

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia  
Departamento de Metalurgia

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE AGITAÇÃO NA MICROESTRUTURA  
DA LIGA Mg-6Al-3La-1Ca SUBMETIDA AO PROCESSO DE REOFUNDIÇÃO

**IGOR ZIMPEL**

Trabalho de Diplomação

Orientador: Prof. Dr. Vinicius Karlinski de Barcellos

Porto Alegre

2017

Dedico esta dissertação a meu pai **VILSON ZIMPEL** (em memória), a minha mãe Maria do Horto Zimpel e a meu irmão Fredy Zimpel que tanto apoiaram e incentivaram meu crescimento profissional.

## AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador professor Dr. Vinicius Karlinski de Barcellos e ao Mestre Luiz Sérgio Bartex por todo apoio prestado durante o trabalho.

Ao Laboratório de Fundição pelo apoio financeiro e estrutura fornecida.

Aos meus pais e irmão pelo incentivo e apoio incondicional.

A todos que que participaram de direta ou indireta na minha formação.

**MUITO OBRIGADO!**

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	VI
LISTA DE TABELAS .....	IX
LISTA DE ABREVIATURAS.....	X
LISTA DE SIGLAS .....	XI
RESUMO .....	XII
ABSTRACT .....	XIII
1.0 INTRODUÇÃO .....	1
2.0 OBJETIVOS .....	3
2.1 Objetivos secundários .....	3
3.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	4
3.1 Solidificação de ligas metálicas .....	4
3.2 Formação das estruturas globulares .....	6
3.2.1 Modelo do cisalhamento das dendritas .....	6
3.2.1 Modelo de Ostwald Ripening .....	10
3.3 Considerações sobre ligas de magnésio .....	12
3.3.1 Propriedades físico-químicas .....	12
3.3.2 Vantagens, desvantagens e utilizações do magnésio .....	13
3.3.3 Classificação e nomenclatura das ligas de magnésio.....	15
3.3.4 Elementos de liga .....	17
3.3.5 Considerações sobre a liga Mg-Al-La-Ca.....	18
3.4 Influência dos parâmetros de processo .....	19
3.4.1 Tempo de Agitação .....	19
3.4.2 Velocidade de agitação .....	22
3.4.3 Forma de agitação .....	23
3.4.4 Temperatura e fração sólida presente.....	23
3.4.5 Taxa de resfriamento.....	24

4.0	MATERIAIS E MÉTODOS .....	27
4.1	Descrição do experimento.....	27
4.1.1	Aparato experimental .....	28
4.1.2	Fusão da liga Mg-6Al-3La-1Ca .....	29
4.1.3	Sistema de agitação .....	31
4.1.4	Retirada dos corpos de prova do banho metálico.....	32
4.1.5	Monitoramento das Temperaturas.....	33
4.1.6	Preparação Metalográfica.....	34
4.1.7	Ensaio de microdureza e dureza estimada .....	34
5.0	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	36
5.1	Composição química dos lingotes .....	36
5.2	Fusão e análise das amostras.....	36
5.2.1	Produção das amostras .....	36
4.2.2	Taxa de resfriamento.....	37
4.2.3	Análise micrográfica .....	39
4.2.4	Ensaio de microdureza e dureza estimada .....	41
6.0	CONCLUSÕES .....	45
7.0	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	46
8.0	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	47

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 3.1 Evolução das dendritas de uma liga Mg-Gd em tempo real em função da taxa de extração de calor: (a) 0,033 K/s; (b) 0,10 K/s; (c) 0,25 K/s. .... 5
- Figura 3.2 Modelo esquemático de cisalhamento das estruturas dendríticas com o arrancamento dos braços das extremidades. (a) esforços de cisalhamento nas dendritas; (b) dobramento e arrancamento das extremidades. As letras L e S representam, respectivamente, líquido e Sólido..... 6
- Figura 3.3 Micrografia da liga de alumínio A356 mostrando um glóbulo de sólido primário rodeado por líquido eutético (formação dendrítica). .... 7
- Figura 3.4 Comparação das microestruturas da liga de magnésio AZ91HP; (A) Resfriamento rápido sem agitação, vazado a 620° C e (B) processada em estado semissólido a 575° C por 15 minutos..... 8
- Figura 3.5 Microestrutura da liga Mg-3Sn-1Mn processada em estado semissólido e resfriada em água, são mostrads quatro regiões com diferentes distâncias do sistema de resfriamento: (a) Região mais afastada com menor taxa de resfriamento; (b) Região intermediária mais afastada; (c) Região intermediária mais próxima; (d) Região mais próxima com a maior taxa de resfriamento..... 9
- Figura 3.6 – Micrografia da liga Mg-6Al-3La-1Ca submetida ao processo de reofundição por agitação mecânica, apresentando os três tipos de morfologia, aumento de 50x. O tempo de agitação foi de 120 segundos e o resfriamento foi em água. (A) Estrutura dendrítica, (B) rosetas e (C) globular..... 10
- Figura 3.7 Esquema do processo de crescimento dos glóbulos de Ostwald Ripening. (A) menor tempo de agitação. (B) maior tempo de agitação..... 11
- Figura 3.8 Utilização do Magnésio..... 14

Figura 3.9	Indicativo esquemático da nomenclatura conforme a recomendação da ASTM B275-05.....	15
Figura 3.10	Análise térmica realizada na liga Mg-6Al-3La-1Ca mostrando os principais pontos de transformação durante a solidificação. ....	19
Figura 3.11	Microestrutura da liga A356 processada em estado semissólido a 589°C em diferentes tempos de agitação. (a) 0 minutos; (b) 2 minutos; (c) 10 minutos; (d) 20 minutos; (e) 35 minutos; (f) 90 minutos.....	21
Figura 3.12	Influência do tempo de agitação e do tempo de residência na viscosidade aparente de uma liga de magnésio AZ91. Sem pré-agitação (a). Com pré agitação (b).....	22
Figura 3.13	Diagrama esquemático mostrando o ciclo de resfriamento no processo de obtenção de reofundidos. (TL, TP e TS representam, respectivamente, Temperaturas: liquidus, de processamento e solidus).....	24
Figura 3.14	Micrografias e a distribuição estatística do tamanho das partículas sólidas em função das taxas de resfriamento na zona I: (a) 1,56 °C/min.; (b) 2,82 °C/min.; (c) 8,04 °C/min. ....	25
Figura 3.15	Morfologias apresentada pelos lingotes de magnésio aquecidos a 600 °C submetidos a resfriamento rápido: (a) sem agitação; (b) com agitação por vibração ultrassônica. ....	26
Figura 4.1	Planejamento experimental. TP representa a temperatura de processamento (agitação) em estado semissólido; “t” é o tempo de agitação utilizado .....	28
Figura 4.2	Forno utilizado para fusão da liga. (1) Agitador; (2) Tampa do forno com acesso para o Argônio e termopares; (3) Isolamento térmico do forno; (4) Resistências; (5) Ferramenta utilizada para a agitação (6) Metal líquido. ....	29
Figura 4.3	Ciclo térmico aplicado nas corridas de reofundição. As siglas significam: TL – Temperatura Liquidus; TS – Temperatura Solidus; TP – Temperatura de processamento. ....	30

Figura 4.4	Suporte utilizado para adaptação do sistema de agitação. (a) foto da furadeira acoplada; (b) Sistema de resfriamento das amostras por imersão na água. ...	31
Figura 4.5	Esquema da ferramenta utilizada no sistema de agitação mecânico.....	32
Figura 4.6	Esquema do tubo utilizado para retirada das amostras. ....	33
Figura 4.7	Desenho esquemático do posicionamento do termopar no interior da amostra .....	34
Figura 5.1	Amostras obtidos no experimento, os valores 1, 2, 4, 8, 16 são os tempos em minutos que cada amostra foi agitada à 605°C. ....	37
Figura 5.2	Curva de resfriamento medida na amostra. ....	38
Figura 5.3	Taxa de resfriamento medido na amostra de controle (sem agitação). ....	38
Figura 5.4	Evolução da microestrutura nos diferentes tempos de agitação. (A) 1 minuto, (B) 2 minutos, (C) 4 minutos e (D) 8 minutos. ....	39
Figura 5.5	Região de composição eutética remanescente da amostra com 2 minutos de agitação, corte transversal. (A) 100x de aumento. (B) mesma região com 200x de aumento. ....	40
Figura 5.6	Percentual de área medido, corpo de prova com 4 minutos de agitação, corte transversal e aumento de 50x. (A) Resultado do percentual de área obtido no ImageJ. (B) Foto original.. ....	41
Figura 5.7	Identações obtidas na amostra de 4 minutos de agitação, corte longitudinal. (A) e (B) região de composição eutética, (C) e (D) região Mg alfa. (A) e (C) com as medidas das identações, (B) e (D) foto original.....	43
Figura 5.8	Relação entre as durezas estimadas nos diferentes tempos de agitação.....	44



## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1	Propriedades físicas e químicas do magnésio puro .....	12
Tabela 3.2	Vantagens e desvantagens do uso de magnésio .....	13
Tabela 3.3	Nomenclatura padrão das ligas de magnésio conforme a ASTM B275-05 ...	16
Tabela 3.4	Nomenclatura utilizada pela ASTM B275-05 para o pós processamento das ligas de Magnésio.....	17
Tabela 4.1	Valores dos dados experimentais utilizados nesse trabalho.....	28
Tabela 5.1	Análise quantitativa da composição química dos lingotes utilizados nesse trabalho.....	36
Tabela 5.2	Percentual de área das diferentes regiões .....	42
Tabela 5.3	Microdureza, em Vickers, nas diferentes regiões de cada corpo de prova ....	43

## LISTA DE ABREVIATURAS

Al	Alumínio;
Ca	Cálcio;
CP	Corpo de Prova;
CQ	Composição Química;
EM	Ensaio Mecânico;
La	Lantânio;
Mg	Magnésio.

## LISTA DE SIGLAS

- $\alpha$**  Representa a fase primária formada pelo magnésio com átomos de outros elementos dissolvidos em solução sólida;
- B** Representa a fase formada pelo magnésio com o alumínio;
- T** Temperatura [°C];
- t** tempo [s];
- TP** Temperatura de Processamento [°C];
- Tf** Temperatura de fusão [°C];
- TL** Temperatura liquidus [°C];
- fs** Fração sólida [adimensional].

## RESUMO

A redução de peso de componentes mecânicos é de grande importância para indústria mundial e cada vez vêm crescendo mais pesquisas relacionadas a esse assunto. As ligas de magnésio apresentam grande potencial como solução para esse problema devido a suas propriedades. Apresentam vantagens como boa resistência mecânica, baixo peso, precisão dimensional e a possibilidade de produção em grande escala. Entretanto, apresentam algumas desvantagens como resistência a corrosão limitada, baixa resistência em alta temperatura e baixa deformabilidade.

A reofundição visa a modificação da estrutura básica de solidificação, de uma estrutura dendrítica, para uma estrutura globular, sendo esse processamento de grande interesse para melhorar as propriedades das ligas de magnésio.

Este trabalho teve como objetivo estudar a liga Mg-6Al-3La-1Ca quando submetida ao processo de reofundição. O material foi processado em estado semissólido para modificações de sua estrutura básica de solidificação. Os resultados iniciais do estudo mostraram que houve um bom nível de globularização, que possibilitou o estudo mais aprofundado do assunto.

No procedimento experimental, a liga foi fundida em forno resistivo com atmosfera inerte, um sistema de agitação mecânica foi utilizado para processar o metal quando esse se encontrava em estado semi-sólido. O processamento foi feito com diferentes tempos de agitação, os tempos utilizados foram de 1, 2, 4, 8 e 16 minutos. Os corpos de prova foram submetidos a ensaios mecânicos e metalúrgicos para investigar a influência dos diferentes tempos de agitação na microestrutura.

Os resultados obtidos mostraram grande influência do tempo de agitação na microestrutura formada, mostrando que existe um tempo otimizado para processamento. Os tempos de agitação de 2, 4 e 8 minutos apresentaram os melhores resultados.

A partir dos resultados, foi possível concluir que o existe um tempo mínimo de agitação para haver um bom nível de globularização, e que tempos de agitação excessivos acabam gerando defeitos na amostra.

Palavras-chave: Reofundido, magnésio, terras raras, laminação, semi- sólido.

## **ABSTRACT**

The weight reduction of mechanical components is of great importance for the worldwide industry and more research related to this subject is growing. Magnesium alloys have great potential as a solution to this problem due to their properties. They present advantages such as good mechanical strength, low weight, dimensional accuracy and the possibility of large scale production. However, it has some disadvantages such as limited corrosion resistance, low temperature resistance and low deformability.

The rheocasting process aims at modifying the basic structure of solidification, from a dendritic to a globular structure, making this process of great interest for improving the properties of magnesium alloys.

This work aimed to study the Mg-6Al-3La-1Ca alloy when submitted to the rheocasting process, the material was processed in the semi-solid state for modifications of its basic solidification structure. Initial results of the study showed that there was a good level of globularization, which made it possible to further study the subject.

In the experimental procedure, the alloy was melted in a resistive furnace with an inert atmosphere, a mechanical stirring system was used to process the metal when it was in a semi-solid state. The processing was done with different stirring times, the times used were 1, 2, 4, 8 and 16 minutes. The specimens were submitted to mechanical and metallurgical tests to investigate the influence of the different agitation times on the microstructure.

The obtained results showed great influence of the agitation time in the formed microstructure, showing that there is an optimized time for processing. Agitation times of 2, 4 and 8 minutes showed the best results.

From the results it was possible to conclude that there is a minimum agitation time to have a good level of globularization and that excessive agitation times results in defects in the samples.

**Keywords:** Rheocasting, magnesium alloys, rare Earth, semi solid.

## 1.0 INTRODUÇÃO

A busca pela redução de peso de componentes mecânicos pela indústria mundial vem crescendo de forma acelerada nos últimos anos. O magnésio aparece como uma boa opção para substituição de materiais mais utilizados como o aço e o alumínio. A resistência mecânica, baixo peso, boa precisão dimensional e a possibilidade de produção em larga escala explicam o aumento da demanda pelo mercado mundial (Bartex et al., 2012).

A liga de magnésio mais difundida no mercado é a AZ91 por apresentar boas propriedades mecânicas a frio, porém não apresenta boa deformabilidade nem boa resistência em altas temperaturas. A liga de magnésio AZ91 não é satisfatória em função da fase  $\beta$  ( $Al_{12}Mg_{17}$ ) 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 (Ferri et al., 2010).

Na aplicação em componentes mecânicos que seja exigido uma resistência mecânica de trabalho a temperaturas elevadas, acima de 120°C, as ligas do sistema Mg-Al-RE-Ca correspondem a uma fluência satisfatória similar a liga de alumínio ADC12 utilizada em caixa de transmissão de veículos (Ferri et al., 2010).

Apesar da adição de elementos terras raras tornar favorável a formação de intermetálicos de alta dureza reforçando a matriz, esses intermetálicos tendem a formar-se de forma grosseira e irregular, tornando as propriedades mecânicas insatisfatórias (Ferri et al., 2010).

A reofundição é uma técnica utilizada para alterações na microestrutura do material fundido, como tamanho e formato do grão. Os parâmetros de processamento afetarão

diretamente as propriedades do material. Existem grandes vantagens no processamento em estado semissólido como a formação de uma microestrutura refinada, uniforme com propriedades mecânicas aprimoradas (Wang et al., 2008). A faixa de solidificação é muito importante para o processamento em estado semissólido para o controle da fração sólida presente (Feltrin, 2004; Garcia, 2007).

Garcia (2012) estudou o resfriamento da liga Mg-6Al-3In-1Ca que apresentou uma ampla faixa de solidificação (610°C - 515°C) e houve a formação do eutético, o que tornou promissor um estudo mais aprofundado no assunto.

## 2.0 OBJETIVO

O objetivo do trabalho é estudar a influência do tempo de agitação, no processamento em estado semissólido, nas propriedades mecânicas e metalúrgicas da liga Mg-6Al-3La-1Ca.

