

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,
METALÚRGICA E DE MATERIAIS

Estudo dos parâmetros de tratamento térmico para a liga de alumínio AA
355 modificada com adição de Terras raras e Zircônio

Nicoli dos Santos Simões

**Dissertação para Obtenção do Título de Mestre
em Engenharia**

Porto Alegre

2019

Nicoli Dos Santos Simões

**Estudo dos parâmetros de tratamento térmico para a liga de alumínio AA 355 modificada
com adição de Terras raras e Zircônio**

***Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Graduação
em Engenharia de Minas,
Metalúrgica e de Materiais da
Universidade Federal do Rio
Grande do Sul, como requisito
parcial à obtenção do título de
Mestre em Engenharia.***

Orientador: Prof. Dr. Afonso Reguly

Porto Alegre
2019

CIP - Catalogação na Publicação

Dos Santos Simões, Nicoli

Estudo dos parâmetros de tratamento térmico para a liga de alumínio AA 355 modificada com adição de Terras raras e Zircônio. / Nicoli Dos Santos Simões.

-- 2019.

115 f.

Orientador: Afonso Reguly.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2019.

1. Tratamento térmico. 2. liga de alumínio. 3. terras raras. 4. zircônio. 5. envelhecimento. I. Reguly, Afonso, orient. II. Título.

NICOLI DOS SANTOS SIMÕES

Estudo dos parâmetros de tratamento térmico para a liga de alumínio AA 355 modificada com adição de Terras raras e Zircônio

Esta dissertação foi analisada e julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Ciência e Tecnologia dos Materiais, e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora designada pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Aprovado em: 04/06/2019

Banca Examinadora:

Prof. Dr. André Ronaldo Froehlich (UNISINOS)

Prof. Dr. Márcio Levi Kramer de Macedo (UFRGS)

Prof. Dr. Mário Wolfart Júnior (IFC)

Prof. Dr. Afonso Reguly
Coordenador do PPGE3M

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer A empresa Master Power Borghetti Turbos e Sistemas Automotivos Ltda, por apoiar esta pesquisa e também pela fabricação das ligas experimentais, ao meu orientador Prof. Dr. Afonso Reguly pelos ensinamentos e apoio para toda execução técnica e prática dessa dissertação;

Agradeço também a oportunidade de fazer parte de um laboratório com o porte do Laboratório de Metalurgia física da UFRGS -LAMEF.

Agradeço aos meus colegas do LAMEF do Grupo de análises de falhas e de ensaios mecânicos pelo apoio na execução dos ensaios.

E por último, e mais importante, agradeço à minha família pelo apoio incondicional em toda a jornada até este momento, sem vocês eu não seria a pessoa que sou.

Se você pensa que pode ou se pensa que não pode, de qualquer forma você está certo.

Henry Ford.

RESUMO

Neste trabalho foram analisados os parâmetros de tratamento térmico da liga AA 355 modificada com a adição de 0,3% de Cério, Ce, e Zircônio, Zr. Foram utilizados os ensaios de DSC, dureza, metalografia, microscopia eletrônica de varredura e tração. O trabalho avaliou dois patamares de solubilização com a técnica de DSC e foram utilizadas como temperatura final 525°C, 530°C e 535°C. O envelhecimento das ligas solubilizadas nas temperaturas citadas anteriormente também foi realizado em três temperaturas diferentes 180°C, 200°C e 215°C. As curvas de envelhecimento indicaram que as amostras solubilizadas a temperatura de 535°C obtiveram maiores valores de dureza. Também foi possível observar que quando envelhecida a 215°C a liga modificada alcançou seu pico de dureza de 123HBW em três horas. O valor obtido contrasta com do tratamento convencional da liga AA 355 que alcançou a dureza de 109HBW com 8 horas de tratamento térmico mostrando que a adição realizada é eficiente para aumentar a dureza. Logo, a adição de Ce e Zr propiciou uma maior dureza e um ganho de temperatura de 20%. Os valores do ensaio de tração indicaram um aumento de aproximadamente 10% nas propriedades mesmo no ensaio a alta temperatura. A adição de Ce e Zr ainda provocou refino microestrutural e a presença de intermetálicos contendo Al-Si-Mg-Zr, Al-Si-Cu-Ce-La, Al-Si-Ti-Cu-Zr e a presença do Zr e do Ti em fases ricas em Fe. Os intermetálicos encontrados são responsáveis pelo aumento de fragilidade na liga.

Palavras-chave: Liga de alumínio; terras raras; tratamento térmico; Al-Si-Cu-Mg; cério; zircônio.

ABSTRACT

In this work, the heat treatment parameters of modified AA 355 alloy with the addition of 0.3% Ce and Zr were analyzed. The DSC, hardness, metallography, scanning electron microscopy and tensile tests were used. This work evaluated two different stages of solution treatments and was studied three final temperatures, 525 °C, 530 °C and 535 °C. The aging of solution treated alloys at the above temperatures was also performed at three different temperatures 180 °C, 200 °C and 215 °C. The aging curves indicated that the samples solution treated at 535 °C obtained higher hardness values. It was also observed that when aged at 215 °C, the modified alloy reached its hardness peak of 123HBW within three hours. The obtained data contrasts with the conventional treatment of AA 355 alloy that reached the hardness of 109HBW with 8 hours of heat treatment, showing that the addition performed is efficient to increase the hardness. Thus, the addition of Ce and Zr provided a higher hardness and a temperature gain of 20%. Tensile strength values indicated an approximately 10% increase in properties even in the high temperature test. The addition of Ce and Zr induced a fine microstructure and the presence of intermetallic Al-Si-Mg-Zr, Al-Si-Cu-Ce-La, Al-Si-Ti-Cu-Zr. The presence of Zr and Ti was observed in phases rich in Fe. The intermetallic found are responsible for increased brittleness in the alloy.

Keywords: Aluminum alloy; rare earths; heat treatment; Al-Si-Cu-Mg; cerium; zirconium.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1 Gráfico com a distribuição setorial das vendas de peças acabadas em alumínio fundido por setor no Brasil, período de Janeiro a Julho de 2018.27
- Figura 2 Microestrutura da liga 356-F, fundida em areia. Em (A) a liga apresenta o eutético Al-Si no espaço interdendrítico e em (B) a liga teve a adição de 0,025% em peso de Na para causar o refino da estrutura eutética que se tornou menor e menos angular.28
- Figura 3 Microestrutura da liga F357, como fundida, modificada com Sc e Sr. (a) não modificada; (b) 0,4% em peso de Sc; (c) 0,04% em peso de Sr. As regiões cinza claro são a fase α -Al e as regiões escuras são a estrutura eutética.29
- Figura 4 Curva de envelhecimento artificial a 185 °C escala Vickers (VHN). A Liga 1 tem adição de 0,0% Ce e 0,2% Zr; a Liga 0,2%Ce e 0,17% Zr; a Liga 3 0,45%Ce e 0,19% Zr.....31
- Figura 5 Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura demonstrando o refino de grão para diferentes concentrações (a) 2519^a-0,0Ce+0,20Zr, (b) 2519A–0.2Ce+0,20Zr, (c) 2519A–0.4Ce+0,20Zr. Em (c) é observado o maior refino microestrutural.....32
- Figura 6 Imagens obtidas em MET apresentando a variação dos precipitados θ' formados no maior pico de dureza do envelhecimento para (a) 0,0%Ce, (b) 0,2%Ce e (c) 0,4%Ce.32
- Figura 7 Micrografia em microscópio ótico da liga C355, é possível perceber a presença de uma microestrutura tipicamente dendrítica (a) e a modificação do eutético (b).34
- Figura 8 Análise via MEV (I), da liga C355 bruta de fusão com os respectivos espectros de dispersão de energia dos pontos indicados pelas setas, à direita (II) análise de DRX com as respectivas fases encontradas.....34
- Figura 9 Curvas de envelhecimento da liga C355, (a) e (b), e curva comparativa de dureza no superenvelhecimento das ligas C355 e 356, (c) e (d).35
- Figura 10 Metalografias do perfil de fratura da liga 355, Figuras (A) a (D), e a superfície de fratura analisada em MEV de (E) a (H). Os perfis de fratura apresentam

