes graus de deformação e tempos de permanência no ESS.



FONTE: Próprio autor.

5.0 CONCLUSÕES

Tendo em vista os resultados obtidos nas etapas experimentais, na análise metalográfica e no ensaio de dureza, pode-se concluir o seguinte:

- A liga MRI230D possui, quando submetida à laminação a quente (250°C), um limite de redução de espessura de aproximadamente 7%;
- É possível utilizar papel alumínio como proteção contra oxidação na liga de Magnésio MRI230D em temperaturas próximas aos 600°C, ou seja, antes da liquidus;
- O tempo em que as amostras foram mantidas no estado semissólido obedece à relação direta com o grau de globularização: as amostras tratadas por 20 minutos apresentaram grau de globularização bem inferior às amostras tratadas por 60 minutos;
- O grau de deformação ao qual as amostras foram submetidas obedece à relação direta com o grau de globularização: as amostras deformadas 4% apresentaram um grau de globularização bem inferior às amostras deformadas 7%;
- Os valores de dureza Brinell são aumentados para maiores tempos de tratamento, bem como para maiores graus de deformação;
- A dureza obtida nos ensaios realizados na amostra reofundida é superior àquela encontrada na bruta de fusão; à encontrada nas amostras que foram apenas deformadas, tanto em 4% quanto em 7%; à encontrada na amostra tixofundida via Método SIMA submetida a 4% de grau de deformação e 20 minutos de tratamento térmico no ESS; e tem valor semelhante ao encontrado na amostra submetida a 7% de deformação mecânica e 20 minutos de tratamento térmico no ESS.;
- A amostra submetida a grau de deformação de 7% e 60 minutos de tratamento apresentou melhor resultado no quesito globularização e dureza Brinell, dentre os parâmetros avaliados.

6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão, pode-se aprofundar e complementar o presente estudo com a realização dos seguintes trabalhos futuros, que poderão colaborar com a área de estudo e interesse desse trabalho:

- Avaliar a influência do grau de deformação e tempo de tratamento na resistência à tração do material, via ensaios de tração;
- Investigar a possibilidade de atingir maiores graus de deformação por outra técnica que não laminação, como, por exemplo, compressão;
- Avaliar a influência do grau de deformação e tempo de tratamento na tenacidade do material, via ensaios Charpy;
- Análise da influência de diferentes temperaturas de permanência no ESS do que a utilizada neste trabalho na microestrutura e nos valores de dureza Brinell;
- Análise da influência de tempos mais elevados de tratamento térmico nos valores de dureza Brinell;
- Investigar as fases presentes nas microestruturas obtidas por tixofundição e reofundição, principalmente a possibilidade da formação de compostos intermetálicos nos contornos de grão, advindos da adição de Cálcio e Estrôncio.

7.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASM HANDBOOK, Casting. ASM International. v. 15. 1988.

ASM HANDBOOK. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. ASM International. v. 2. 1992.

ALAM, M.E., HAN, S., NGUYEN, Q. B., HAMOUDA, A. M. S., GUPTA, M. **Development of new magnesium based alloys and their nanocomposites**. Journal of Alloys and Compounds. v. 509, 2011, p. 8522-8529.

ALVES, G. F. **Desenvolvimento de novas ligas para processos de conformação no estado semi-sólido a partir de alumínio reciclado**. Dissertação de mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais. IFES. 2011.

ANYANWU, L. A., GOKAN, Y., KAMADO, S., KOJIMA, Y., TAKEDA, S., ISHIDA, T. **Effect of substituting cerium-rich mischmetal with lanthanum on high temperature properties of die-cast Mg-Zn-Al-Ca-RE alloys**. Materials Science and Engineering A 380, 2004, p. 93-99.

BARTEX, S.L.T. **Influência do superaquecimento na formação de fases de uma liga demagnésio contendo elemento terras raras**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2012.

_____. **Investigação dos parâmetros de interesse na obtenção e processamento da liga Mg-6Al-3La-1Ca submetida ao processo de refundição**. Exame de qualificação de Doutorado. Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2016.

BOLOURI, A.; SHAHMIRI, M.; CHESHMEH, E. N. H. **Microstructural evolution during semisolid state strain induced melt activation process of aluminum 7075 alloy**. Transactions of nonferrous metals society of china. v. 20, 2010, p. 1663-1671.

BRONFIN, B.; MOSCOVITCH, N. **New Magnesium Alloys For Transmission Parts**. Metal Science and Heat Treatment. n. 11, 2006, p. 10-18.