### 2.1 Objetivos secundários

A partir do objetivo principal podem ser listados os objetivos secundários do trabalho:

- Montar um aparato experimental para o processamento em estado semissólido;
- Fusão da carga e extração dos corpos de prova;
- Avaliar a influência do tempo de agitação na microestrutura formada;
- Avaliar o percentual de cada fase ou região distinta formada;
- Avaliar a microdureza dos corpos de prova produzidos;
- Estimar a dureza dos corpos de prova produzidos.



### 3.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Solidificação dos metais e suas ligas

Os estudos relacionados com a solidificação de metais são de grande importância para a indústria Metalmeccânica. Parâmetros microestruturais estão diretamente ligados às taxas de resfriamento e ao processamento realizado durante o estágio de solidificação, como tamanho de grão, precipitados, solução sólida entre outros. Altas taxas de resfriamento refinam o material devido à alta nucleação e quanto menor o tamanho das estruturas formadas melhores as propriedades mecânicas apresentadas. A equação de Hall-Petch (1) mostra essa relação, em que  $\sigma_y$  (MPa) representa a resistência ao escoamento de um material:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (1)$$

Onde  $\sigma_0$  (MPa) é uma constante que representa a tensão inicial nela contida o deslocamento das discordâncias,  $k_y$  (MPa.m<sup>1/2</sup>) representa o coeficiente de encruamento do material e  $d$  (m) representa o tamanho médio dos grãos da amostra.

A solidificação ocorre quando são formados núcleos (aglomerados) com tamanho mínimo crítico dentro do material em estado líquido. Devido à extração de calor, e consequente liberação de calor latente, os embriões que não possuem o tamanho mínimo, não tem estabilidade energética suficiente para manterem-se e acabam fundindo novamente. Entretanto, devido ao resfriamento, novos embriões são criados, o processo fica instável por algum tempo. Após esse estado inicial, alguns desses embriões atingem um número mínimo de átomos e um tamanho mínimo crítico, que acaba dando a estabilidade suficiente para que se mantenham sólidos. Assim são formados os primeiros núcleos de sólido no líquido (Bartex, 2012).

Após a formação de núcleos críticos, o material do interior do lingote resfria-se mais lentamente e a solidificação ocorre em temperatura mais alta. Os grãos próximos à superfície crescem para dentro na direção contrária do fluxo de calor, que flui para fora. Dependendo da taxa de extração de calor esse crescimento pode assumir a forma plana,

celular ou dendrítica. Numa mistura líquido-sólido, é importante observar que o líquido e o sólido não têm a mesma composição devido a diferença de solubilidade, gerando perturbações (segregação) e a formação dendrítica. A figura 3.1 mostra o crescimento dendrítico de uma liga Mg-Gd com diferentes taxas de resfriamento.

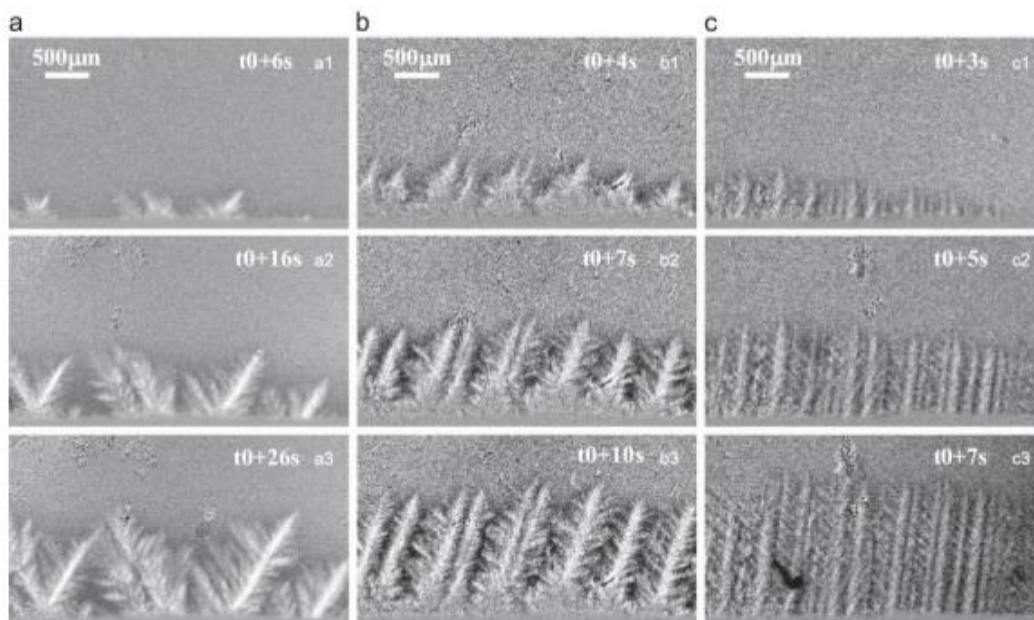


Figura 3.1 Evolução das dendritas de uma liga Mg-Gd em tempo real em função da taxa de extração de calor: (a) 0,033 K/s; (b) 0,10 K/s; (c) 0,25 K/s. Fonte: Wang, 2016.

Na figura 3.1 é mostrado a solidificação com crescimento dendrítico da liga, nota-se duas fases presentes (Zona pastosa), as dendritas sendo a fase sólida e o resto o líquido remanescente. Pode-se observar que as dendritas ficam cada vez mais refinadas com o aumento da taxa de solidificação (Yim e Shim, 2003).

Na zona pastosa existe uma equação na literatura para determinar a fração sólida presente no material de acordo com a temperatura, como apresentado na equação 2:

$$f_s = 1 - \left( \frac{T_f - T}{T_f - T_l} \right)^{1/(k-1)} \quad (2)$$

Onde  $f_s$  representa a fração sólida ( $0 < f_s < 1$ ),  $T_l$  representa a temperatura liquidus ( $^{\circ}\text{C}$ ),  $T_s$  representa a temperatura solidus ( $^{\circ}\text{C}$ ),  $T$  representa a temperatura do banho dentro da região pastosa ( $^{\circ}\text{C}$ ) e  $k$  representa o coeficiente de partição (adimensional).

A partir da equação (2) é possível prever a quantidade de sólido presente de acordo com a temperatura de processamento (Fan, 2001; Chen, Chen e Liao, 2008; Chen et al., 2016b).

### 3.2 Formação de estruturas globulares

Serão propostos, a seguir, dois mecanismos para melhor entendimento do processo.

#### 3.2.1 Modelo do cisalhamento das dendritas

No início da solidificação, quando são formadas as primeiras estruturas sólidas, é promovida uma agitação, a uma temperatura constante, que gera esforços de cisalhamento no banho quebrando a formação dendrítica inicial. O material arrancado é projetado para o interior do líquido remanescente. Como o pedaço sólido arrancado possui o tamanho mínimo para se manter sólido (tamanho crítico) e a temperatura é constante, ele crescerá. A figura 3.2 esquematiza o processo.

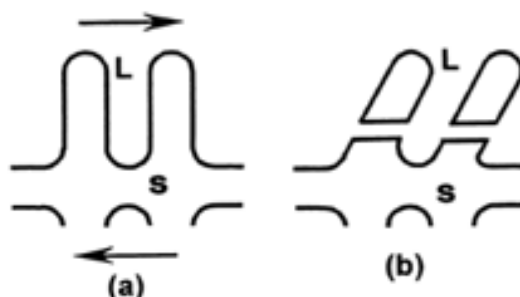


Figura 3.2 Modelo esquemático de cisalhamento das estruturas dendríticas com o arrancamento dos braços das extremidades. (a) esforços de cisalhamento nas dendritas; (b) dobramento e arrancamento das extremidades. As letras L e S representam, respectivamente, Líquido e Sólido. Fonte: Fan, 2001.

Os sólidos arrancados das dendritas tendem a forma esferoidal devido a esse formato apresentar menor energia no sistema (Martin, Kumar e Brown, 1994).

A agitação é fundamental para a formação dos glóbulos, se ela for interrompida a globularização também é interrompida. O glóbulo projetado no líquido remanescente tende então a crescer, como não há agitação ocorre novas formações dendríticas a partir do glóbulo já formado. (Canyook et al., 2012).

A figura 3.3 mostra a liga de alumínio A356 processada em estado semissólido, a agitação foi interrompida antes da realização do resfriamento rápido, é possível ver uma estrutura dendrítica que cresceu a partir do glóbulo branco no centro da micrografia.

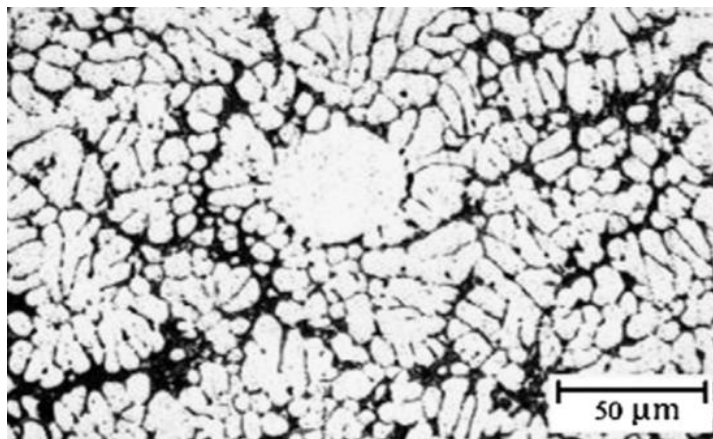


Figura 3.3 Micrografia da liga de alumínio A356 mostrando um glóbulo de sólido primário rodeado por líquido eutético (formação dendrítica). Fonte: Canyook et al., 2012.

Na figura 3.3 é mostrado o glóbulo (branco) rodeado por uma estrutura dendrítica, ela foi formada pelo líquido eutético remanescente. O glóbulo formado acabou sendo utilizado como ponto de nucleação e a partir dele iniciou-se o processo de crescimento dendrítico.

Já na figura 3.4 pode ser visto o efeito da agitação contínua na formação de sólidos globulares. Foram comparadas duas microestruturas da liga AZ91HP superaquecidas a 620°C, uma delas foi resfriada rapidamente e a outra foi processada em estado semissólido.

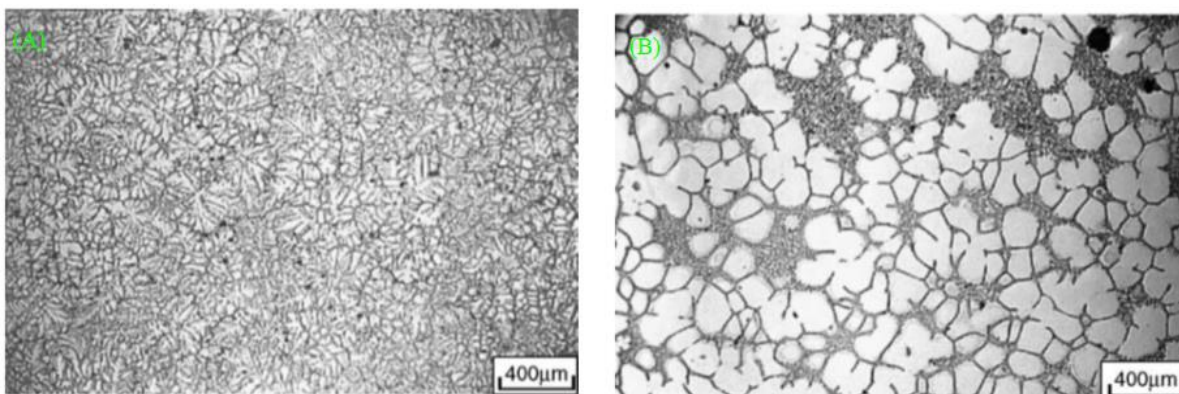


Figura 3.4 Comparação das microestruturas da liga de magnésio AZ91HP; (A) Resfriamento rápido sem agitação, vazado a 620° C e (B) processada em estado semissólido a 575° C por 15 minutos. Fonte - Yim e Shin, 2005.

Pode notar, na figura 3.4, uma formação dendrítica refinada na figura 4(A) e uma estrutura globular na figura 4(B), mostrando o efeito da agitação na microestrutura, em que a formação dendrítica foi quebrada formando a microestrutura globular.

Para a estrutura já formada não difundir e formar novamente uma estrutura próxima a condições de equilíbrio é necessário um resfriamento rápido para evitar a difusão e manter a estrutura globular formada (Moon, Cornie e Flemings, 1991).

A taxa de resfriamento tem grande influência na microestrutura e nas propriedades mecânicas do material, o líquido eutético remanescente apresenta-se muito mais refinado em taxas de resfriamento mais elevadas (Yao e Zhang, 2016).

Na figura 3.5 é mostrada a comparação entre as microestruturas da liga Mg-3Sn-1Mn processada em estado semissólido e resfriada em água. O material sofreu diferentes taxas de resfriamento em seu interior, desde a região mais próxima ao sistema de resfriamento (maior taxa) até a região mais afastada (menor taxa), deixando bem claro as diferenças na microestrutura em cada posição.

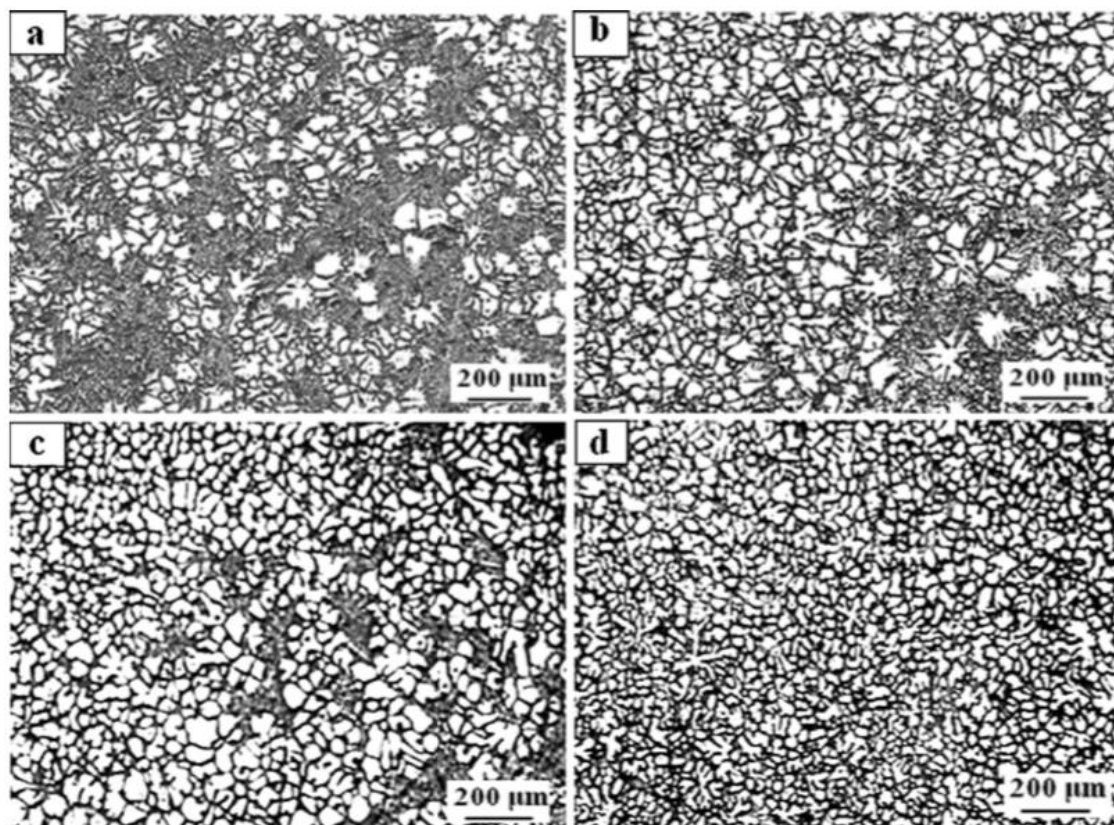


Figura 3.5 Microestrutura da liga Mg-3Sn-1Mn processada em estado semissólido e resfriada em água, são mostrados quatro regiões com diferentes distâncias do sistema de resfriamento: (a) Região mais afastada com menor taxa de resfriamento; (b) Região intermediária mais afastada; (c) Região intermediária mais próxima; (d) Região mais próxima com a maior taxa de resfriamento. Fonte: Guan et al., 2012.

É possível observar na figura 3.5 que ocorre não apenas um refino do tamanho dos glóbulos, mas o formato deles tende a ser mais esférico nas maiores taxas de resfriamento (Guan et al., 2012).