as características da linha de fratura, enquanto a análise em MEV da melhor definição dos mecanismos de fratura encontrados.	37
Figura 11 Diagrama de fases AlCu, em corte para mostrar o campo monofásico e as temperaturas de tratamento térmico. Faixas de temperatura de (1) solubilização, (2) recozimento e (3) envelhecimento artificial.	38
Figura 12 Curvas de DSC obtidas da liga C355, condição como fundida (a) e após tratamento térmico de solubilização 490°C por 2 horas (b).....	40
Figura 13 Micrografia mostrando a fusão incipiente nos contornos de grão, em precipitados à base de cobre, nos locais indicados pelas setas.	40
Figura 14. Sequência de precipitação ocorrida ao longo do tempo de envelhecimento, em (A) para Al ₂ Cu, em (B) para Al ₂ CuMg e em (C) para Mg ₂ Si.	42
Figura 15 Efeito da temperatura de envelhecimento na dureza das ligas F356 e 319 envelhecidas por 4 horas, (a) contendo intermetálicos de β-Fe (1%Fe) e em (b) α-Fe (1%Fe-0,4%Mn).	43
Figura 16 Fluxograma da metodologia utilizada nos ensaios.....	43
Figura 17 Desenho esquemático do molde permanente utilizado na preparação dos billets.	45
Figura 18 Desenho esquemático com as dimensões do <i>billet</i> obtido para os ensaios.	45
Figura 19 Seção transversal do billet com indicação do centro e periferia, onde foram retiradas as amostras para o ensaio de DSC.....	47
Figura 20 Temperatura de envelhecimento das condições de solubilização, cada condição contém a nomenclatura utilizada para as amostras referentes.	49
Figura 21 Desenho esquemático das dimensões utilizadas para os corpos de prova de tração.	51
Figura 22 Desenho esquemático do local de retirada dos corpos de prova a partir do billet.....	52
Figura 23 Microestrutura da liga 355N na condição bruta de fusão, à esquerda sem ataque (a). Ataque com reagente Keller em (b) e (c).	55
Figura 24 Imagem via MEV da microestrutura obtida para a liga 355N. As setas	

indicam as	regiões onde foram realizadas as microsondas.	
Ataque Keller.....		56
Figura 25 Microestrutura da liga 355CZ na condição bruta de fusão, à esquerda sem ataque (a) Ataque com reagente Keller em (b) e (c). As imagens apresentam microestrutura dendrítica de α -Al e no espaço interdendrítico estrutura eutética mais intermetálicos.		57
Figura 26 Imagem via MEV da microestrutura obtida para a liga 355CZ. As setas indicam os locais onde foram realizadas as microsondas, à direita o gráfico de dispersão de energia do ponto (A) e abaixo o do ponto (B). Ataque Keller.....		57
Figura 27 Imagem via MEV da microestrutura obtida para a liga 355CZ. A elipse indica o local onde foi realizada a microsonda, à direita o gráfico de dispersão de energia dos elementos encontrados. Ataque Keller.		58
Figura 28 Gráfico das análises de DSC realizadas na amostra 355CZ bruta de fusão. À esquerda, Figura 29(A), esta representada a análise da região periférica do <i>billet</i> e a (B) representa a região dos picos em aumento com a indicação por números dos picos encontrados. A Figura 29(C) representa a análise da região central.		59
Figura 29 Gráfico obtido na análise de DSC da amostra submetida ao Patamar 1, 490°C por 2,5h. Os picos de reação endotérmica indicados pela seta ocorreram a temperaturas menores que 560°C. Liga 355CZ.		60
Figura 30 Gráfico obtido na análise de DSC da amostra submetida ao Patamar 2, 412°C por 1h + 490°C por 2h. Liga 355CZ.....		61
Figura 31 Microestrutura, em MEV, da amostra 355N-S, representando os intermetálicos presentes no plano de corte. As setas indicam onde foram realizados os ensaios de EDS. Reagente Keller.		64
Figura 32 Microestrutura, em MEV, da amostra 355CZ-S1, representando os intermetálicos presentes no plano de corte. As setas (A) e (B) indicam onde foram realizados os ensaios de EDS, à direita e abaixo se encontram os espectros de energia dispersiva das análises. Reagente Keller.....		65
Figura 33 Curvas de envelhecimento artificial da liga 355CZ após a solubilização. Para cada temperatura de envelhecimento há a legenda das condições ensaiadas.		66

Figura 34 MEV da amostra 355N-E a figura à direita é uma imagem em 400x, já à esquerda tem se a ampliação das regiões que foram analisadas via EDS, os espectros de energia dispersiva das análises se encontram abaixo.	69
Figura 35 MEV da amostra 355N-E a figura à direita é uma ampliação da região que foi analisada via EDS, região de análise indicada pela seta, o espectro de energia dispersiva da análise se encontra abaixo.	70
Figura 36 MEV da amostra E3S3 as figuras (1) e (2) são uma ampliação da primeira para melhor indicar os locais de análise. Em (1) e (2) as setas de (A) e (E) indicam os locais de análise os espectros de energia dispersiva se encontram abaixo.	71
Figura 37 Microestruturas do perfil de fratura da amostra CP-355N-E-4. Ataque Keller. Em (A) a seta indica a presença de microrrechupes no corpo de prova. Já em (B) as setas indicam regiões onde se vê trincas secundárias e intermetálicos na superfície de fratura. Ensaio de tração a temperatura ambiente.	74
Figura 38 Perfil da superfície de fratura em MEV amostra CP-355N-E-4. As regiões indicadas pelas setas foram analisadas via EDS e com seus respectivos espectros de dispersão de energia junto à imagem. Ensaio de tração a temperatura ambiente.	75
Figura 39 Imagem em MEV do centro da superfície de fratura amostra CP-355N-E-4, as setas indicam os locais de análise via EDS e os respectivos espectros de energia abaixo da figura. A fratura apresenta como principais mecanismos de falha a clivagem dos intermetálicos e os <i>dimples</i> resultantes da deformação plástica do Al. Ensaio de tração a temperatura ambiente.	76
Figura 40 Região da fratura da amostra CP-355N-E-4. Uma trinca secundária é indicada pela seta, à direita o espectro de dispersão de energia da análise realizada no local. Ensaio de tração a temperatura ambiente.	76
Figura 41 Perfil de fratura amostra CP-355CZ-E3-3. Ataque Keller. Ensaio de tração a temperatura ambiente.	77
Figura 42 Perfil de fratura em MEV da amostra CP-355CZ-E3-3. As setas indicam os pontos onde foram realizadas as análises de EDS, abaixo se encontram os espectros de dispersão de energia indicando a composição encontrada. Ensaio de tração a temperatura ambiente.	78