CASTILHOS, M. Z. **Obtenção e Caracterização Metalúrgica e Mecânica da Liga de Alumínio A356 por Processo de Tixofundição Utilizando o Método SIMA**. Trabalho de Diplomação de Curso. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2016.

CANYOOK, R. et al. **Characterization of the microstructure evolution of a semi-solid metal slurry during the early stages**. Acta Materialia, v. 60, n. 8, 2012, p. 3501-3510.

DSM - **DeadSeaMagnesium. Informações técnicas do produto MRI230D**. Israel, 2017. Disponível em <<http://www.dsmag.co.il/?cmd=products.11>>. Acessado em: 30 de julho de 2017.

EMAMY, M.; RAZAGHIAN, A.; KARSHENAS, M. **The effect of strain induced melt activation process on the microstructure and mechanical properties of Ti-refined A6070 Al alloy.** *Materials and Design*, v. 46, 2012, p. 824-831.

FIGUEIREDO, Arlan Pacheco. **Análise da solidificação de ligas de Magnésio para aplicação na fabricação de motores.** Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2008.

FRANÇA, Fernando. **<www.abmbrasil.com.br/20090902_SemNaoferrosos_FernandoFranca.pps>** - Similares. 2009. Acessado em 16/11/2017.

HASSAS-IRANI, S. et al. **Microstructure evolution and semi-solid deformation behavior of an a356 aluminum alloy processed by strain induced melt activated method.** *Materials and Design*, v. 46, 2012, p. 579-587.

HONG, Y.; ZHANG, F.; JIE, X.; **Structure evolution of AZ61 magnesium alloy in SIMA process.** School of Mechanical-Electrical Engineering, Nanchang University, China, 2005.

KAINER, K. U. **Magnesium Alloys and Technologies** - 1ª Ed. - Institut für Werkstofforschung, 2003.

KESAVAN, A. R. **Microstructure and Creep behaviour of MRI230D Magnesium Alloy.** Dissertação de Mestrado. Instituto Nacional de Tecnologia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Rourkela, 2014.

KINJI HIRAI, HIDETOSHI, S., TAKIGAWA, S., HIGASHI, K. **Effects of Ca and Sr addition on mechanical properties of a cast AZ91 magnesium alloy at room and elevated temperature.** *Materials Science and Engineering A*, v. 403, 2007, p. 276-280.

MARTIN, C. L., KUMAR, R., BROWN, S. **Constitutive modeling and characterization of the flow behaviour of semi-solid metal alloy slurries: Structural evolution under shear deformation.** *Acta Metallurgica*, v. 42, n. 11, 1994, p. 3603-3614.

MEKONEN, M. N. et al. **Mechanical characterization and constitutive modeling of Mg alloy sheets.** *Materials Science & Engineering A*, v. 540, 2012, p. 174-186.

MORDIKE, B. L., EBERT, T. **Magnesium Properties - applications - potential.** *Materials Science and Engineering A* 302, 2001, p. 37-45.

PAES, M. **Otimização do processo de obtenção de refundidos da liga A356 por agitação eletromagnética.** Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, São Paulo, 2000.

PAES, M. **Obtenção e caracterização de novas ligas Al-Si-Mg para tixotrofia.** Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, São Paulo, 2004.

REIS, A. A. **Parâmetros de processamento para tixotrofia de uma liga Al-3,8Si reciclada a partir de latas de alumínio.** Dissertação de mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, IFES Vitória, 2013.

RZYCHON, T. **Quantitative procedure for evaluation of microstructure of cast Mg-Al-Ca-Sr magnesium alloy.** Department of Material Science, Silesian University of Technology. Katowice, Poland, Março de 2010.

SHUANG SHOU LI, BIN TANG, DA-BEN ZENG. **Effects and mechanism of Ca on refinement of AZ91D alloy.** Journal of alloys and Compounds, v. 437, 2007, p. 317 - 321.

YANG, Z. et al. **Review on Research and Development of Magnesium Alloys.** Acta Metallurgica Sinica (English Letters), v. 21, n. 5, 2008, p. 313–328.

FERRI, T. V. et al. **Mechanical properties as a function of microstructure in the new Mg-Al-Ca-La alloy solidified under different conditions.** Materials Science and Engineering A, v.527, n. 18-19, 2010, p. 4624–4632.

ZHU, S. M. et al. **The relationship between microstructure and creep resistance in die-cast magnesium-rare earth alloys.** Scripta Materialia, v. 63, n. 7, 2010, p. 698–703.