Os parâmetros utilizados no processamento em estado semissólido como tensão, frequência ou tempo de agitação, também tem grande influência na microestrutura. Variando esses parâmetros é possível formar três estruturas diferentes, as dendritas, os glóbulos e a estrutura intermediária conhecida na literatura como rosetas (Chen et al. 2016 b). A Figura 3.6 mostra as três estruturas mencionadas:

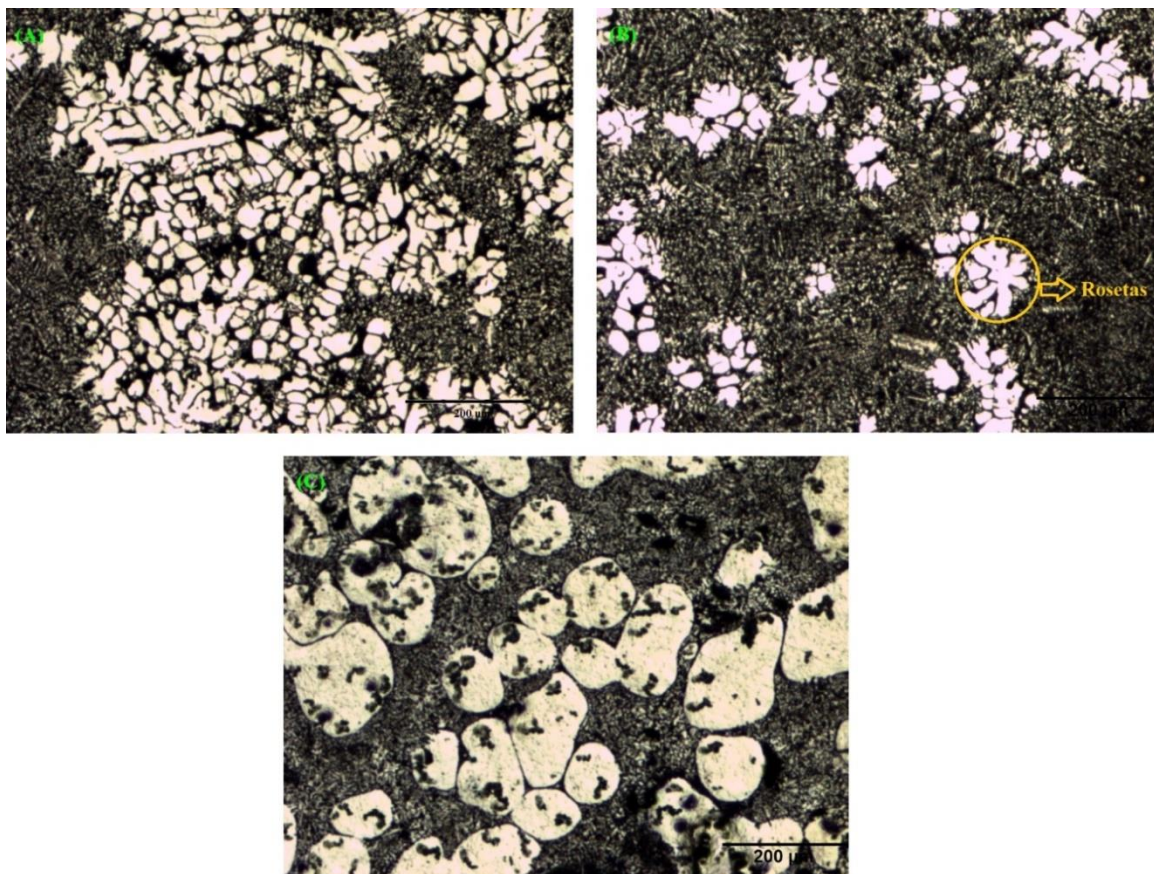


Figura 3.6 Micrografia da liga Mg-6Al-3La-1Ca submetida ao processo de reofundição por agitação mecânica, apresentando os três tipos de morfologia, aumento de 50x. O tempo de agitação foi de 120 segundos e o resfriamento foi em água. (A) Estrutura dendrítica, (B) rosetas e (C) globular. Fonte: Próprio autor.

Para as micrografias apresentadas na figura 3.6, foi utilizado a liga Mg-6Al-3La-1Ca, o tempo de processamento, por agitação mecânica, foi de 120 segundos. Em (A) observa-se um crescimento dendrítico, em (B) tem-se o crescimento da estrutura intermediário, conhecido como roseta, e em (C) é mostrado a estrutura globular.

Porém, o aparecimento das rosetas também é justificado na literatura pela movimentação das dendritas primárias e posterior modificação estrutural (Wang et al, 2015).

### 3.2.2 Modelo de Ostwald Ripening

Este processo espontâneo ocorre termodinamicamente porque partículas maiores são mais energeticamente favorecidas do que partículas menores. Isso decorre do fato de que as moléculas na superfície de uma partícula são energeticamente menos estáveis do

que as do interior. Já as fases não se misturam devido à imiscibilidade. Ou seja, esse processo ocorre para reduzir a energia do sistema (Taylor, 1995).

A partir destas definições pode-se relacionar com a pasta reológica, que é formado pela parte solidificada e pelo líquido eutético, sendo elas duas fases imiscíveis.

Se a agitação não for interrompida, de acordo com o modelo de cisalhamento, as dendritas tenderiam a se quebrar cada vez mais, esfacelando o material sólido, gerando uma estrutura globular cada vez mais refinada. Entretanto, devido ao fenômeno de Ostwald Ripening, os glóbulos sólidos maiores crescem às custas dos menores fazendo com que o excesso de agitação cause um coalescimento dos glóbulos. Na prática então um tempo elevado de processamento tende ao crescimento das estruturas globulares (Chen, Chen e Liao et al., 2008). O esquema do processo é mostrado na figura 3.7.

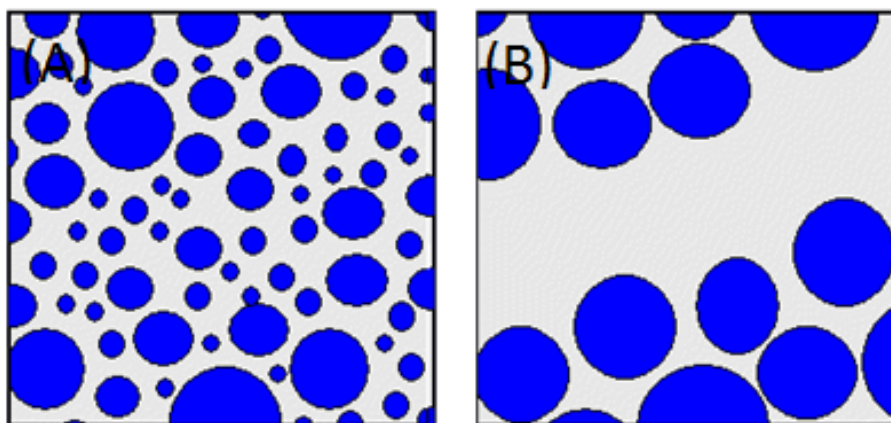


Figura 3.7 Esquema do processo de crescimento dos glóbulos de Ostwald Ripening. (A) menor tempo de agitação. (B) maior tempo de agitação. Fonte: Próprio autor.

Percebe-se, através da figura 3.7, em que o número de glóbulos diminui e o tamanho aumenta, mas o percentual de área da região globularizada mantém-se igual.

A viscosidade do material também é alterada, diminui em função do tempo de processamento para baixas frações sólidas, para frações maiores de sólido a viscosidade tende a aumentar com o passar do tempo. Para baixas frações sólidas a contínua agitação tende a aumentar o cisalhamento e a conseqüente redução do tamanho das partículas. Já para altos valores de fração sólida a contínua agitação tende a auxiliar o processo de Ostwald Ripening, dando mobilidade as partículas e promovendo o aumento da área superficial dos maiores à custa dos menores (Chen, Chen e Liao, et al. 2008).



### 3.3 Considerações sobre ligas de magnésio

#### 3.3.1 Propriedades físico-químicas

O magnésio é um metal que apresenta coloração cinza prateada, quando oxidado perde seu brilho prateado, possui boa relação resistência/peso, a melhor entre os metais estruturais, e possui 2/3 da densidade do alumínio. Entra facilmente em ignição com o aquecimento, principalmente se pulverizado, exibindo uma chama ofuscante. Cuidados especiais devem ser tomados para evitar a ignição indesejada do magnésio (Ferri et al., 2010).

O magnésio possui propriedades físicas e químicas particulares, conforme Tabela 3.1, tendo um elevado potencial na utilização de estruturas metálicas leves.

Tabela 3.1 Propriedades físicas e químicas do magnésio puro. Fonte: Kainer. and V 2003.

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

O magnésio é um elemento químico de símbolo Mg de número atômico 12 (12 prótons e 12 elétrons) com massa atômica 24 u.m.a. É um metal alcalino-terroso, pertencente ao grupo 2, sólido nas condições ambientais. Quando solidificado sua estrutura cristalina se organiza na forma hexagonal compacta. É o sexto elemento em abundância no planeta, constituindo cerca de 2,76% da crosta terrestre, e o terceiro mais abundante dissolvido na água de mar (Kainer, 2003).

### 3.3.2 Vantagens, desvantagens e utilizações do magnésio

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. Sendo assim são citadas as principais vantagens e desvantagens do magnésio na tabela 3.2.

Tabela 3.2 Vantagens e desvantagens do uso de magnésio. Fonte: Ferri, 2010.

Perfil característico das ligas de magnésio	
Vantagens (+)	Desvantagens (-)
- Menor densidade de todos materiais estruturais metálicos	- Poucas ligas otimizadas
- Alta resistência específica	- Apenas algumas ligas trabalhadas
- Boa fluidez e adequação para o processo die-casting	- Baixa ductilidade e dureza em temperaturas ambiente
- Fácil usinagem com alta velocidade de corte	- resistência mecânica e fluência limitada sob altas temperaturas
- 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

Outra consideração importante do magnésio é que ele pode ser classificado em duas categorias principais: Estruturais e Não Estruturais (METALS HANDBOOK VOL 2, 1990). O esquema a seguir, figura 3.8, mostra as principais aplicações do magnésio.

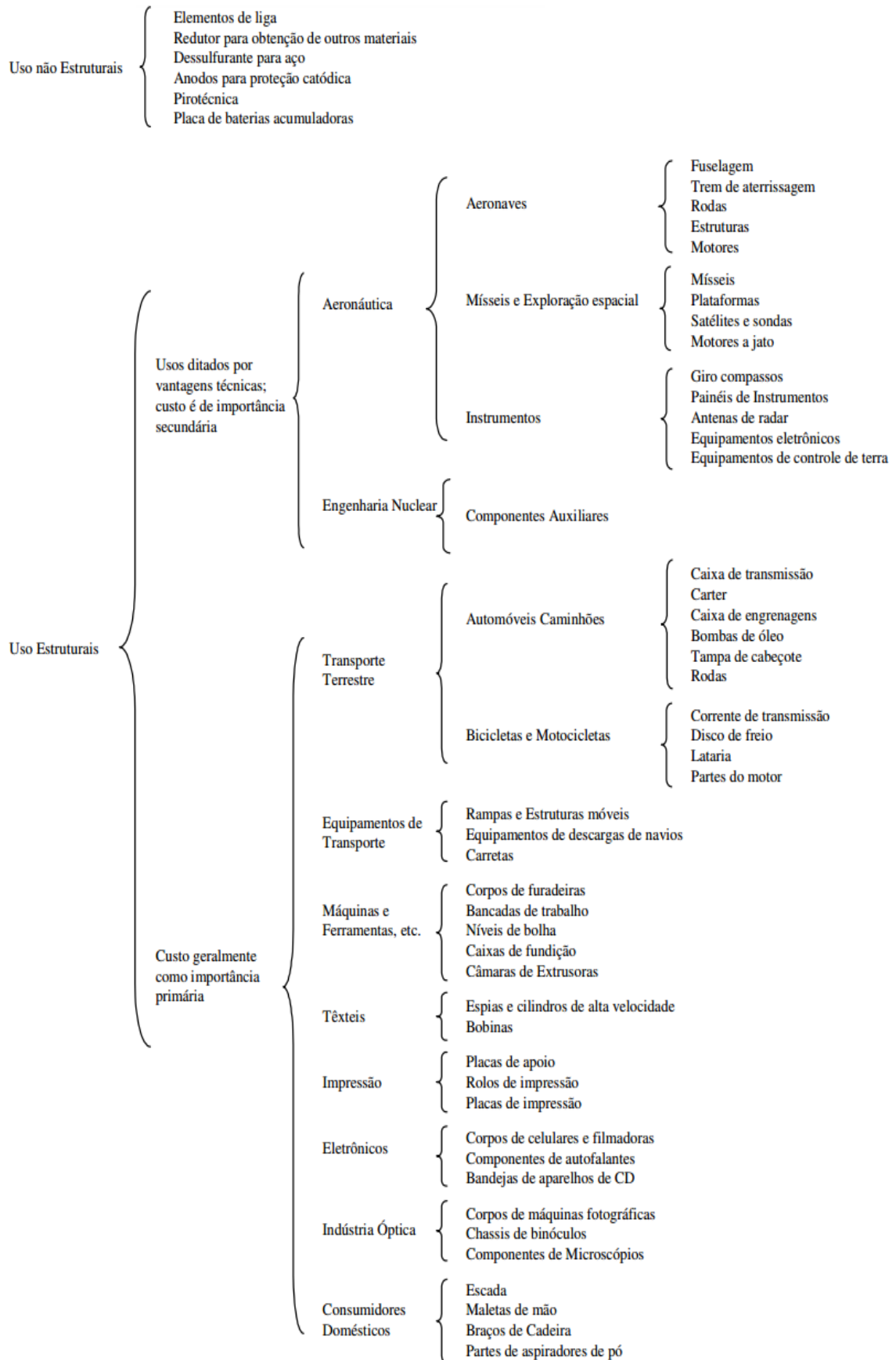


Figura 3.8 Utilização do Magnésio. Fonte: Souza Filho, 2006.

### 3.3.3 Classificação e nomenclatura das ligas de magnésio

A nomenclatura para as ligas de magnésio mais aceita em todo mundo segue as recomendações da ASTM B275-05 (figura 3.9). É dividida em quatro partes. Na primeira têm-se duas letras que indicam os dois principais elementos da liga. A segunda parte é composta por dois números e indica o percentual dos elementos. A terceira parte serve para diferenciar duas ligas com características iguais. A quarta parte designa o tratamento térmico ou mecânico utilizado.

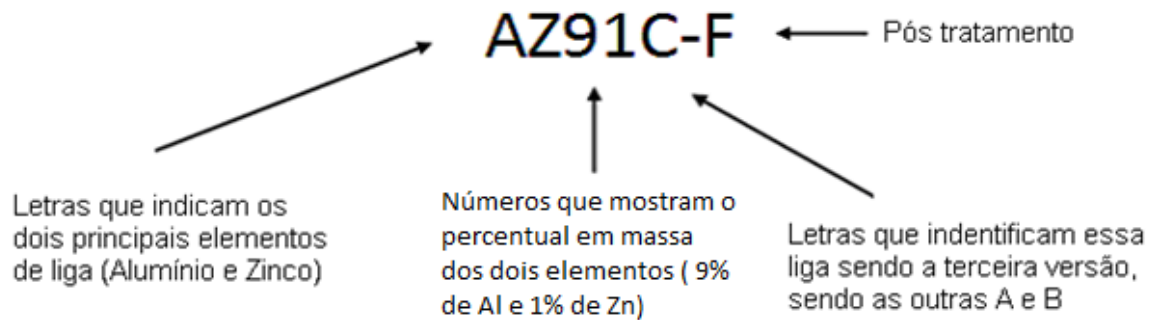


Figura 3.9 Indicativo esquemático da nomenclatura conforme a recomendação da ASTM B275-05. Fonte: Próprio autor.

A Tabela 3.3 apresenta as letras utilizadas para simbolizar os principais elementos químicos presentes em ligas de magnésio.

Tabela 3.3 Nomenclatura padrão das ligas de magnésio conforme a ASTM B275-05.  
 Fonte: Adaptado de ASM, 1990.