Figura 43 Superfície de fratura em MEV da amostra CP-355CZ-E3-3. As setas indicam a região de análise via EDS e os espectros de dispersão de energia se encontram abaixo. Ensaio de tração a temperatura ambiente.	79
Figura 44 Superfície de fratura em MEV da amostra CP-355CZ-E3-3, ensaiada a temperatura ambiente. As setas (A) e (B) indicam os pontos onde foram realizadas as análises de EDS, os espectros de dispersão de energia obtidos encontram-se abaixo.....	80
Figura 45 Superfície de fratura em MEV da amostra CP-355CZ-E3-3. A seta indica a região de análise via EDS. A região apresenta características de fratura ocorrida por clivagem. Ensaio de tração a temperatura ambiente.	80
Figura 46 Perfil de fratura liga 355N no corpo de prova CP-355N-ET-3. Ensaio de tração realizado a 200°C. Ataque: Keller. A seta à esquerda indica a presença de rechupe e a seta à direita trincas secundárias nos intermetálicos.	82
Figura 47 Perfil de fratura da liga 355N em MEV do CP-355N-ET-3. À esquerda a região demarcada pela elipse foi ampliada e as setas indicam os locais onde foram realizadas as análises de EDS.....	83
Figura 48 Superfície de fratura liga 355N, CP-355N-ET-3. A seta indica a região onde ocorreu a separação da interface intermetálico/matriz, no local foi realizada a análise de EDS, o espectro de energia dispersiva está à direita.....	84
Figura 49 Superfície de fratura 355N, CP-355N-E-3, as setas indicam as regiões de análise via microsonda. Ensaio de tração a 200°C.	84
Figura 50 Microestrutura do perfil de fratura do corpo de prova CP-355CZ-E3T-4. Ataque Keller. Ensaio a 200°C.....	85
Figura 51 Imagens em MEV do perfil de fratura do 355CZ em MEV corpo de prova CP-355CZ-E3T-4. As setas indicam as regiões de análise via microsonda, os resultados estão indicados nos espectros de energia dispersiva.....	85
Figura 52 Superfície de fratura CP-355CZ-E3T-4, as setas indicam as regiões de análise via microsonda. Ensaio de tração a 200°C.	86
Figura 53 Superfície de fratura CP-355CZ-E3T-4, a seta indica a região de análise via microsonda. Ensaio de tração a 200°C.....	86

Figura 54	Imagens em MEV dos intermetálicos Al_2Cu e $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ da liga 355N-BF. Ataque Keller.	88
Figura 55	Reconstrução tridimensional de um grupo de plaquetas β - Al_5FeSi . A escala e orientação de cada imagem são diferentes. A aparência ondulada das plaquetas é resultado de um ligeiro desalinhamento entre seções sucessivas.	89
Figura 56	Microestrutura da liga 355N bruta de fusão em (a) e solubilizada em (b) amostra 355N-S. Como polido.	90
Figura 57	Imagem em MEV da amostra 355N-S, à direita o espectro de energia dispersiva da análise realizada no local indicado pela seta. Ataque Keller.	91
Figura 58	Resultado da resistência a tração e limite de escoamento do ensaio de tração da liga 355N-E a temperatura ambiente e a 200°C.	93
Figura 59	Superfície de fratura 355N-E. Em (a) para o ensaio a temperatura ambiente e em (b) a 200°C.	94
Figura 60	Microestrutura das ligas 355N, (a), e 355CZ, (b), no estado bruto de fusão. Ataque Keller.	96
Figura 61	Imagens em MEV da liga 355N, (a), e 355CZ, (b), no estado bruto de fusão detalhando as partículas de silício. Ataque Keller.	96
Figura 62	MEV das ligas 355N, (a), e 355CZ, (b), no estado bruto de fusão. Ataque Keller.	97
Figura 63	Microestrutura da liga 355CZ bruta de fusão em (a), em (b) na condição de solubilização S1, em (c) condição S2 e em (d) condição S3. Como polido.	101
Figura 64	Curvas de envelhecimento para as amostras solubilizadas na condição S3.	103
Figura 65	Resultados obtidos com os ensaios de tração da liga 355CZ envelhecidos nas condições E1S3, E2S3 e E3S3.	105
Figura 66	Imagem em MEV da superfície de fratura do CP-355CZ-E3T-2. As linhas indicam o comprimento das discontinuidades ocorridas devido à contração metálica.	106
Figura 67	Imagens em MEV da superfície de fratura dos corpos de prova CP-355CZ-E3-3, (a), e do CP-355CZ-E3T-4.	108

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Classificação das famílias de ligas designadas pela Aluminium Association.....	25
Tabela 2	Efeito dos elementos de liga no alumínio.....	26
Tabela 3	Faixas de composição admitidas para as ligas AA355.0 e C355.0. Porcentagem dos elementos em peso.....	33
Tabela 4	Temperatura de precipitação das fases encontradas no resfriamento da liga C355.....	35
Tabela 5	Parâmetros de solubilização utilizados.....	48
Tabela 6	Faixa limite de composição da liga padrão AA 355.0.....	53
Tabela 7	Composição da liga AA355.0, sem modificação, utilizada nos ensaios. ...	53
Tabela 8	Resultados da análise química da corrida 1, liga 355CZ.....	54
Tabela 9	Resultados de análise química da corrida 2, liga 355CZ.....	54
Tabela 10	Tabela com os respectivos valores de dureza Brinell encontrados para as ligas no estado bruto de fusão.....	54
Tabela 11	Temperatura encontrada nos picos do gráfico do ensaio de DSC da Figura 29(C).....	60
Tabela 12	Valores de dureza encontrados para as amostras solubilizadas.....	62
Tabela 13	Microestruturas das amostras solubilizadas a partir do patamar 2.....	63
Tabela 14	Microestruturas obtidas após o envelhecimento artificial das ligas. A Tabela apresenta o resultado para as amostras 355N-E, E3S1, E3S2 e E3S3 no pico de dureza de cada ensaio. As setas indicam o eutético do Si.....	68
Tabela 15	Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355N-T6.....	73
Tabela 16	Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E1S3.....	73
Tabela 17	Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E2S3.....	73
Tabela 18	Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição	

E3S3.	73
Tabela 19 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355N-T6 a 200°C.	81
Tabela 20 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E1S3, a 200°C.....	81
Tabela 21 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E2S3, a 200°C.....	82
Tabela 22 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E3S3, a 200°C.....	82

LISTA DE SIGLAS

AA	Aluminium Association (Associação do alumínio)
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i> (Instituto Americano do Ferro e Aço)
ASM	<i>American Society of Materials</i> (Sociedade Americana de Materiais)
ASTM	<i>American Society for Testing Materials</i>
CP	Corpo de prova
EDS	<i>Energy Dispersed Spectroscopy</i> (Espectroscopia por Energia Dispersiva)
GP	Zonas de Guinier e Preston
HB	<i>Hardness Brinell</i> (Dureza na escala Brinell)
DSC	Calorimetria diferencial de varredura