<b>Letra</b>	<b>Elemento</b>	<b>Letra</b>	<b>Elemento</b>
A	Alumínio	M	Manganês
B	Bismuto	N	Níquel
C	Cobre	P	Chumbo
D	Cádmio	Q	Prata
E	Terras Raras	R	Cromo
F	Ferro	S	Silício
H	Tório	T	Titânio
J	Estrôncio	W	Ytrio
K	Zircônio	Y	Antimônio
L	Lítio	Z	Zinco

A letra E utilizada na tabela 3.3 não serve apenas para um elemento mas para uma mistura deles, o grupo dos Lantanídeos e dos Actinídeos também conhecido como Terras Raras (ASTM B275-05; Bartex, 2012).

A terceira parte difere as ligas com mesmo teor de elementos de liga, as letras A, B e C para primeira, segunda e terceira ligas registradas respectivamente, D liga de alta pureza e E para ligas com alta resistência a corrosão.

A última letra utilizada na nomenclatura indica o pós processamento das ligas de magnésio. A tabela 3.4, a seguir, mostra a nomenclatura utilizada.

Tabela 3.4 Nomenclatura utilizada pela ASTM B275-05 para o pós processamento das ligas de Magnésio. Fonte: ASM a, 1990.

<b>Letra</b>	<b>Significado</b>
F	Não tratado
O	Recozido
H10 e H11	Levemente encruado
H23, H24 e H26	Encruado e parcialmente recozido
T4	Tratamento térmico de solubilização
T5	Envelhecido Artificialmente
T6	Tratamento térmico de solubilização e envelhecido artificialmente
T8	Tratamento térmico de solubilização, trabalhado a frio e envelhecido artificialmente.

#### 3.3.4 Elementos de liga

Os elementos de liga do magnésio mais comuns são o alumínio, zircônio, zinco, manganês, terras raras, prata e tório. São adicionados ao magnésio a fim de se obter ligas com melhores características mecânicas. 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 (Ferri, 2010).

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, logo essas ligas não são indicadas para as aplicações acima de 120 °C (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, 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 pode estar 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, tem afinidade com o ferro que é altamente nocivo a liga de magnésio com relação as taxas de corrosão (Sakkinen 1994).

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 Metals”, melhoram as condições de resistência mecânica a temperaturas elevadas. Não apresenta problemas como microporosidades e trincas de solidificação, por ter um pequeno intervalo de solidificação (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  $Mg_2Si$  (Sakkinen 1994).

### 3.3.5 Considerações sobre a liga Mg-Al-La-Ca

Existem muitos estudos sobre as ligas da família AZ, porém existem poucos estudos sobre a adição de elementos de liga. A adição de terras raras apresenta grande potencial para ganho de resistência mecânica (Yang et al., 2008).

Foram realizados estudos sobre a adição de cálcio e lantânio na família AZ. Os resultados foram promissores devido as melhoras nas propriedades da liga. Foi relatada a formação de um precipitado acicular de lantânio e alumínio, precipitado de alta dureza que surge no contorno de grão, servindo como um grampo, criando uma espécie de clipagem na estrutura, melhorando as propriedades não apenas em baixa temperatura, mas como em alta. (Figueiredo, 2008; e Ferri, 2008).

Os conhecimentos dos parâmetros físicos da liga são fundamentais. As temperaturas sólidas e líquidas são muito importantes para o controle do processo, uma vez que a quantidade de sólido existente exerce grande influência nas propriedades reológicas da pasta reofundida (Canyook et al., 2010).

Outro parâmetro importante é a faixa de temperatura de solidificação, uma vez que faixas muito estreitas dificultam o controle e obtenção das estruturas reofundidas (feltrin, 2004).

Bartex, 2012, estudou a liga Mg-6Al-3La-1Ca. Foi realizada uma análise térmica e a liga apresentou uma ampla faixa de solidificação, os pontos de transformação termodinâmica são mostrados na Figura 3.10. A temperatura liquidus (início da solidificação) foi próxima a 615 °C e a temperatura solidus (final de solidificação) ocorreu próxima a 512 °C. Ocorreram dois patamares de temperatura próximos a 600 °C e a 526 °C, estando relacionados à formação, respectivamente, das fases Al<sub>11</sub>La<sub>3</sub> e Al<sub>2</sub>Ca. Na temperatura de 512 °C está relacionada a formação do eutético Mg<sub>2</sub>Ca.

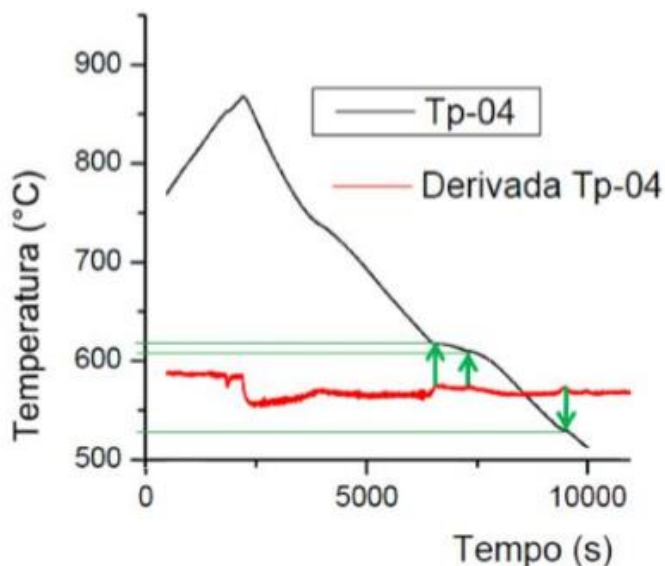


Figura 3.10 Análise térmica realizada na liga Mg-6Al-3La-1Ca mostrando os principais pontos de transformação durante a solidificação. Fonte: Bartex, 2012.

Esses valores mostram que a liga exibiu uma ampla faixa de solidificação, sendo assim possível gerar uma mudança na morfologia formada e conseqüentemente alterações no comportamento mecânico dos lingotes produzidos.

### 3.4 Influência dos parâmetros do processo

#### 3.4.1 Tempo de agitação



O tempo de agitação da pasta semissólida tem grande influência nas propriedades mecânicas apresentadas pelos lingotes devido a alterações na morfologia.

Existem várias formas de agitação como agitação eletromagnética, rotação de cadinho, ultrassom e borbulhamento de gás, que são processamentos com tempos reduzidos e com o grau de globularização reduzido (Chen, et al., 2016; Yang et al., 2010; Canyook et al., 2010; Fang et al., 2016)

Tempos maiores de agitação são utilizados nos processos de agitação mecânica, maiores tempos geram maiores glóbulos, porém glóbulos muito grandes reduzem as propriedades mecânicas do material (Chen et al., 2016a; Yim e Shin, 2005).

A seguir (figura 3.11) é feito um comparativo entre diferentes tempos de agitação mantendo a temperatura constante. Foi utilizado uma liga de alumínio A356.

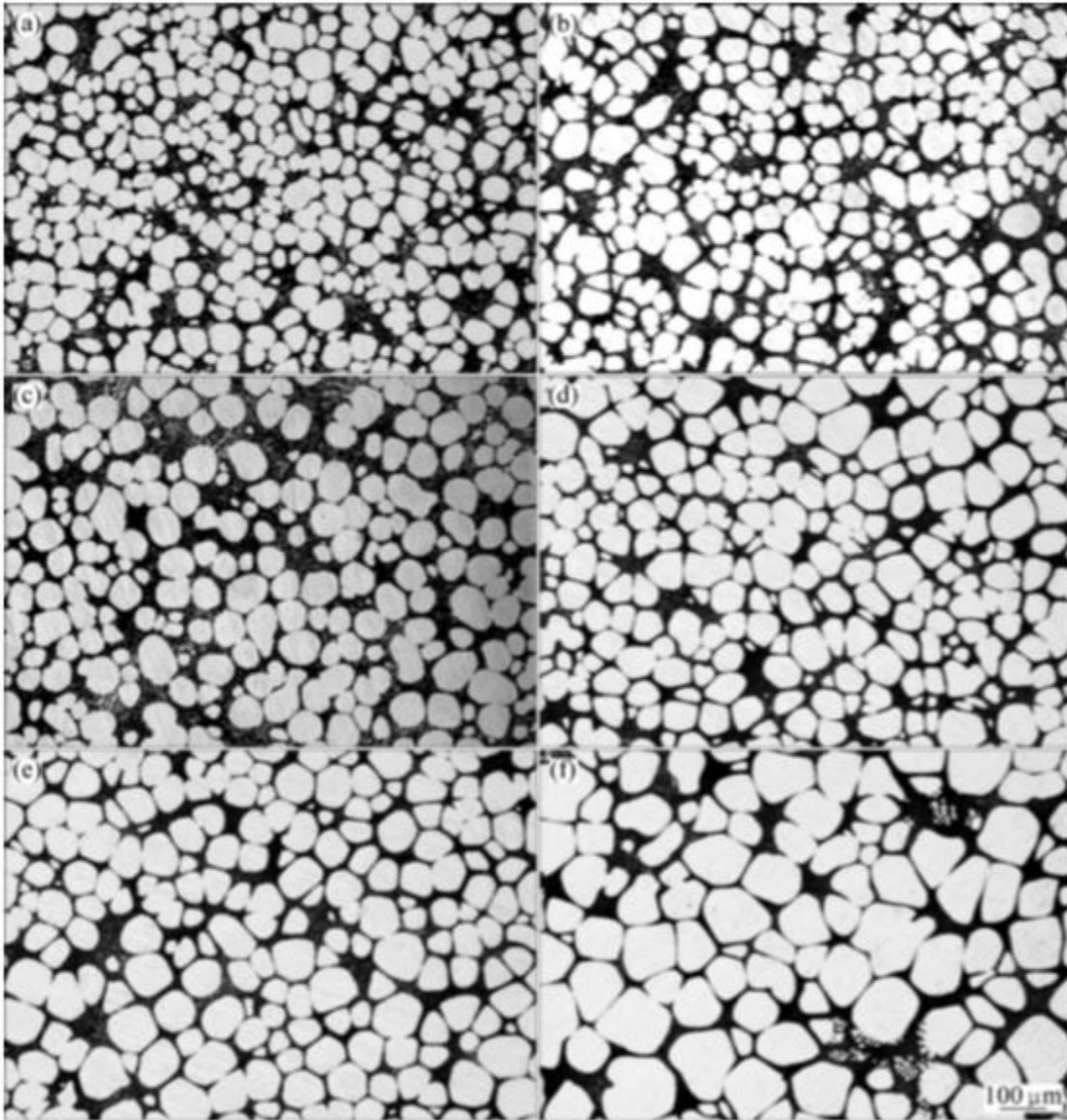


Figura 3.11 Microestrutura da liga A356 processada em estado semissólido a 589°C em diferentes tempos de agitação. (a) 0 minutos; (b) 2 minutos; (c) 10 minutos; (d) 20 minutos; (e) 35 minutos; (f) 90 minutos. Fonte: Guan et al., 2010.

A partir da figura 3.11 apresentada, é possível ver a evolução do tamanho dos glóbulos, que crescem de acordo com o tempo de agitação, maiores tempos maiores glóbulos (Guan et al., 2010).

A viscosidade do material é outro fator alterado na agitação, inicialmente a viscosidade reduz devido à quebra das dendritas, entretanto com o aumento do tamanho dos glóbulos a viscosidade tende a aumentar novamente (Chen, Chen e Liao, 2008).

A figura 3.12, a seguir, mostra a relação entre a fração sólida e o tempo de agitação com a viscosidade.

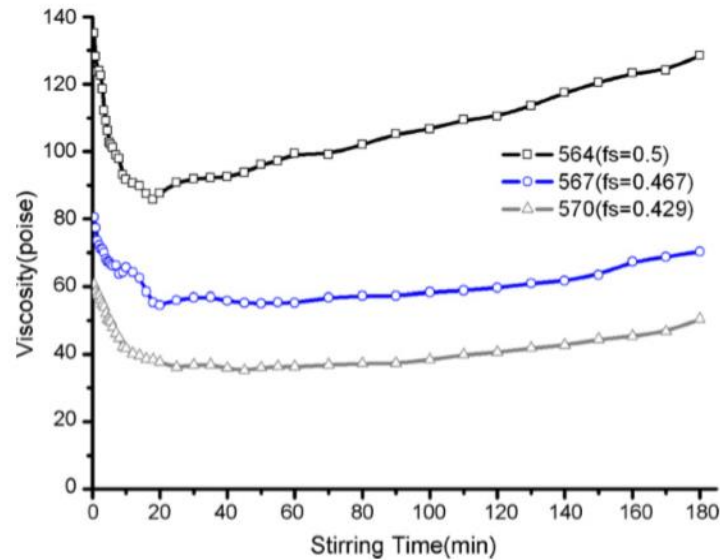


Fig. 3. Influence of stirring time on the apparent viscosity.

Figura 3.12 Influência do tempo de agitação e do tempo de residência na viscosidade aparente de uma liga de magnésio AZ91. Fonte: Chen, Chen e Liao, 2008.

A redução inicial da viscosidade dá-se pela fragmentação das estruturas dendríticas, o aumento na viscosidade deve-se ao coalescimento dessas partículas, o que causa o aumento na viscosidade (Chen et al., 2016a; Liang e Mian, 2015).

Sendo assim, o tempo de agitação recomendado do banho em estado semissólido é entre dez (10) e quinze (15) minutos. Diversos autores também recomendam esse tempo de processamento (Chen et al., 2016a; Liang e Mian, 2015).

### 3.4.2 Velocidade de agitação

Nos primeiros estágios da solidificação a viscosidade aparente diminui rapidamente como mostrado anteriormente, existindo uma relação com a velocidade de agitação, a fração sólida e a morfologia do refundido (Moon, Cornie e Flemings, 1991)

Foi realizado um estudo em relação a velocidade de agitação e o fator forma dos glóbulos na liga AZ91, foi relatado que houve um aumento do fator forma com o aumento da velocidade de agitação, entretanto a variação relatada foi pequena (Yim e Shin, 2005).

Com o aumento da velocidade ocorre um ganho no fator forma, porém a passagem do fluxo laminar para turbulento causa aumento nos defeitos. O fluxo turbulento é muito importante para a globularização das partículas, pois promove convecção forçada gerando esforços na microestrutura quebrando as dendritas. O fluxo turbulento influencia muito mais a morfologia das partículas do que fluxos laminares (Fan, 2001).

### 3.4.3 Forma de agitação

Anteriormente foram citadas algumas formas de agitação, uma das mais utilizadas é a agitação mecânica apresentando vantagens e desvantagens na microestrutura formada.

Na agitação mecânica os tempos de agitação geralmente variam de dez a quinze minutos, com o objetivo de reduzir a viscosidade da liga. É possível atingir grandes níveis de globularização. As desvantagens ocorrem devido à grande turbulência gerada, a inclusão de óxidos e adição de gases no lingote (Chen et al., 2016a).

### 3.4.4 Temperatura e fração sólida presente

Existe uma relação direta entre a temperatura de processamento e a fração sólida presente na zona pastosa. O processamento com altas frações de sólidos exige muita energia para agitação, desgastando o ferramental. A partir da literatura recomenda-se uma faixa de valores para a fração sólida que varia de 10 a 50 % de sólido presente (Yim; Shin, 2005).

O aumento da fração sólida na pasta semissólida teve pouca contribuição no fator de forma das estruturas globulares, houve um pequeno aumento no grau de esferoidização das estruturas formadas (Wang et al., 2015).

O aumento da fração sólida tende a aumentar a energia para a agitação da liga, necessitando de maiores energias para a agitação, o que aumenta os custos com as ferramentas para agitação sem um efetivo aumento nas propriedades mecânicas da liga processada.

Bartex (2016) estudou a relação entre a fração sólida e o fator forma na liga Mg-6Al-3La-1Ca. Foi variando de 10% até 50% da fração sólida, na temperatura 605°C foi relatado um maior grau de esferoidização.

### 3.4.5 Taxa de resfriamento

Uma vez alterada a estrutura de dendrítica para globular a partir do processo de reofundição, a estrutura deve ser congelada, não podendo haver difusão, para que não ocorra segregação das impurezas e formação de novas dendritas.