SUMÁRIO

1.	Introdução	20
1.1.	Objetivos	22
1.1.1.	Objetivos específicos.....	23
1.2.	Justificativa.....	23
2.	Revisão bibliográfica	24
2.1.	Ligas de alumínio	24
2.2.	Ligas de alumínio fundidas.....	26
2.3.	A adição de Terras Raras no alumínio.....	30
2.4.	Propriedades gerais da liga AA 355.0	33
2.5.	Tratamentos térmicos.....	37
2.5.1.	Solubilização.....	37
2.5.2.	Envelhecimento artificial	41
3.	Materiais e métodos	43
3.1.	Materiais.....	44
3.2.	Análise térmica diferencial exploratória- DSC	46
3.3.	Solubilização	47
3.4.	Envelhecimento.....	48
3.5.	Ensaio de dureza	49
3.6.	Análise metalográfica	50
3.7.	Microscopia eletrônica de varredura- MEV	50
3.8.	Ensaio de tração	50
4.	Resultados	53
4.1.	Caracterização das ligas fabricadas.....	53
4.2.	Análise diferencial térmica- DSC.....	59
4.3.	Solubilização	60
4.3.1.	Ensaio de dureza das amostras solubilizadas.....	61

4.3.2.	Análise microestrutural das amostras solubilizadas	62
4.3.3.	MEV e EDS das amostras solubilizadas.....	64
4.4.	Envelhecimento.....	66
4.4.1.	Curvas de envelhecimento	66
4.4.2.	Análise microestrutural das amostras envelhecidas	67
4.4.3.	MEV e EDS das amostras envelhecidas	69
4.5.	Ensaio de tração	72
4.5.1.	Ensaio de tração realizados à temperatura ambiente.....	72
4.5.2.	Ensaio de tração feitos à 200°C.....	81
5.	Discussão dos resultados	87
5.1.	Ensaio da liga AA 355.0 sem modificação	87
5.1.1.	Caracterização da liga fabricada- 355N.....	87
5.1.2.	Solubilização.....	89
5.1.3.	Envelhecimento artificial	91
5.1.4.	Ensaio de tração liga 355N.....	92
5.2.	Ensaio da liga AA 355.0 com adição de Ce e Zr- 355CZ	95
5.2.1.	Caracterização da liga fabricada- 355CZ.....	95
5.2.2.	Análise diferencial térmica- DSC- na liga 355CZ bruta de fusão	97
5.2.3.	Solubilização.....	98
5.2.4.	Envelhecimento artificial	101
5.2.5.	Ensaio de tração	104
6.	Conclusões	109
7.	Sugestões de trabalhos futuros.....	110
8.	Bibliografia	111

1. INTRODUÇÃO

Não é preciso ser um grande conhecedor das propriedades, do modo de fabricação ou dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio para que se possa perceber sua importância no mercado global. Basta olhar ao redor que o alumínio estará presente, seja em bens de consumo- como notebooks e geladeiras-, seja em automóveis.

A versatilidade das ligas de alumínio é responsável pela gama de aplicações existentes. Um exemplo desta característica atribuída ao metal é a possibilidade de fabricar peças com as mais variadas espessuras e geometrias. Também é relevante o ambiente à que o material ficará exposto, já que o alumínio possui boa resistência à corrosão podendo ser utilizado no ramo da construção civil, em revestimento de prédios e partes estruturais. O uso em projetos arquitetônicos tem vantagens como baixo custo de manutenção e alta durabilidade, além de contribuir para o conforto térmico devido as suas propriedades de condução térmica e refletividade.

Em uma época que o capitalismo dita os padrões de consumo, o alumínio tem um destaque importante. Nunca se gerou tanto lixo como nos últimos anos e o alumínio é um material facilmente reciclável, fato que explica seu uso em embalagens de alimentos. Estratégias de vendas são elaboradas utilizando como argumento a sustentabilidade proporcionada pela reciclagem do material aliada à capacidade de armazenar sabores, odores e garantir a consistência dos alimentos.

Outro atributo que algumas das ligas de alumínio possuem é a capacidade de serem expostas a ambientes com altas temperaturas. Esse ponto é explorado principalmente pelo setor automotivo, mas não é o único. A sua densidade faz com que ele substitua outros metais mais pesados nas estruturas de carros e caminhões, por exemplo. No Brasil, segundo o levantamento da associação brasileira de fundição, 74% da produção de alumínio fundido é direcionada para o setor automotivo, o que destaca a importâncias das ligas fundidas para esse setor.

Dentro desse cenário produtivo, as ligas de alumínio mais utilizadas pelo setor automotivo são as ligas alumínio-silício, o maior uso é atribuído as suas características superiores no processo de fundição (Menargues, et al., 2015). Atenção especial para as ligas fundidas da família 3xx, onde a composição da liga Al-Si recebe a adição de cobre e magnésio. Ligas que têm a adição de cobre, como a AA 380.0 e a AA 384.0, são utilizadas em blocos de motor, cabeçote de cilindro,

caixas de embreagem e em outras aplicações que requerem alta resistência e dureza. Em geral, são utilizadas com tratamento térmico de envelhecimento artificial para aumentar a estabilidade. Já as ligas Al-Si-Mg – AA 356.0, AA 357, AA 358 – têm maior resistência à corrosão quando comparadas as com adição de cobre e possuem maior fluidez no vazamento da liga. Essas ligas são utilizadas em partes estruturais, rodas de automóveis, cilindros e em componentes da indústria aeroespacial. (Kaufman, Rooy, 2004 ; Lee, Chen, 2005; ASM Metals Handbook v2, 1990; ASM, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, 1984)

Ademais, as ligas de Al-Si são utilizadas em aplicações que exige exposição à temperatura. Junto com a as ligas Al-Cu – AA 220.0, AA 242.0, AA 243.0, AA 295.0 –, as ligas Al-Si-Cu-Mg como a AA 355 são utilizadas em aplicações que se encontram em ambientes de temperaturas até 260°C. As aplicações incluem partes estruturais expostas a temperatura, cabeças de cilindros, caixa de engrenagens, pistões, motores de avião e turbinas de rotor de motor à Diesel. (Kaufman, Rooy, 2004; Lee, Chen, 2005).

No caso das turbinas de rotor de motor à Diesel, elas sofrem ação da temperatura devido à alta rotação a que são submetidas, esse ambiente de trabalho exige materiais cada vez mais resistentes à exposição de temperatura e pressão, sendo esse um dos motivos pelo qual o estudo de novas ligas desperta o interesse dos pesquisadores (ZHAO, 2009). As exigências por maior eficiência dos turbos compressores e conseqüentemente do material em que ele é fabricado vêm das demandas previstas em legislações ambientais. No Brasil, por exemplo, o governo possui o PROCONVE – Programa de controle de emissões veiculares – que é vinculado ao IBAMA e estima os níveis de emissão aceitáveis para que os veículos automotores possam ser comercializados no país.

O crescente desenvolvimento tecnológico para atender os requisitos impostos pelas legislações ambientais levou a necessidade do desenvolvimento de ligas de alumínio que possam ser utilizadas em temperaturas mais altas. As ligas comerciais de alumínio podem ser aplicadas em temperaturas de até 230°C (Lee e Chen, 2005).

No que tange a estabilidade térmica das ligas de alumínio, uma das apostas foi a adição de escândio, Sc, como elemento de liga, em concentrações de até 0,4% em massa. Muitos pesquisadores verificaram que essa adição realmente modifica a

resposta da liga aumentando o limite de temperatura suportado por ela. Estudos adicionais correlacionaram a adição de escândio com o zircônio, citando que o último aumentaria a eficiência do primeiro e ainda formariam precipitados ternários $Al_3(Sc_{1-x}Zr_x)$ que junto com os precipitados Al_3X seriam os responsáveis pelo aumento da estabilidade térmica da liga (Tolley, et al.,2005; Garza-Elizondo, et al.,2017; Ruixiao, et al., 2015). Porém o Sc é um elemento de alto custo e como alternativa alguns elementos das terras raras como o cério, Ce, começaram a ser estudados. Assim como o uso do Sc, o do Ce é associado ao Zr. As ligas com a presença desses elementos têm alta formação de precipitados Al_3X , têm o tamanho de grão e o espaço interdendrítico secundário reduzido e ainda induz a formação dos precipitados responsáveis pelo endurecimento nos tratamentos térmicos. Estas alterações resultam em melhores propriedades mecânicas como dureza e resistência a tração quando estão em condições de temperatura mais elevada que as usuais. (Xiao, et al, 2003;Chang, et al.,1998;Wang, et al., 2010).

Neste sentido, um dos principais desafios é a determinação dos parâmetros de tratamentos térmicos para estas novas ligas. O primeiro ponto é a fase de fabricação da liga, com o estudo da melhor temperatura para o banho, pois como se tratam de elementos com alto ponto de fusão sem esse cuidado eles não são devidamente incorporados à liga. Outra etapa, é estudar qual o melhor processo de fundição para liga levando em conta sua densidade e a taxa de resfriamento que o componente será submetido (DO LEE, 2013; Orlando, et al., 2018; Lee e Chen, 2005). Após a fabricação da liga os desafios são encontrar as melhores proporções entre os elementos; a melhor condição de solubilização da liga; a melhor temperatura e tempo de envelhecimento artificial. O estudo de todos esses parâmetros são necessários para que se otimize as ligas estudadas. (Orlando, et al., 2018; Mahmoud, et al.,2018; Lin, et al., 2014).

1.1. Objetivos

O objetivo geral do trabalho é definir os parâmetros do tratamento térmico de envelhecimento artificial da liga fundida de alumínio AA 355 modificada com adição de 0,3 % em massa de cério e zircônio. Apontando a temperatura e o tempo de solubilização e de envelhecimento.

1.1.1. Objetivos específicos

Além dos objetivos gerais, este trabalho tem como objetivo específico estimar a maior temperatura de envelhecimento para que o componente possa trabalhar em temperaturas superiores às permitidas para a liga de composição comercial.

Para avaliação dos resultados, a liga AA 355 convencional será comparada a liga com adição de Ce e Zr. Partindo deste princípio, a liga comercial será tratada termicamente com os tempos e temperaturas convencionais– sua dureza metalografia e resposta a tração serão analisadas. Já para a liga com a adição dos elementos serão testados os parâmetros de solubilização, tratamento térmico e resposta ao ensaio de tração. Os ensaios têm a intenção de medir em qual condição a liga apresentará o melhor resultado.

1.2. Justificativa

As ligas Al-Si-Cu-Mg são muito utilizadas pela indústria automotiva, aeronáutica e em casos onde é necessária boa soldabilidade, resistência ao desgaste ou em aplicações que exijam resistência mecânica e dureza em temperaturas de até 175°C (ASM Metals Handbook v2, 1990; Ceschini, et al.,2015,2016; Baradarani,2011; Sieniawski,2011). Para atender a demanda de suas aplicações, além de respeitar a faixa de composição é preciso analisar sua microestrutura e seus parâmetros de tratamento térmico. Contudo, os avanços tecnológicos demandam que as ligas sejam cada vez mais resistentes à temperatura. Por esse motivo esse trabalho busca determinar a maior temperatura a que a liga AA 355 com adição de Ce e Zr pode ser submetida sem comprometer suas propriedades mecânicas. Considerando o contexto da aplicação em rodas compressoras de turbos compressores para motor à Diesel, os resultados do presente estudo se tornam importantes uma vez que não existem dados a respeito desta liga, AA 355 modificada com Ce e Zr, nas condições apresentadas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Ligas de alumínio

O alumínio é um dos metais mais utilizados no mundo, suas propriedades o levam a ser usado em diversas áreas que vão desde o uso na estrutura de aviões até a fabricação de utensílios domésticos. O seu vasto uso também é atribuído ao fato de o alumínio ser um metal facilmente reciclável, o que tem um grande apelo quando se fala em sustentabilidade (Totten e Mackenzie, 2003). Atualmente, empresas investem em embalagens de alumínio, que podem ser recicladas, como estratégia de marketing para atrair consumidores que se preocupam com o destino dos rejeitos produzidos.

Dois grandes grupos representam as ligas conhecidas: o grupo das ligas trabalhadas e o das ligas fundidas. Basicamente, o que difere cada grupo é o processo de fabricação da liga e a distribuição dos elementos nas famílias existentes.

A Aluminum Association classificou as ligas de alumínio e designou nove famílias para as ligas de alumínio fundidas. A nomenclatura é feita com quatro dígitos sendo o terceiro número separado do quarto por um ponto - o quarto algarismo se refere ao estado de fabricação ou a pureza da liga. A Tabela 01 apresenta a nomenclatura básica das famílias e os elementos de liga que estão presentes majoritariamente. Contudo, além da classificação da Tabela 01, existe a divisão em ligas termicamente tratáveis e não tratáveis. As ligas de alumínio fundidas e tratáveis termicamente são representadas pelas famílias 2xx.x, 3xx.x e 7xx.x. Já para as ligas trabalhadas foram designadas oito famílias, que possuem quatro dígitos para compor a nomenclatura, a Tabela 01 apresenta as famílias formadas. Assim como nas ligas fundidas, as forjadas possuem famílias que podem ser submetidas a tratamento térmico que são as séries 2xxx, 6xxx, 7xxx e a maior parte das ligas da família 8xxx (ASM Metals Handbook v2, 1990; ASM, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, 1984).

Tabela 1 Classificação das famílias de ligas designadas pela Aluminium Association.

Nomenclatura das famílias de ligas fundidas	Descrição da liga/família	Nomenclatura das famílias de ligas trabalhadas mecanicamente	Descrição da liga/família
1xx.x	Alumínio com composição controlada, 99,99% de Al	1xxx	Alumínio com composição controlada, 99,99% de Al
2xx.x	Tem o cobre como principal elemento de liga, mas pode ter outros elementos de liga.	2xxx	Tem o cobre como principal elemento de liga, mas pode ter outros elementos de liga como Mg
3xx.x	Principal elemento é o silício que vem a ser combinado com magnésio e/ou cobre.	3xxx	Principal elemento é o manganês (Mn).
4xx.x	A família 4xx tem o silício como principal elemento, liga binária Al-Si	4xxx	Silício como principal elemento
5xx.x	Nesta família o magnésio é utilizado como principal elemento de liga	5xxx	o magnésio é utilizado como principal elemento de liga
6xx.x	Não é utilizada.	6xxx	Nesta família o magnésio e o silício são utilizados como principais elementos de liga
7xx.x	O zinco é o elemento de liga majoritário, mas pode conter cobre e magnésio também.	7xxx	O zinco é o elemento de liga majoritário, mas pode conter cobre, magnésio, cromo e zircônio também.
8xx.x	Na família 8xx o titânio é o elemento majoritário.	8xxx	Nesta são utilizados o titânio e o lítio.
9xx.x	Não é utilizada.	9xxx	Futuras ligas

Fonte: ASM Metals Handbook v2, 1990; ASM, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, 1984.