Na literatura é proposto um ciclo térmico de processamento em estado semissólido. A figura 3.13 esquematiza o processo proposto (Fang et al., 2016).

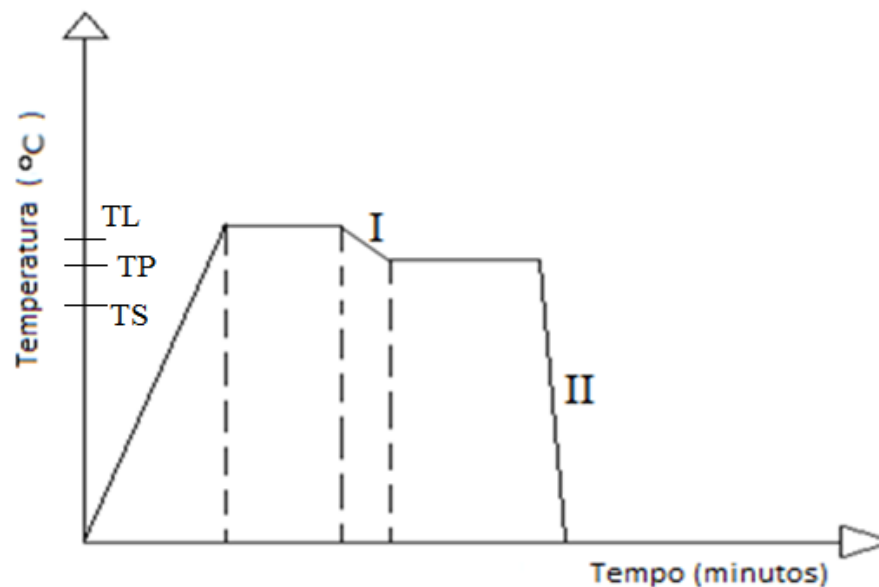


Figura 3.13 Diagrama esquemático mostrando o ciclo de resfriamento no processo de obtenção de reofundidos. (TL, TP e TS representam, respectivamente, Temperaturas: liquidus, de processamento e solidus). Fonte: Próprio autor.

Na Figura 3.13 a amostra é aquecida para uma temperatura acima da temperatura liquidus (superaquecimento). É então mantida por um tempo para homogeneização da temperatura. Após, uma taxa de resfriamento controlada (representado no gráfico por I) é aplicada na amostra até atingir a temperatura de processamento (zona pastosa). Então, depois do tempo de agitação, o material é resfriado rapidamente (representado no gráfico por II).

A figura 3.14 mostra a relação entre diferentes taxas de resfriamento, Zona I da figura 3.13, e o tamanho das partículas sólidas de um material refundido, os outros parâmetros ficaram inalterados.

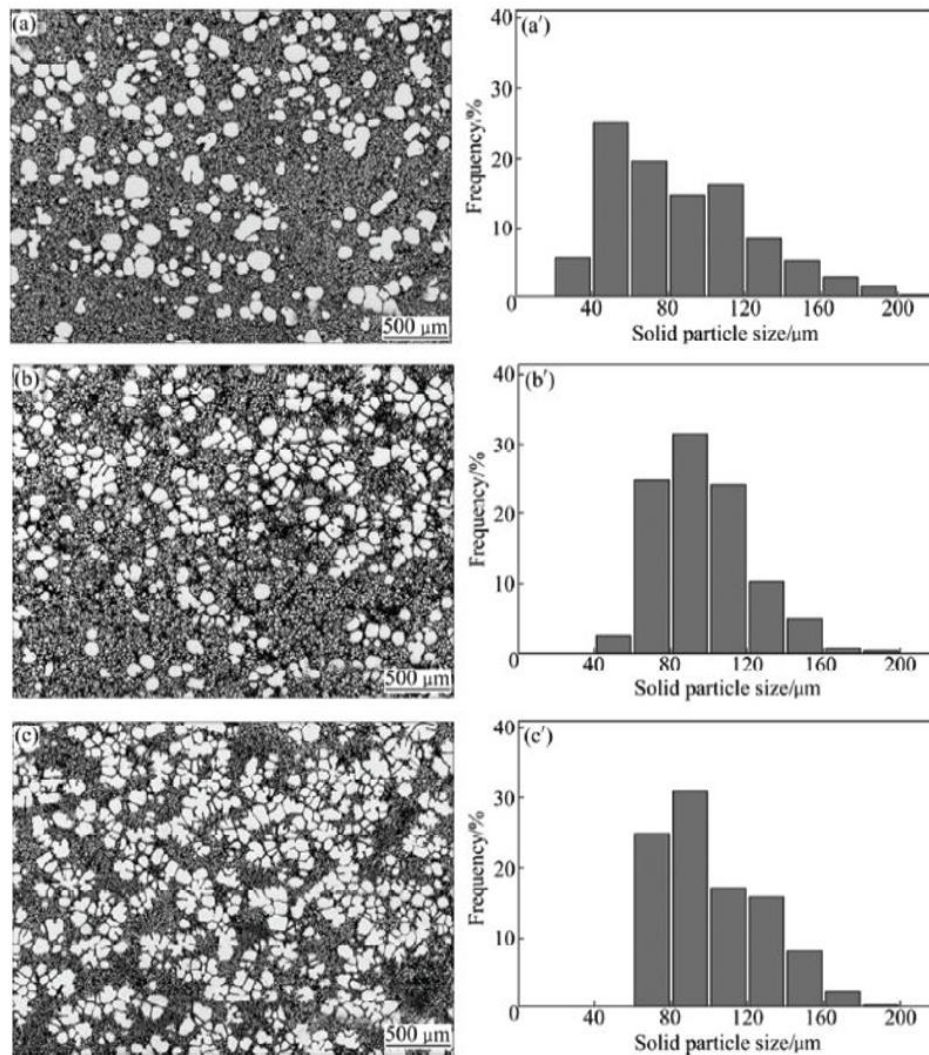


Figura 3.14 Micrografias e a distribuição estatística do tamanho das partículas sólidas em diferentes taxas de resfriamento na zona I: (a) 1,56 °C/min.; (b) 2,82 °C/min.; (c) 8,04 °C/min. Fonte: Zhang, et al., 2012.

Pode-se observar na figura 3.14 que houve uma alteração significativa nas microestruturas. Pequenas taxas de resfriamentos causam a formação de glóbulos maiores, que diminuem de acordo com o aumento da taxa de resfriamento, porém em taxas mais elevadas ocorre a formação de rosetas, mostrando haver uma taxa de resfriamento otimizada de processamento (Zhang et al., 2012).

Na Zona II da figura 3.13, ao contrário da Zona I, é necessária uma alta taxa de resfriamento para que a microestrutura formada na agitação se mantenha congelada. A figura 3.15 compara as morfologias do mesmo material com agitação e sem agitação, ambos com um resfriamento rápido.

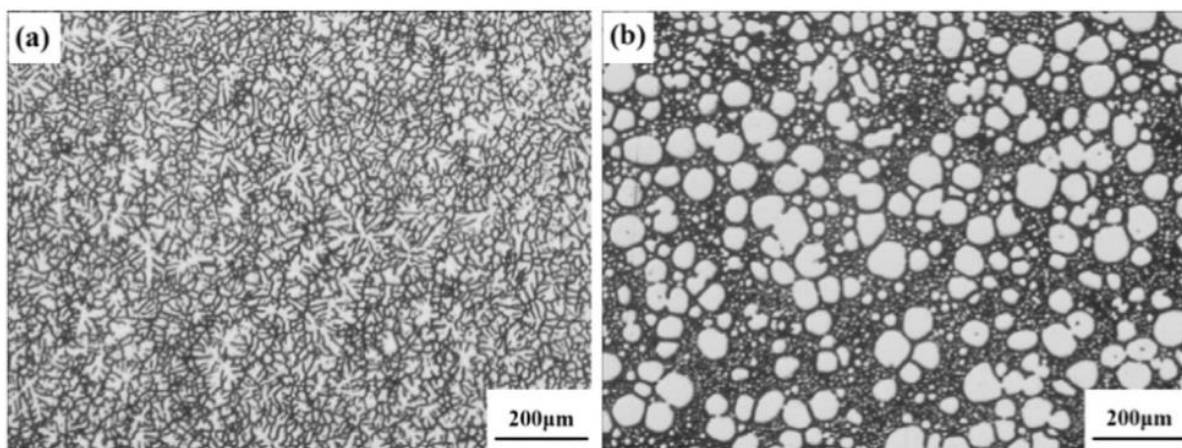


Figura 3.15 Morfologias apresentadas pelos lingotes de magnésio de uma liga Mg-RE-Zn-Y aquecidos a 600 °C e submetidos a um resfriamento rápido: (a) sem agitação; (b) com agitação por vibração ultrassônica. Fonte: Fang et al., 2016.

Na Figura 3.15 as amostras estavam a 600 °C e foram resfriadas em um tubo de sílica, em pequenas quantidades, na água, sendo assim sofreram um resfriamento muito acelerado. Em (a) observa-se uma estrutura dendrítica muito refinada cercada pela região de composição eutética, e em (b) ocorre a formação globular, envolta pelo líquido remanescente de composição eutética.

Como foi apresentado as taxas de resfriamentos são fundamentais para o sucesso em um processo de obtenção de estruturas reofundidas e é de grande influência na morfologia dos lingotes.

## 4.0 MATERIAIS E MÉTODOS

Serão brevemente detalhados os métodos utilizados no trabalho com o auxílio de figuras e de diagramas esquemáticos. Serão descritos todos os principais passos realizados no trabalho.

### 4.1 Descrição do experimento

A metodologia proposta estudou a influência do tempo de agitação, mantendo a temperatura de agitação constante. Todos os outros parâmetros são mantidos iguais. Serão aplicados diferentes tempos de agitação (1, 2, 4, 8 e 16 minutos), em cada tempo uma amostra da pasta reofundida é retirada com um aparato experimental (figura 4.1) e resfriada rapidamente em água, congelando instantaneamente a estrutura a fim de estudar o efeito da agitação em sua morfologia. Na Figura 4.1 é mostrado o fluxograma com o planejamento experimental utilizado.



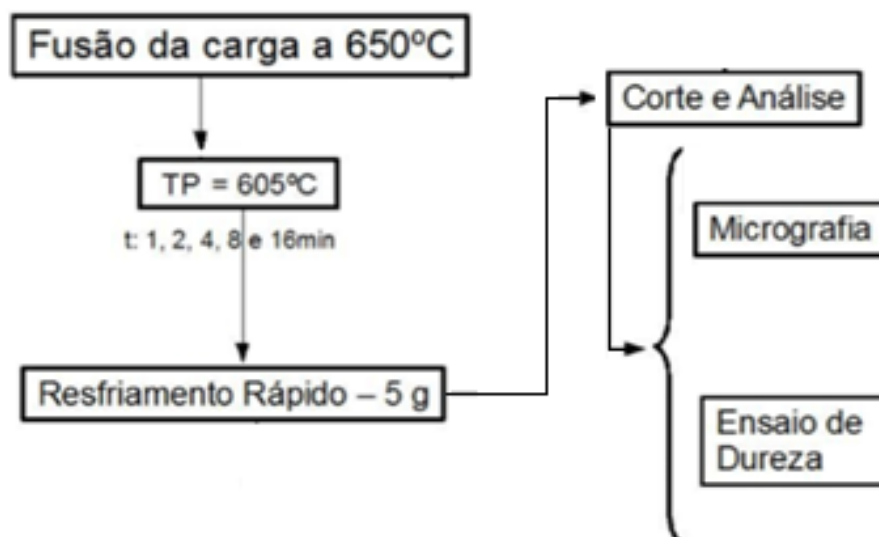


Figura 4.1 Planejamento experimental. TP representa a temperatura de processamento (agitação) em estado semissólido; “t” é o tempo de agitação utilizado. Fonte: Adaptado Bartex 2016.

Na Tabela 4.1, são mostrados os parâmetros experimentais utilizados no experimento. Todos os parâmetros foram constantes com exceção do tempo de agitação.

Tabela 4.1 Valores dos dados experimentais utilizados nesse trabalho. Fonte: Próprio autor.

	Temperatura de Vazamento (°C)	Tempo de Agitação (min.)	Rotação (rpm)	Temperatura de Processamento (°C)	Quantidade Extraída (g)
E1	650	1	950	605	5
E2	650	2	950	605	5
E3	650	4	950	605	5
E4	650	8	950	605	5
E5	650	16	950	605	5

#### 4.1.1 Aparato experimental

Nesse experimento foi utilizado a liga Mg-6Al-3La-1Ca para o processamento em estado semissólido, ela foi processada de acordo com os parâmetros descritos anteriormente (tabela 4.1), o forno utilizado para a fusão está esquematizado na figura 4.2.

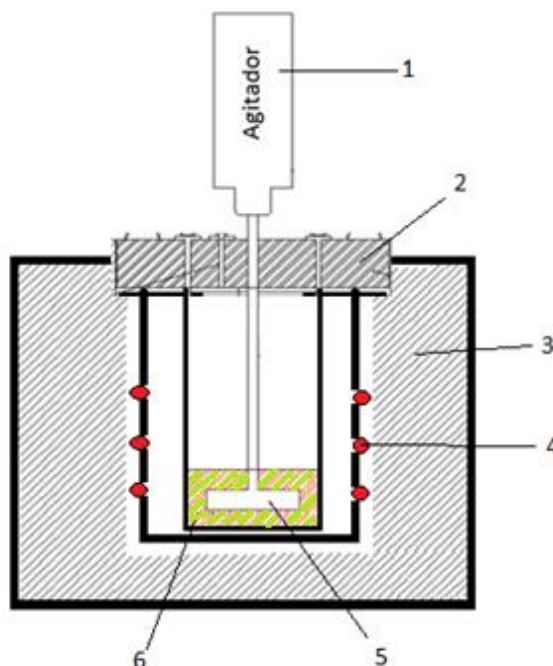


Figura 4.2 Forno utilizado para fusão da liga. (1) Agitador; (2) Tampa do forno com acesso para o Argônio e termopares; (3) Isolamento térmico do forno; (4) Resistências; (5) Ferramenta utilizada para a agitação (6) Metal líquido. Fonte: Próprio autor.

O sistema consiste de um forno resistivo isolado do meio ambiente, o cadinho de aço inoxidável SAE 420 de dimensões 240 mm x 118 mm (altura e diâmetro). A tampa possui um material refratário, por essa tampa é introduzido argônio para isolamento do banho. O sistema de agitação também é colocado pela tampa do forno, foi acoplado uma furadeira com a potência necessária para a agitação. As temperaturas do banho foram monitoradas com termopares do tipo k e o sistema de aquisição de dados utilizado foi o da National Instruments.

Após a agitação de acordo com os parâmetros anteriormente citados, é retirado um corpo de prova para cada tempo de agitação diferente.

#### 4.1.2 Fusão da liga Mg-6Al-3La-1Ca

Os lingotes com a composição apresentada foram cortados em pedaços menores e colocada no forno. Cada corrida foi realizada com aproximadamente 1,1 kg de carga.

A partir da recomendação de alguns autores (Zhang et al., 2012, .Fang et al., 2016), Bartex, 2016, desenvolveu um ciclo térmico apropriado para a liga Mg-6Al-3La-1Ca, esquematizado na figura 4.3. Foram realizados diversos experimentos variando a temperatura de processamento (fração sólido/líquido presente), a taxa de resfriamento I, e os tempos de permanência em cada temperatura. A temperatura de vazamento TV (superaquecimento) utilizada foi baseado no estudo desenvolvido por Bartex, 2012, em que foi investigada a influência do superaquecimento nas propriedades mecânicas e metalúrgicas da liga Mg-6Al-3La-1Ca, a temperatura de 650° obteve o melhor desempenho. Para a taxa de resfriamento II foi desenvolvido um aparato experimental para se atingir altas taxas de resfriamento, o que é necessário para ocorrer o congelamento da microestrutura formada nos diferentes tempos de agitação. A figura 4.3 mostra o ciclo térmico aplicado.