Como elas são classificadas quanto à sua composição química, é importante que se conheça o efeito dos elementos de liga em menor proporção, pois eles modificam completamente as propriedades mecânicas das ligas. Os elementos de liga, mesmo em menor quantidade, têm efeitos distintos no alumínio. Alguns são tidos como impureza quando em elevada concentração, como no caso do ferro. Portanto se faz necessário o conhecimento do efeito de cada elemento de liga. A

Tabela 02 apresenta alguns efeitos dos elementos de liga mais comuns (ASM Metals Handbook v2,1990).

Tabela 2 Efeito dos elementos de liga no alumínio.

Elemento de liga	Efeito do elemento de liga
Cu	Aumenta a dureza e a resistência mecânica do alumínio como fundido e tratado termicamente devido à formação de Al_2Cu . Porém o cobre diminui a resistência à corrosão da liga.
Si	Em ligas Al-Mg e Al-Mg-Zn o silício deve estar em baixos percentuais devido ao efeito deletérios as propriedades mecânicas.
Fe	Forma fases intermetálicas muito resistente à alta temperatura, por serem estáveis, melhorando propriedades da liga quando para trabalho a quente. Contudo em concentrações superiores a 1% é considerado impureza, pois esses intermetálicos formados em grande quantidade diminuem a ductilidade da liga.
Mg	Muito utilizado em ligas Al-Si podendo estar associado ao níquel e ao cobre. Forma a fase Mg_2Si que é responsável pelo endurecimento destas ligas no tratamento térmico.
Mn	Considerado uma impureza para a fundição por gravidade, mas em algumas ligas pequenas adições melhoram as propriedades em alta temperatura e em outras ele altera a morfologia dos constituintes de Al-Fe-Si melhorando a ductilidade.
Cr	Assim como o manganês em pequenas quantidades melhora as propriedades a alta temperatura, aumenta resistência a corrosão em alguma ligas e forma $CrAl_7$ que é utilizado para suprimir o crescimento de grão.
Ti	Refinador de grão algumas vezes associado ao boro para formar TiB_2 . Altas concentrações ajudam a diminuir trincas em aplicações a quente.

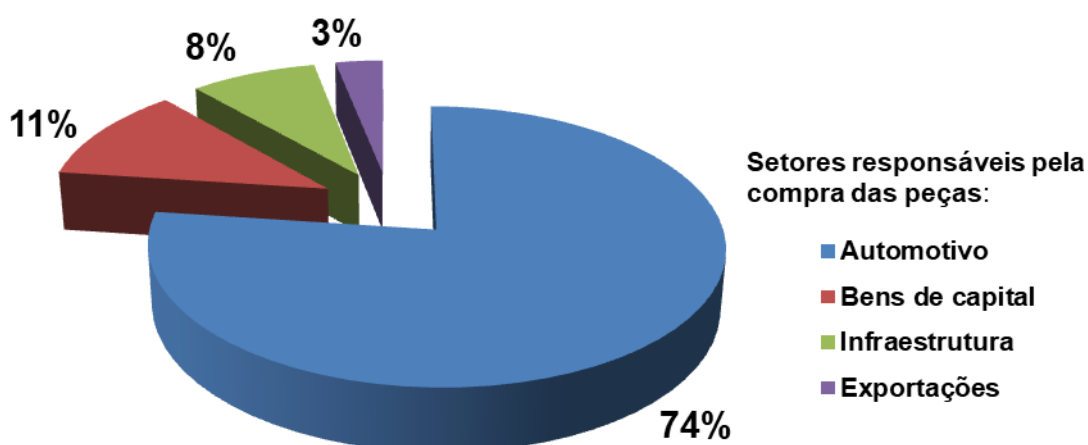
Fonte: ASM Metals Handbook v2, 1990; ASM, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy,1984.

2.2. Ligas de alumínio fundidas

O processo de fabricação das ligas fundidas possui muitas vantagens, em geral, tem um custo menor que o processo de forjamento, por ter um menor número de processos envolvidos, e o componente pode ser produzido com maior precisão dimensional e geometria complexa com acabamento superficial controlado, diminuindo, assim, a necessidade de usinagem (Kaufman e Rooy, 2004). Ademais, as ligas de alumínio fundido possuem propriedades – como boa fundibilidade, ótima relação resistência-peso e boa resistência à corrosão – que tornam seu uso atrativo para a indústria aeroespacial e automobilística (Garza-elizondo, et al.,2017; Xu, et

al.,2015; Prukkanon, et al.,2009). No ano de 2018, no período que compreende os meses de Janeiro a Julho a produção acumulada de alumínio fundido no Brasil foi de 97.855 toneladas, segundo dados coletados e apresentados pela Associação brasileira de fundição¹ – ABIFA – em sua reunião plenária. Ainda segundo a ABIFA, a distribuição setorial das vendas de peças acabadas em alumínio fundido, Figura 01, nesse período foi de 74% para o setor automotivo, 11% bens de capital, 8% infraestrutura e 3% exportações.

Figura 1 Gráfico com a distribuição setorial das vendas de peças acabadas em alumínio fundido por setor no Brasil, período de Janeiro a Julho de 2018.



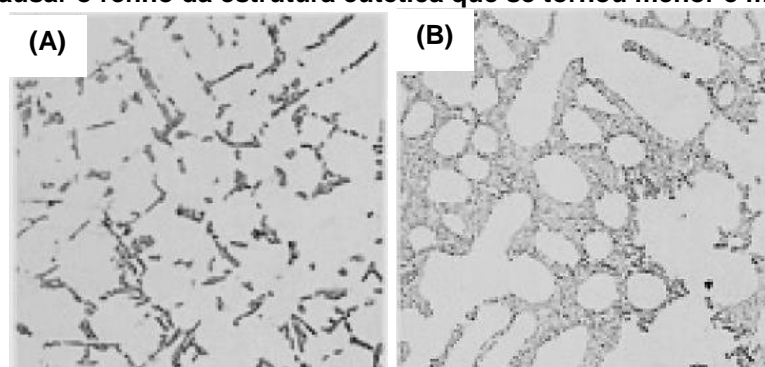
Fonte: Assessoria de imprensa | ABIFA, 2018; adaptado da pagina <http://www.abifa.org.br/desempenho-da-industria-de-fundicao-segue-em-alta-com-destaque-para-demanda-interna-e-queda-das-exportacoes/>, acesso em 29/01/2019.

É possível perceber que o setor automotivo é o maior consumidor de produtos acabados em alumínio fundido no Brasil sendo que as ligas mais utilizadas na fabricação destes produtos são as ligas de alumínio-silício. Isso se deve as suas boas propriedades mecânicas, baixo coeficiente de expansão térmica, boa soldabilidade e baixo teor de porosidade (Menargues,et al. ,2015; Elahi, et al. ,2016).

¹Dados obtidos no site da ABIFA em reportagem vinculada no dia 06 de setembro de 2018. Página consultada no dia 29 de janeiro de 2019. Fonte [http://www.abifa.org.br/desempenho-da-industria-de-fundicao-segue-em-alta-com-destaque-para-demanda-interna-e-queda-das-exportacoes/].

As ligas de alumínio-silício não só possuem as boas características citadas como também possibilitam que as suas propriedades mecânicas sejam melhoradas a partir da adição de elementos de liga (Aguirre-De La Torre, et al.,2013). Em geral, a porcentagem de Si na liga fundida fica na faixa de 5 a 13%, com até 12% de Si as ligas são consideradas hipoeutéticas. Nessas ligas há a formação do eutético Al-Si no espaço interdendrítico, conforme mostra a Figura 02(A), o eutético apresenta estrutura acicular e a modificação da morfologia, Figura 02(B), apresenta vantagens em termos de propriedades mecânicas, pois faz com que a estrutura torne-se mais globular diminuindo a fragilidade do material. (ASM Metals Handbook v2,1990; Kaufman e Rooy, 2004) Normalmente são utilizados os elementos Ti e B, para refinar a estrutura eutética e Sr e Na para realizar a modificação morfológica do Si eutético, passando de acicular para globular (Prukkanon; et al.,2009).

Figura 2 Microestrutura da liga 356-F, fundida em areia. Em (A) a liga apresenta o eutético Al-Si no espaço interdendrítico e em (B) a liga teve a adição de 0,025% em peso de Na para causar o refino da estrutura eutética que se tornou menor e menos angular.

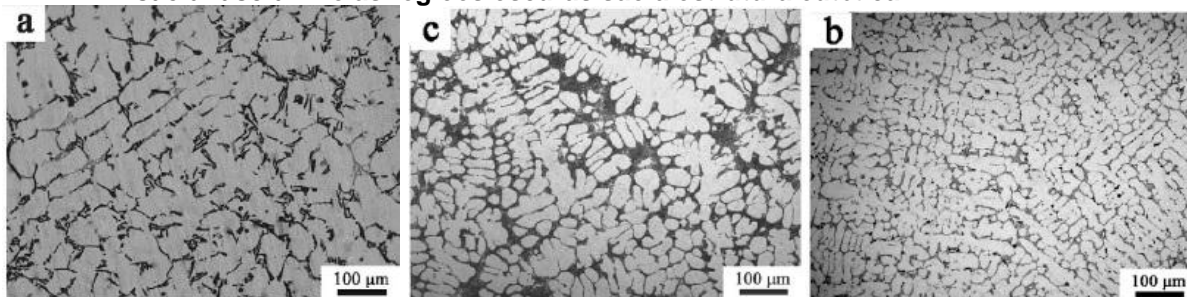


Fonte: Adaptada de ASM Metals Handbook v2,1990, pg 767.

Porém as modificações na morfologia do eutético de silício não são realizadas somente com os elementos citados. Diversos estudos indicam outros elementos capazes de provocar uma modificação ainda mais significativa a partir do uso de elementos como escândio, Sc, e o zircônio, Zr. Xu et al.,2015, estudaram a adição de diferentes concentrações de Sc na liga 357F, Al-Si-Mg, e observaram que o refino microestrutural provocado por essa adição é mais efetivo do que quando o Sr é utilizado, Figura 03. Em contraste com a adição de Sc, Baradarani, 2011, não observou grandes modificações no tamanho de grão de sua liga de estudo com a adição do Zr; contudo, há evidências de que a adição combinada de Sc e Zr faz com que a efetividade deste aumente como inibidor de recristalização. Além disso, ainda provoca uma maior estabilidade para a liga em altas temperaturas e a efetividade da

diminuição do tamanho de grão (Ruixiao, et al., 2015;Tolley, et al.,2004).

Figura 3 Microestrutura da liga F357, como fundida, modificada com Sc e Sr. (a) não modificada; (b) 0,4% em peso de Sc; (c) 0,04% em peso de Sr. As regiões cinza claro são a fase α -Al e as regiões escuras são a estrutura eutética.



Fonte: Adaptada de XU, Cong et al., 2015, pg 162.

É importante salientar que o aumento da estabilidade em altas temperaturas desperta o interesse dos pesquisadores, pois com o avanço da tecnologia as ligas vêm sendo submetidas a temperaturas cada vez mais altas, chegando próximo de 230°C (Lee e Chen, 2005). Para o uso em ambiente aquecido é necessário que os componentes sejam fabricados com ligas termicamente tratáveis, como as da família 3xx. Normalmente, são utilizadas ligas Al-Si-Cu, pois a adição do Cu provoca a formação de Al_2Cu - o que torna a liga endurecível por precipitação. Também é utilizada a combinação Al-Si-Cu-Mg, porque a adição do Mg aumenta a dureza devido a formação do Mg_2Si . A temperatura de trabalho das ligas é definida pela temperatura utilizada no envelhecimento artificial (ASM Metals Handbook v2,1990; Kaufman e Rooy, 2004; Handbook, A.S M., v.4.,1991; Totten e Mackenzie,2013).

Em suma, o uso dos elementos de liga Sc e Zr melhoram as propriedades mecânicas das ligas fundidas de alumínio, em especial as termicamente tratáveis, porque além de causar o refino do grão ainda aumentam a estabilidade da liga em alta temperatura, por causa dos precipitados formados entre Al-Sc-Zr (Garza-Elizondo; et al.,2017; Toley, et al., 2005; Ruixiao, et al., 2015). Há estudos indicando que os compostos $Al_3X(Sc,Zr)$ são formados pela adição desses elementos e agem como nucleadores de grão, explicando o refino provocado, ainda é citado que quando essa estrutura assume parâmetros de rede coerentes com a matriz a dureza global é aumentada (Lee e Chen,2005; Garza-Elizondo; et al.,2017; Toley, et al., 2005). Entretanto, o custo da adição de Sc levou ao estudo de outras alternativas para substituí-lo, nas últimas décadas a adição de terras raras tem causando grande interesse para esse fim (Hu, et al.,2010).

2.3. A adição de Terras Raras no alumínio

As terras raras são um grupo composto por 17 elementos, entre eles o La e o Ce, que são muito utilizados em componentes eletrônicos; porém, o uso deste grupo como elemento de liga vem despertando atenção de pesquisadores. São encontradas no Mischmetal, um material de baixo custo e que possui em torno de 67% de Ce, 25% de La e o restante de outras terras raras. Por ter baixo custo, o Mischmetal é forte candidato a substituir o uso de Sc nas ligas, além do custo os elementos tem propriedades químicas semelhantes, por estarem na mesma coluna (3B) da tabela periódica (ZHANHENG; 2011; Chang, et al.,1998; Hu, et al.,2010).

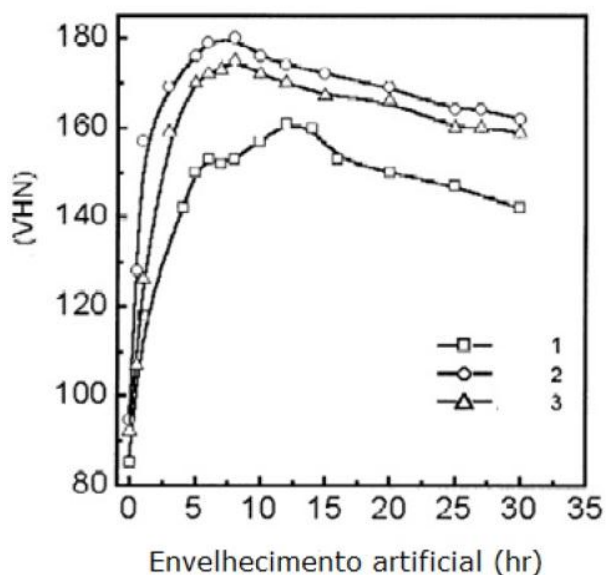
É citado na literatura que o uso de escândio em ligas de alumínio faz com que se formem precipitados Al_3Sc que são coerentes com a matriz e responsáveis pelo aumento das propriedades mecânicas em altas temperaturas (Tolley et al.,2005; Garza-elizondo, et al.,2017; Ruixiao, et al., 2015). Ruixiao, et al.,2015, também encontraram a formação de um precipitado secundário, quando a adição de Sc vem acompanhada de Zr, o precipitado $Al_3(Sc_{1-x}Zr_x)$ é resultado da interação dos três elementos e possui tamanho inferior ao precipitado Al_3Sc ou Al_3Zr .