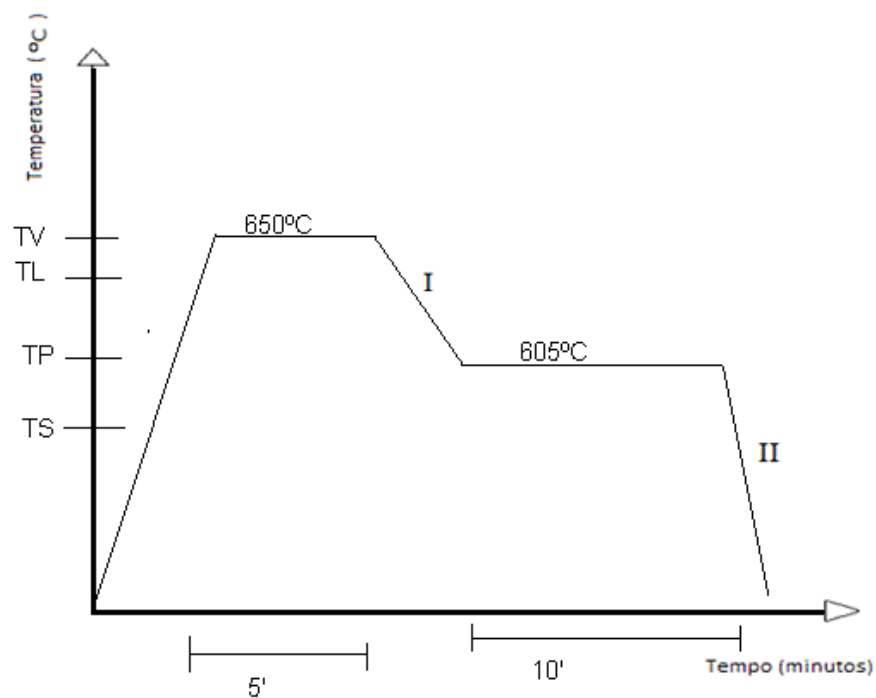


Figura 4.3 Ciclo térmico aplicado nas corridas de reofundição. As siglas significam: TV – Temperatura de vazamento; TL – Temperatura Liquidus; TS – Temperatura Solidus; TP – Temperatura de processamento. Os números I e II são as taxas de resfriamentos. Fonte: Próprio autor.

Pode-se ver, na figura 4.3, que a liga é aquecida até atingir 650°C, acima de temperatura líquida, onde permanece por 5 minutos para transformação completa de fase e homogeneização do banho. Após, ela é resfriada (resfriamento I) até atingir 605°C, a temperatura de processamento, por onde permanece por 10 minutos para homogeneização do banho. O resfriamento I foi realizado no interior do forno, desligando o forno e controlando a temperatura do banho até atingir a temperatura de processamento. Depois, o sistema de agitação é ligado e em cada tempo diferente de processamento é extraído um corpo de prova. Então, após a retirada de cada amostra, ocorre o resfriamento II por imersão na água. A injeção de argônio, para a proteção da atmosfera do banho, foi iniciada a partir dos 400°C para evitar a oxidação do magnésio.

#### 4.1.3 Sistema de agitação

Para o processo de agitação foi utilizado um suporte, criado para esse fim, e nele acoplado uma furadeira. O resfriamento foi realizado na água. A figura 4.4 mostra o forno com o suporte acoplado e o sistema de resfriamento utilizado.

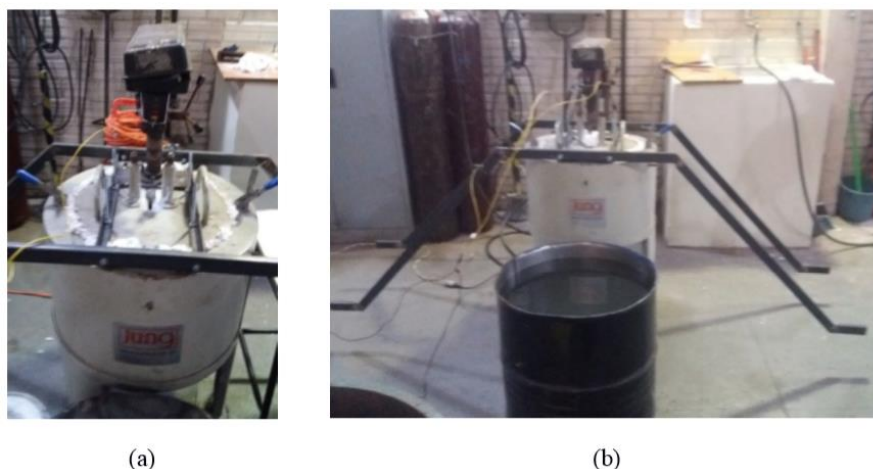


Figura 4.4 Suporte utilizado para adaptação do sistema de agitação. (a) foto da furadeira acoplada; (b) Sistema de resfriamento das amostras por imersão na água. Fonte: Bartex 2016.

A potência da furadeira é de aproximadamente 565 W. A rotação nominal da furadeira é de 950 rpm. A ferramenta de agitação ficou inserida no interior do forno, entretanto fora do banho, para homogeneização da temperatura e não interferir na microestrutura formada, ela é baixada e ligada apenas no momento de agitação.

Bartex, 2016, realizou diversos ensaios com a liga Mg-6%Al-3%La-1%Ca, foram utilizados diversos formatos e o tamanhos da ferramenta de agitação quando ela foi submetida ao processo de re fundição. Também foi realizado o cálculo de potência para se chegar a uma potência aproximada para o sistema de agitação. A ferramenta que apresentou melhor desempenho foi utilizada nos ensaios posteriores. A ferramenta desenvolvida é esquematizada na figura 4.5.

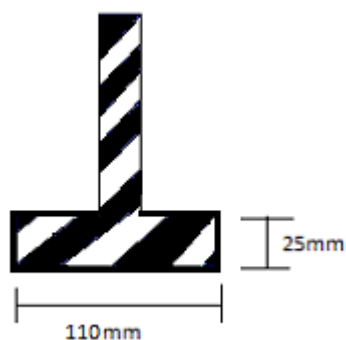


Figura 4.5 Esquema da ferramenta utilizada no sistema de agitação mecânica. Fonte: Próprio autor.

A ferramenta mostrada na Figura 4.5 tem composição aço SAE 1010, elevados teores de carbono reagem com o banho fundido de magnésio (Figueiredo, 2008).

#### 4.1.4 Retirada dos corpos de prova do banho metálico

A retirada das amostras do forno foi realizada utilizando um tubo de aço SAE 1010, com diâmetro de 3 mm e comprimento de 400 mm, através de um acesso pela tampa. O tubo foi acoplado em uma bomba de sucção. Foi feita uma obstrução para impedir a passagem do metal líquido até a bomba. A figura 4.6 mostra um esquema do tubo onde os corpos de prova retirados.

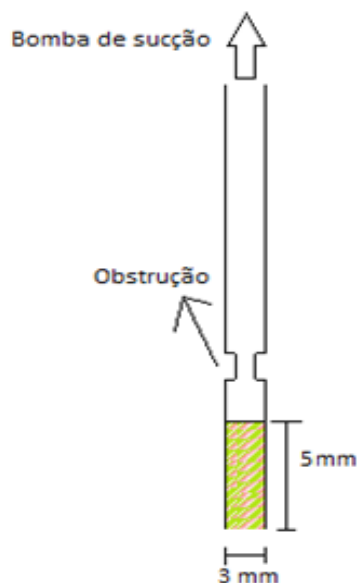


Figura 4.6 Esquema do tubo utilizado para retirada das amostras. Fonte: Próprio autor.

Após a estabilização térmica e após o tempo de agitação pré-determinado o tubo foi inserido no magnésio em estado semissólido, com o auxílio da bomba de vácuo foi retirada uma amostra de magnésio de aproximadamente 5 g.

O material era rapidamente extraído e resfriado, de acordo com a sistema de resfriamento mostrado na figura 4.4(b).

Assim como a ferramenta do sistema de agitação ficava no interior do forno para homogeneização da temperatura, com o tubo ocorreu o mesmo.

Após, os corpos de prova foram seccionados transversal e longitudinalmente para posterior análise metalográfica.

#### 4.1.5 Monitoramento das temperaturas

Para o controle da temperatura foram utilizados termopares tipo K com bainha de aço inoxidável. Para cada corrida foram utilizados três termopares, um posicionado no interior do forno, um no interior do banho metálico e em um na amostra de controle (sem agitação), no interior do tubo no núcleo da peça.

Na figura 4.7 é mostrado o esquema do posicionamento do termopar na amostra sem agitação.

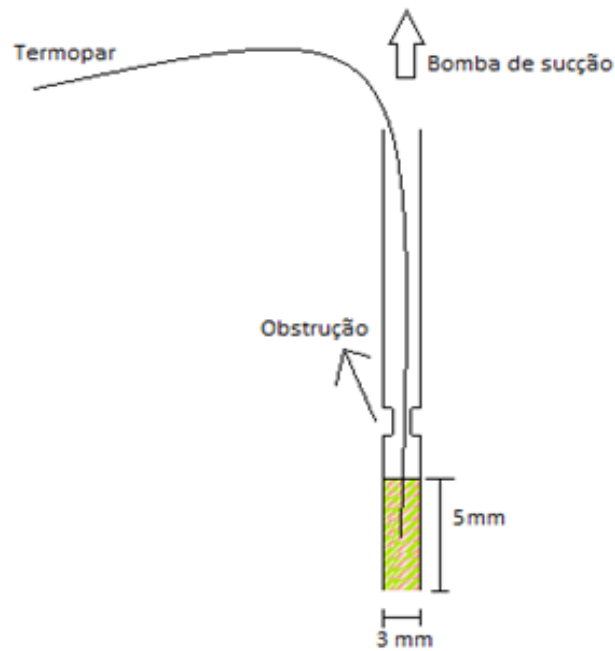


Figura 4.7 Desenho esquemático do posicionamento do termopar no interior da amostra.

Fonte: Próprio autor.

Para aquisição das temperaturas foi utilizado o software LabView e sistema de aquisição foi o da National Instruments, com 30 canais a uma taxa de aquisição de 10 Hz.

#### 4.1.6 Preparação metalográfica

Após as amostras serem cortadas e embutidas em resina para cura a frio, passaram pelo processo de lixamento nas granulometrias: # 100, #200, #400, #600, #1200. Então foram polidas em feltro com pasta de diamante 1  $\mu\text{m}$  como abrasivo. Como diluente e lubrificante foi utilizado álcool 95%. O ataque químico foi feito com o reagente Nital 3% por 1 segundo. Depois da secagem com soprador de ar quente, as seções preparadas pelo procedimento metalográfico foram visualizadas e analisadas em microscópio óptico marca OLYMPUS com capacidade de aumento de até 1000 vezes. Foi utilizado o software ImageJ para a análise do percentual de área de cada região das imagens.

#### 4.1.7 Ensaios de microdureza e dureza estimada

Para o ensaio de microdureza foi utilizada a norma ABNT NBR NM ISO 65071:2008. Foi utilizada uma carga de 100 g utilizando o método Vickers com indentador piramidal com ponteira de diamante. Foi utilizado um microdurômetro universal marca

MITUTOYO, com ampliação de 400 vezes. As medidas das medições foram realizadas no próprio microdurômetro. Também foram tirados fotos de cada indentação, com o microscópio óptico utilizado nas metalografias, para registro do ensaio. Utilizando o software imageJ foi estimado os percentuais de área de cada região. Com as microdurezas e os percentuais de área foram então estimadas as durezas de cada amostra.



## 5.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Composição química dos lingotes

A Tabela 5.1 apresenta a análise da composição química dos lingotes utilizados nesse trabalho.

Tabela 5.1 Análise da composição química dos lingotes utilizados nesse trabalho.

Elemento	Mg	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Ca	Ce	La	Nd	Pr
%	90,600	5,900	0,030	0,300	0,020	0,005	0,002	0,001	0,988	0,114	2,770	0,100	0,060

Fonte: Próprio autor.

O resultado da composição química está de acordo com os valores esperados. O nível de elementos prejudiciais, entre eles Níquel, Ferro e Cobre, estão dentro da faixa ideal considerada pela ASTM.

### 5.2 Fusão e análise das amostras

#### 5.2.1 Produção das amostras

O primeiro resultado obtido a ser reportado foi a fabricação de amostras agitadas mecanicamente. As alterações realizadas para a propiciar a retirada do corpo de prova do cadinho e imediata imersão em um banho de água para acelerar a extração de calor e garantir a efetividade do grau de globularização obtido na agitação mostrou-se eficaz.

Na figura 5.1, são mostrados os tubos utilizados para obtenção de cada amostra, foi utilizada uma bomba de sucção para a extração de cada corpo de prova de acordo com a metodologia proposta.

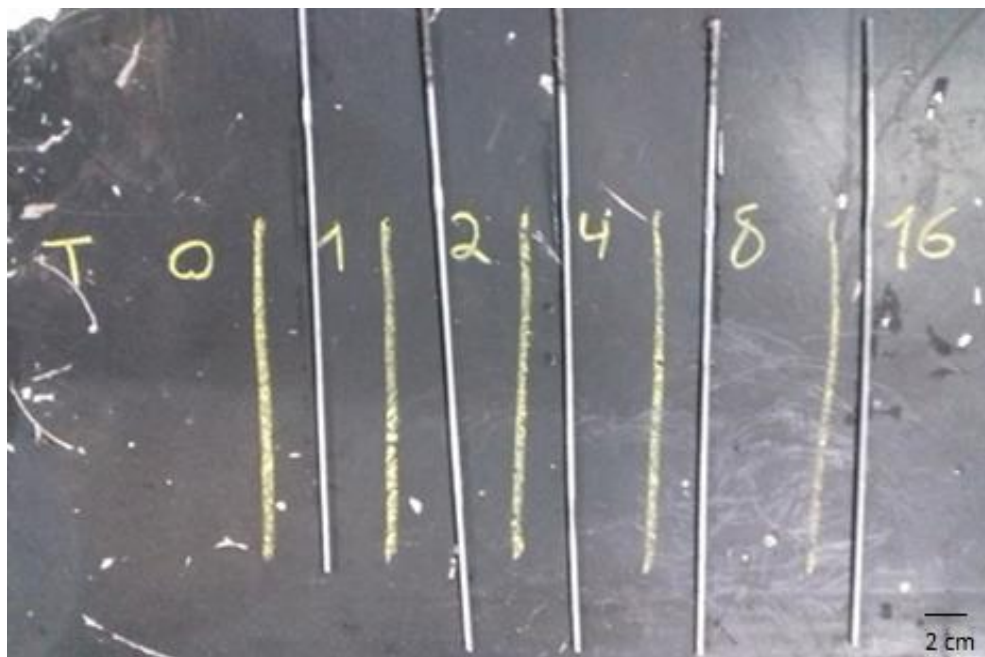


Figura 5.1 Amostras obtidos no experimento, os valores 1, 2, 4, 8, 16 são os tempos em minutos que cada amostra foi agitada à  $605^{\circ}\text{C}$ . Fonte: Próprio autor.

As amostras foram extraídas e colocadas na bancada, de acordo com a figura 5.1, para evitar erros experimentais. A amostra sem agitação, com o tempo de 0 minuto, foi instrumentada com um termopar do tipo k para controle da temperatura, ela não foi mostrada devido ao sistema de monitorização das temperaturas restringir o alcance da amostra.

### 5.2.2 Taxa de resfriamento

Como citado anteriormente, para controle da temperatura do processo uma amostra foi retirada antes de iniciado o processo de agitação, nas mesmas condições das amostras processadas. A amostra foi instrumentada com um termopar que foi posicionado no seu núcleo, a figura 5.2 mostra a curva Temperatura por Tempo medida.

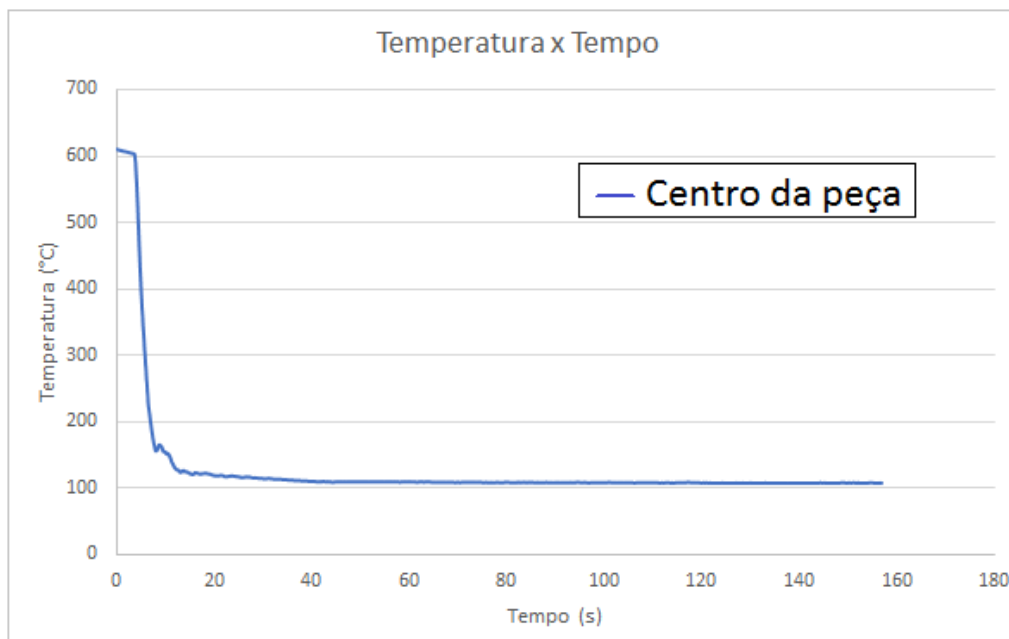


Figura 5.2 Curva de resfriamento medida na amostra. Fonte: Próprio autor.

A partir do gráfico de temperatura x tempo medido foi possível calcular as taxas de resfriamentos alcançadas. A figura 5.3 mostra a relação entre as taxas alcançadas com o tempo.



Figura 5.3 Taxa de resfriamento medido na amostra de controle (sem agitação). Fonte: Próprio autor.

Pode-se observar, na figura 5.3, que a taxa de resfriamento foi muito acelerada, chegando a quase  $200^{\circ}\text{C}/\text{s}$ , o que ocasionou um congelamento instantâneo da estrutura formada nos diferentes tempos de agitação.

### 5.2.3 Análise micrográfica

Após a preparação metalográfica e a obtenção das imagens via microscópio óptico, foi realizado um comparativo entre as microestruturas nos diferentes tempos de agitação. Na figura 5.4 é mostrado a comparação entre os tempos de 1, 2, 4, 8 minutos de agitação, foi utilizado um aumento de 100 vezes.

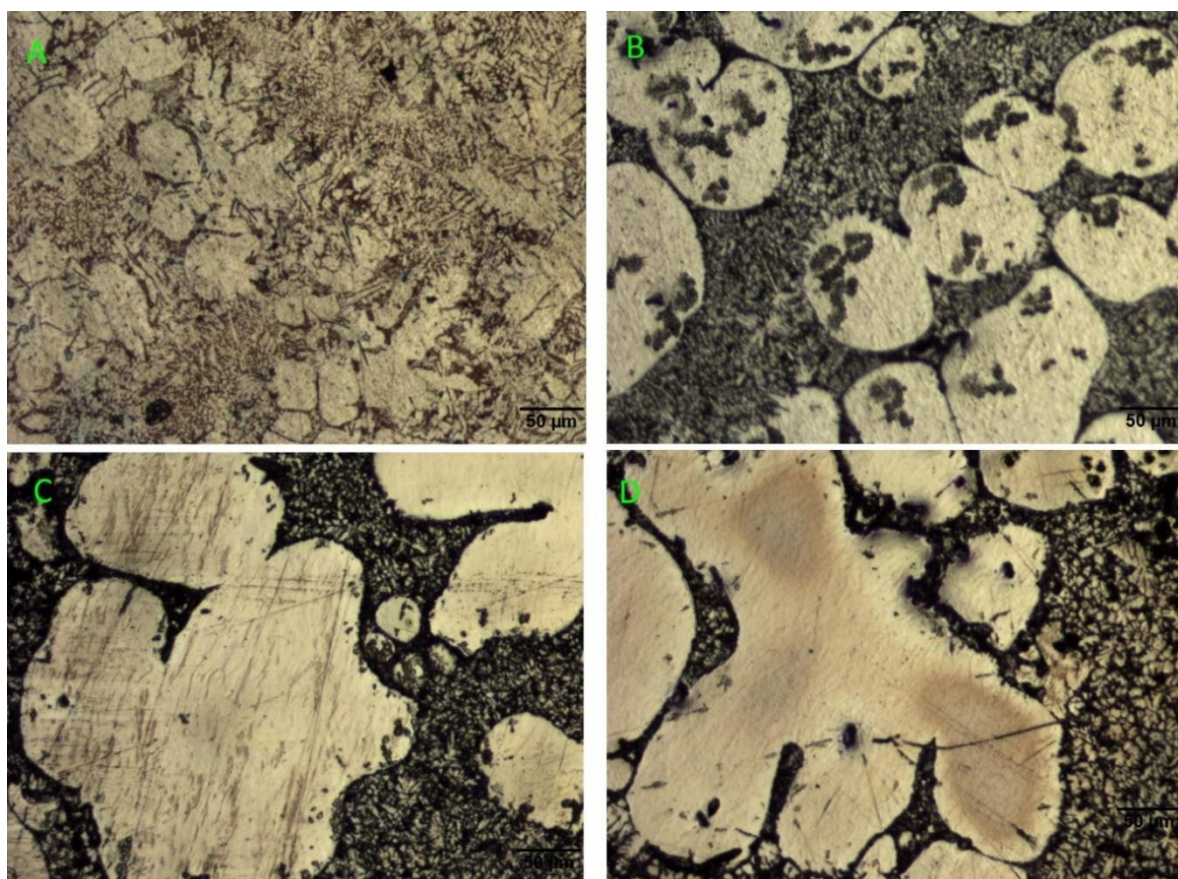


Figura 5.4 Evolução da microestrutura nos diferentes tempos de agitação com 100x de aumento. (A) 1 minuto, (B) 2 minutos, (C) 4 minutos e (D) 8 minutos. Fonte: Próprio autor.

Observa-se, a partir da figura 5.4, que quanto maior o tempo de agitação maior os glóbulos formados. No tempo de agitação de 1 minuto, houve um baixo grau de globularização, sendo a maior parte da estrutura dendrítica. Para o tempo de 2 minutos,

observa-se um maior grau de globularização em relação ao tempo de agitação anterior. Com o tempo de 4 minutos, a estrutura manteve-se globular, porém nota-se que os glóbulos começam a se juntar, o que pode ser explicado pelo Modelo de Ostwald Ripening. Assim como observado no tempo de 8 minutos, em que os glóbulos estão ainda maiores formando uma estrutura mais grosseira. Como os glóbulos maiores crescem a partir dos menores, o formato deles tende a ser cada vez mais irregular quanto maior o tempo de agitação.

Para o tempo de agitação de 16 minutos, as amostras apresentaram um alto grau de porosidade nos cortes transversais e longitudinais, o que dificultou uma possível análise. Fato que pode ter sido causado pelo aumento da viscosidade do material devido ao excesso de agitação e crescimento excessivo dos glóbulos (CHEN, CHEN e LIAO, et al, 2008). Os glóbulos cresceram tanto que não permitiram a passagem do líquido remanescente de preencher totalmente o material, gerando um alto grau de porosidade.

Na imagem a seguir (figura 5.5) é mostrada a região de composição eutética remanescente das amostras, região formada nos tempos de agitação de 2, 4 e 8 minutos e não sofreu mudanças significativas entre eles.

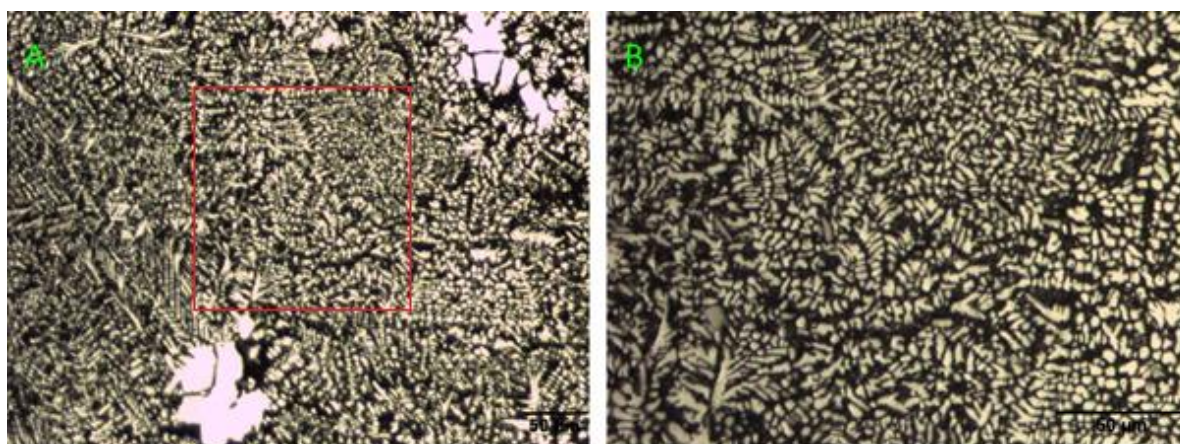


Figura 5.5 Região de composição eutética remanescente da amostra com 2 minutos de agitação, corte transversal. (A) 100x de aumento. (B) mesma região com 200x de aumento. Fonte: Próprio autor.

Nota-se, na figura 5.5, que essa região é composta basicamente de uma estrutura dendrítica, muito refinada quando comparada com a região globular (Mg alfa). Todo líquido remanescente (fração líquida da liga de magnésio no estado semissólido), ao ser

resfriado na água, teve sua estrutura congelada ao se solidificar mantendo a alta concentração de soluto. Como a taxa de resfriamento foi muito elevada, ocorreu uma alta taxa de nucleação o que acarretou na formação de uma estrutura dendrítica bem refinada.

#### 5.2.4 Ensaio de microdureza e dureza estimada

Para a avaliação das propriedades mecânicas foi realizado o ensaio de microdureza nas amostras. O ensaio foi realizado em duas diferentes regiões, a região globular composta pela fase Mg alfa, e a região de composição eutética (região remanescente não globularizada). Para estimar a dureza dos corpos de provas foi feita a medição do percentual de área de cada região, foi utilizado o software ImageJ para a realização das medições. A partir das microdurezas de cada região e do percentual de área obtido, pode-se estimar os valores de dureza do material.

A figura 5.6 exemplifica como foi medido o percentual de área de cada região.

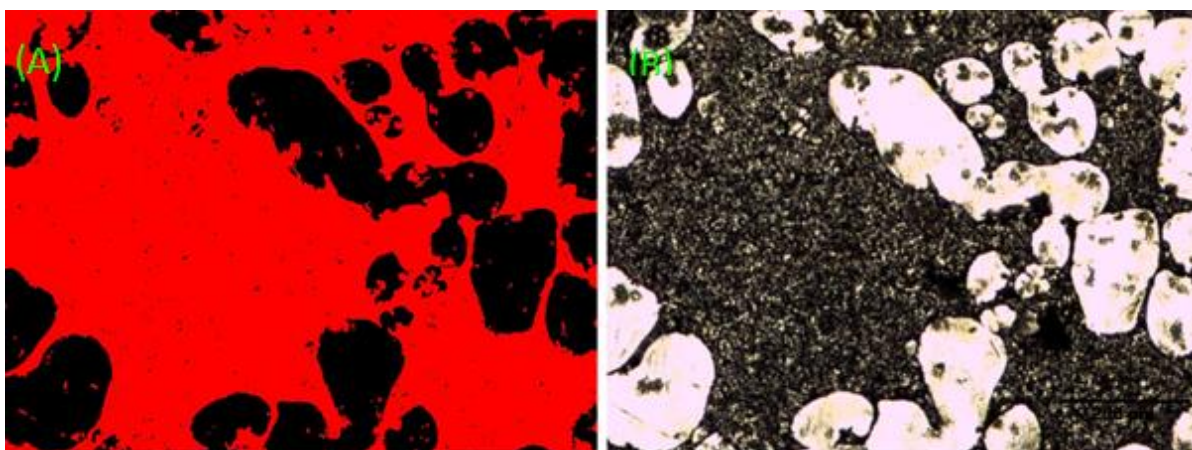


Figura 5.6 Percentual de área medido, corpo de prova com 4 minutos de agitação, corte transversal e aumento de 50x. (A) Resultado do percentual de área obtido no ImageJ. (B) Foto original. Fonte: Próprio autor.

Na imagem 5.6 é mostrado o comparativo entre as imagens, na figura (A) temos o resultado da medição da porcentagem de área obtido com o auxílio do software ImageJ. Na figura 5.6 (B) temos a foto original. Em (A) a região preta é composta pela fase de Mg alfa (glóbulos), já a vermelha é formada pela região de composição eutética. Os resultados obtidos na imagem foram de 34% da fase Mg alfa e 66% da região de composição eutética.

Foram realizadas várias medidas para cada amostra tentando abranger a maior área possível do corpo de prova.

Na tabela 5.2 tem-se os resultados dos percentuais de área medidos para os diferentes tempos de agitação.

Tabela 5.2 Percentual de área das diferentes regiões. Fonte: Próprio autor.

Tempo de agitação	1 min	2 min	4 min	8 min
% da fase Mg alfa	61% ± 2,22	40% ± 8,3	38% ± 3,99	38% ± 8,15
% da região de composição eutética	39% ± 2,22	60% ± 8,3	62% ± 3,99	62% ± 8,15

Pode-se notar que, para os tempos de 2, 4 e 8 minutos, os percentuais de área de cada região ficaram muito próximos, o que indica que os percentuais de área globularizada não se alterou nesses tempos de agitação, os glóbulos apenas cresceram. No tempo de 1 minuto, como não houve um alto grau de globularização, os percentuais de cada região ficaram bem distintos dos outros tempos de agitação.

As identificações obtidas nos ensaios foram registradas por microscópico óptico com aumento de 200x. A figura 5.7 mostra uma identificação, em cada região, realizada na amostra de 4 minutos de agitação com corte longitudinal.

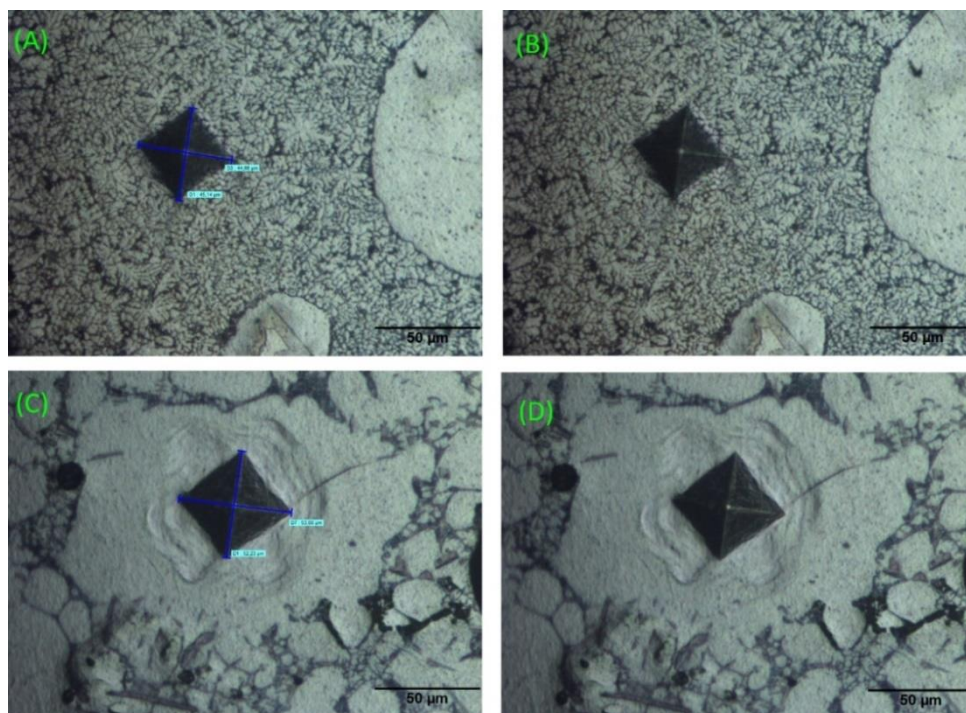


Figura 5.7 Identações obtidas na amostra de 4 minutos de agitação, corte longitudinal. (A) e (B) região de composição eutética, (C) e (D) região Mg alfa. (A) e (C) com as medidas das identações, (B) e (D) foto original. Fonte: Próprio autor.

Na figura 5.7 (A) pode-se ver a indentação da região de composição eutética, o resultado medido foi de 92HV, em (B) tem-se a foto original sem as medidas da indentação. Na figura 5.7 (C) observa-se a indentação na fase Mg alfa, o resultado medido foi de 66HV, em (D) a foto original.

A tabela 5.3 mostra os resultados das medições das microdurezas em cada região para os diferentes tempos de agitação.

Tabela 5.3 Microdureza, em Vickers, nas diferentes regiões de cada corpo de prova. Fonte: Próprio autor.

Tempo de agitação	1 (min)	2 (min)	4 (min)	8 (min)
Dureza da região de composição eutética	79 ± 1,1 (HV)	91 ± 6,26 (HV)	92,5 ± 4,39 (HV)	91,5 ± 5,8 (HV)
Dureza da Fase Mg Alfa (glóbulos)	75 ± 1,6 (HV)	66 ± 2,1 (HV)	69 ± 3,4 (HV)	65,5 ± 4,2 (HV)



Nos tempos de 2, 4 e 8 minutos pode-se ver a grande diferença de dureza nas duas regiões aproximadamente 92HV na região de composição eutética e 67HV para a região globular (Mg alfa). Com o tempo de 1 minuto, como houve um baixo grau de globularização e a estrutura manteve-se toda refinada, as durezas medidas nas diferentes regiões não tiveram muita variação.

Finalmente, com os percentuais de área obtidos e as microdurezas de cada região, obteve-se o gráfico abaixo (figura 5.8) com a dureza estimada em cada tempo de agitação. A escala de dureza vickers foi utilizada.

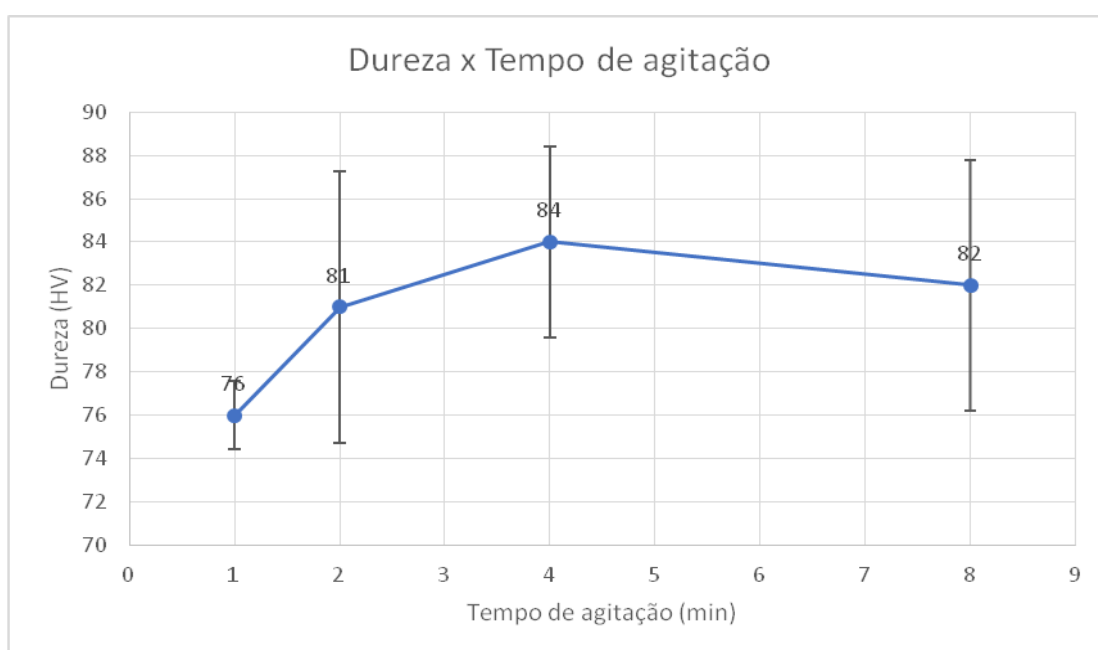


Figura 5.8 Relação entre as durezas estimadas nos diferentes tempos de agitação. Fonte: Próprio autor.

Na figura 5.8, pode-se observar a tendência de um aumento na dureza nos primeiros minutos de agitação, porém após 4 minutos de agitação ocorre a tendência de uma queda na dureza. O aumento deve estar relacionado com o grau de refino da estrutura de composição eutética remanescente, que apresentaram-se mais refinadas nos tempos de 2, 4 e 8 minutos. Assim como a queda deve estar relacionada com o aumento no tamanho dos glóbulos. Entretanto deve-se levar em consideração o erro nos tempos de agitação de 2, 4 e 8 minutos e que as durezas se mantiveram muito próximas, não havendo assim uma variação significativa nas durezas estimadas.

## 6.0 CONCLUSÕES

A montagem do aparato experimental para o processamento e obtenção dos reofundidos foi realizado com o resultado esperado, podendo o sistema ser utilizado para o processamento de magnésio em estado semissólido;

O dispositivo proposto para a retirada de pequenas amostras do magnésio em estado semissólido, com a finalidade de verificar a influência do tempo de processamento ideal de agitação, mostrou-se eficaz;

A microestrutura formada, para os diferentes tempos de agitação, apresentou grande variação no tamanho dos glóbulos, quanto maior o tempo de agitação maior os glóbulos formados. Assim como o formato dos glóbulos, que tende a formação de glóbulos regulares nos primeiros minutos de agitação, porém, com maiores tempos de agitação, os glóbulos tendem a se unir, ficando cada vez mais irregulares.

O tempo de agitação de 1 minuto não apresentou um alto grau de globularização, porém para os tempos de 2, 4 e 8 minutos, houve um alto grau de globularização. O percentual de área de cada região para os tempos em que ocorreu alto grau de globularização não variaram consideravelmente.

Novamente para o tempo de agitação de 1 minuto, as microdurezas nas diferentes regiões não apresentaram grande variação, 75HV na região Mg alfa e 79HV para região de composição eutética. Nos tempos maiores de 2, 4 e 8 minutos houve uma grande diferença entre as microdurezas nas diferentes regiões, aproximadamente 66HV para a região Mg alfa e aproximadamente 91HV para a região de composição eutética. Os resultados de microdureza obtidos foram satisfatórios.

Na foram realizados os cálculos de controle estatísticos para melhor avaliação das durezas estimadas, porém os dados mostraram uma tendência, para as durezas estimadas medidas, em não variar significativas nos diferentes tempos de agitação.

## 7.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

### **Trabalhos futuros visando melhor entendimento das ligas de magnésio.**

- Realização dos ensaios de tração para obter mais informações sobre a deformabilidade do material;
- Realização dos cálculos estatísticos para melhor avaliação das durezas estimadas;
- Avaliação mais aprofundada sobre os defeitos envolvidos nos tempos de agitação excessivos, verificando assim um possível tempo crítico de agitação;
- Processar em estado semissólido a liga MRI 230D e compará-la com a liga estudada;

## 8.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

American Society for Metals, In: Metals Handbook, 10<sup>o</sup> Ed. Metals Park, , Vol. 2: , (1990). "Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-purpose Materials." Selection and Applications of Magnesium and Magnesium Alloys 2: 1424-1589.

ASTM B275-05. American Society for Testing Materials. Standard Practice for Codification of Certain Nonferrous Metals and Alloys, Cast and Wrought, 2005.

AYMAN, E., JUNKO, U., KATSUYOSHI, K. Application of rapid solidification powder metallurgy to the fabrication of high-strength, high-ductility Mg-Al-Zn-Ca-La alloy through hot extrusion. *Acta Materialia*, v. 59, p. 273-282, 2011.

BISCUOLA, V. MARTORANO, M. Mechanical Blocking Mechanism for the Columnar to Equiaxed Transition. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 39, p. 2885-2895, 2008.

BARTEX, S.L.T. Influência do superaquecimento na formação de fases de uma liga de magnésio contendo elemento terras raras. 106 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de PósGraduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.

BARTEX, S.L.T. INVESTIGAÇÃO DOS PARÂMETROS DE INTERESSE NA OBTENÇÃO E PÓSPROCESSAMENTO DA LIGA Mg-6Al-3La-1Ca SUBMETIDA AO PROCESSO DE REOFUNDIÇÃO. Exame de Qualificação, Dissertação (Doutorado em Engenharia) – Programa de PósGraduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 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, p. 3501–3510, 2012.  
CANYOOK, R. et al. Evolution of microstructure in semi-solid slurries of rheocast aluminum alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 20, n. 9, p. 1649–1655, 2010.

CHARREYRON, P. O. FLEMINGS, P. Rheology of semisolid dendrites Sn-Pb alloys at low strain rates application to forming process. *Materials Science and Engineering A*, v. 27, n. 11, p. 781–791, 1985.

CHEN, H. CHEN, J. LIAO, J. The influence of shearing conditions on the rheology of semisolid magnesium alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 487, p. 114–119, 2008.

CHEN, Q. et al. Microstructure evolution of SiCp/ZM6 (Mg-Nd-Zn) magnesium matrix composite in the semi-solid state. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 656, p. 67–76, 2016a.

CHEN, W. et al. Enhanced ductility in high-strength fine-grained magnesium and magnesium alloy sheets processed via multi-pass rolling with lowered temperature. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 665, p. 13-20, 2016.

CHEN, Y. et al. Preparation of Mg–Nd–Zn–(Zr) alloys semisolid slurry by electromagnetic stirring. *Materials & Design*, v. 95, p. 398–409, 2016b.

FAN, Z. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Second edition, p. 8432-8437, 2001.

FANG, X. et al. Microstructure and mechanical properties of a novel Mg–RE–Zn–Y alloy fabricated by rheo-squeeze casting. *JMADE*, v. 94, p. 353–359, 2016. FANG, X. FAN, Z. Microstructure of Zn–Pb immiscible alloys obtained by a rheomixing process. *Materials Science and Technology*, v. 21. p. 366-372, 2005.

FELTRIN, J.V. Obtenção e caracterização de estruturas reofundidas e tixofundidas da liga de alumínio AA7075. 2004. 156 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2004.

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

FERRI, T.V. Caracterização mecânica da liga de magnésio zaxLa05413 para aplicação no processo de injeção sob pressão. 2008. 157 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de pós graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materias, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

FIGUEIREDO, A.P. Análise da solidificação de ligas de Magnésio para aplicação na fabricação de motores. 2008. 141 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de pós graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

GARCIA, A. Solidificação: Fundamentos e aplicações. 2º ed. Campinas, SP. Editora da Unicamp. 2007.

GARCIA, A.G. Estudo da influência do superaquecimento nas propriedades mecânicas de uma liga de magnésio contendo terras raras. 2012. 134 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de pós graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.

GUAN, R. G. et al. Semisolid die forging process, microstructures and properties of AZ31 magnesium alloy mobile telephone shells. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, v. 18, n. 6, p. 665–670, 2011.

GUAN, R. G. et al. Microstructure evolution and properties of Mg–3Sn–1Mn (wt%) alloy strip processed by semisolid rheo-rolling. *Journal of Materials Processing Technology*. Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Pohang de Ciência e Tecnologia, Coréia do Sul, 2012.

JI, S. ROBERTS, K. FAN, Z. Isothermal coarsening of fine and spherical particles in semisolid slurry of Mg–9Al–1Zn alloy under low shear. *Scripta Materialia*, v. 55, p. 971–974, 2006.

JU, D. HU, X. Effect of casting parameters and deformation on microstructure evolution of Twin-roll casting magnesium alloy AZ31. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 16, p. 874–877, 2006.

KABALNOVI, A. SHCHUKIN, E. Ostwald ripening theory: applications to fluorocarbon emulsion stability. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 38, p.69-97, 1992.

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

LIANG, L. MIAN, Z. Theoretical research on rheological behavior of semisolid slurry of magnesium alloy AZ91D. *Computational Materials Science*, v. 102, p. 202–207, 2015.

LIU, G. WANG, Y.; FAN, Z. A physical approach to the direct recycling of Mg-alloy scrap by the rheo-diecasting process. v. 472, p. 251–257, 2008.

MARTIN, C.L. KUMAR, P. BROWN, S. Constitutive modeling and characterization of the flow behavior of semi-solid metal alloy slurries: Structural evolution under shear deformation. *Acta metall, mater.* v. 42, No. 11, p. 3603-3614, 1994.

MENG, Y. et al. Cold formability of AZ31 wrought magnesium alloy undergoing semisolid spheroidization treatment. *Materials Science & Engineering A*, v. 624, p. 148–156, 2015.

MOON, H.; CORNIE, J. A.; FLEMINGS, M. C. Rheological behavior of SiC particulate-(Al6.5wt.%Si) composite slurries at temperatures above the liquidus and within the liquid + solid region of the matrix. v. 144, p. 253–265, 1991.

OLIVEIRA, et al. Microemulsões: estrutura e aplicações como sistema de liberação de fármacos. *Química Nova*, v.27, nº1, p.131-138, 2004.

SAKKINEN, J. D. (1994). “Physical metallurgy of magnesium die cast alloys” Society of Automotive Engineers – SAE. Technical Papers 940779.: 71-82.

S. FILHO, M. P. et al. Desenvolvimento de semicubos de roda aeronáuticos: uma contribuição metalúrgica em liga ultra-leve de magnésio AZ-91c à força aérea brasileira. *Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação da Universidade Estadual Paulista – Campus de Guaratinguetá*, 2006.

SUZUKI, A. et al. Solidification paths and eutectic intermetallic phases in Mg-Al-Ca ternary alloys, *Acta Materialia*, v. 53, p. 2823-2834, 2005.

TAYLOR, P. Ostwald ripening in emulsions: estimation of solution thermodynamics of the disperse phase. *Advances in Colloid and Interface Science*, v.106, p. 261-285, 2003.

TAYLOR, P. Ostwald ripening in emulsions. *Advances in Colloid and Interface Science*, v.75, p. 107-163, 1998.

TAYLOR, P. Ostwald ripening in emulsions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v.99, p. 175-185, 1995.

WAN, G. SAHM, P. Ostwald ripening in the isothermal rheocasting process. *Acta Metallurgica Material*, v.38, n°6, p. 967-972, 1990.

WANG, C. et al. Preparation of an Mg–Gd–Zn alloy semisolid slurry by low frequency electro-magnetic stirring. *JMADE*, v. 84, p. 53–63, 2015.

Wang, Y., Q. Wang, et al. (2003). "Effects of Zn and RE additions on the solidification behavior of Mg-9Al magnesium alloy." *Materials Science and Engineering A* 342(1- 2): 178-182.

WANG, Y. et al. Optimization of processing parameters for rheo-casting AZ91D magnesium alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 18, n. September, p. s91– s95, 2008.

XING, B. et al. Commercial AM60 alloy for semisolid processing: Effects of continuous rheoconversion process on microstructure. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, v. 20, n. SUPPL. 3, p. s723–s728, 2010.

YAO, D. ZHANG, Y. The nano-eutectic in the microstructure of semisolid Mg–6Zn–1Y alloy. *Materials Letters*, v. 166, p. 201–205, 2016.

YANG, L. et al. Rheo-diecasting of AZ91D magnesium alloy by taper barrel rheomoulding process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 20, n. 6, p. 966–972, 2010.

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

YIM, C. D.; SHIN, K. S. Changes in microstructure and hardness of rheocast AZ91HP magnesium alloy with stirring conditions. v. 395, p. 226–232, 2005.

YIM, C. D.; SHIN, K. S. Semi-Solid Processing of Magnesium Alloys. *Materials Transactions*, v. 44, n° 4, pp. 558-561, 2003.

ZHANG, L. et al. Effect of cooling condition on microstructure of semi-solid AZ91 slurry produced via ultrasonic vibration process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 22, n. 10, p. 2357–2363, 2012.



Zhang, Z., A. Couture, et al. (1998). "An investigation of the properties of Mg-Zn-Al alloys." *Scripta Materialia* 39(1): 45-53.