Essa mesma interação foi procurada por Hu, et al.,2010, em uma liga Al-Zr-Ce. Os autores estudaram as fases formadas a 500°C e descobriram que nessa temperatura não houve a formação de compostos ternários, mas encontraram 13 possíveis intermetálicos entre Al-Zr e Al-Ce, entre eles Al_3Zr e Al_3Ce . Apesar de não ter encontrado indícios da formação de compostos que tenham Ce e Zr, Chang, et al.,1998, observaram que compostos formados por Al-Ce estavam ao redor de partícula de Si primário em ligas hipereutéticas.

Lee e Chen, 2005, já haviam discutido que a formação de compostos Al_3X favorece as ligas de alumínio termicamente tratáveis por agirem como nucleadores de grão e modificarem os parâmetros de rede, devido a sua estrutura cristalina L, que é coerente com a matriz. Os dados corroboram com a pesquisa feita por Xiao, et al., 2003, que indicou que a adição de Ce aumentou a formação e a estabilidade da fase endurecedora Ω , que se forma em ligas de Al contendo prata. Ainda foi visto que quando as adições de Ce e Zr estão mais próximas da proporção Ce/Zr=1 a resposta da liga no envelhecimento artificial é melhor do que quando adicionadas maiores quantidade de Ce (Xiao, et al., 2003; Wang, et al., 2010). A Figura 04 apresenta as curvas de envelhecimento artificial das ligas 1, 2 e 3 que tem

respectivamente 0%Ce+0,2%Zr , 0,2%Ce+0,17%Zr e 0,45%Ce+0,19%Zr. Observa-se que a liga 2 apresenta maior dureza de pico no tratamento (Xiao, et al., 2003).

Figura 4 Curva de envelhecimento artificial a 185 °C escala Vickers (VHN). A Liga 1 tem adição de 0,0% Ce e 0,2% Zr; a Liga 2 0,2%Ce e 0,17% Zr; a Liga 3 0,45%Ce e 0,19% Zr.

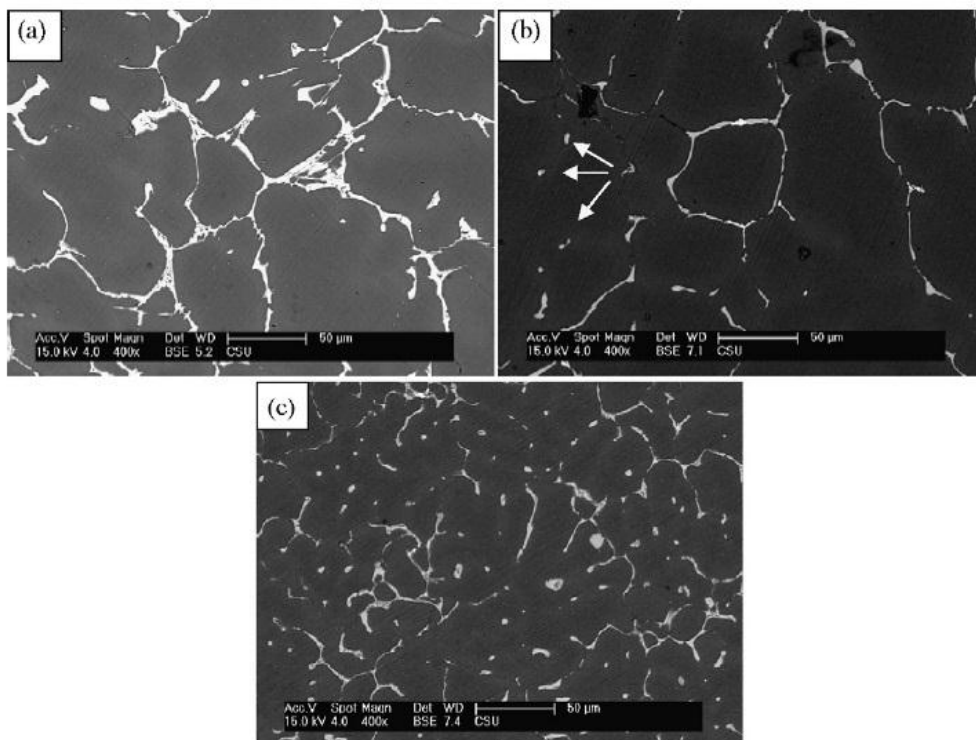


Fonte: (Adaptado XIAO et al, 2003)

A proporção Ce-Zr citada não produz o melhor refino de grão, como pode ser observado na Figura 05; porém, ao analisar as amostras envelhecidas que obtiveram maior dureza no ensaio Wang, et al, 2010, encontraram maior densidade de fase θ' quando adicionaram 0,2%Ce+0,2%Zr do que quando o teor de Ce foi 0,45%, a Figura 06 deixa bem evidente a diferença de densidade observada no microscópio eletrônico de transmissão.

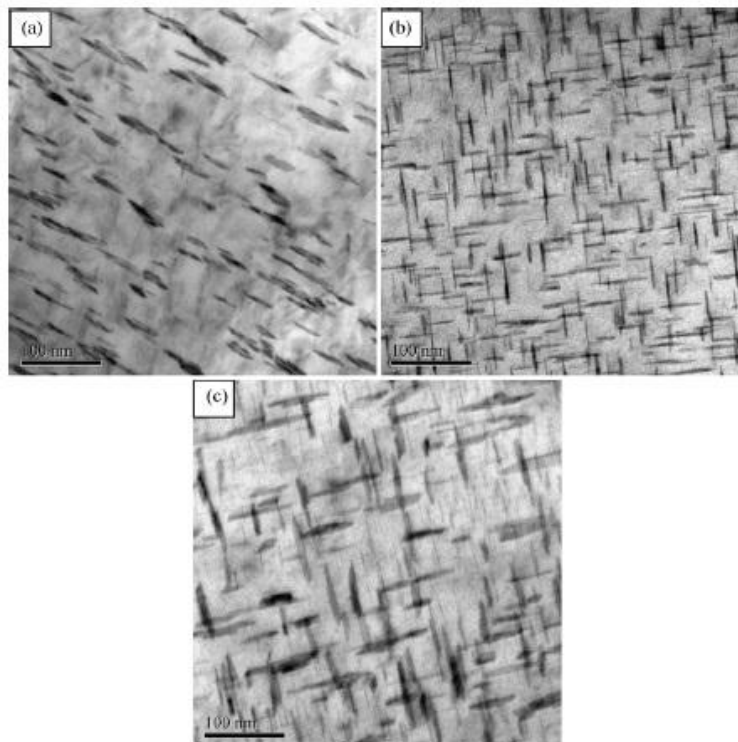
A análise dos dados encontrados na literatura indica que a adição de Ce é benéfica para as ligas de alumínio termicamente tratáveis e que quando em conjunto com o Zr gera maior estabilidade, refino a liga e pode propiciar um aumento de até 30% nas propriedades mecânicas (Orlando, et al., 2018; Mahmoud, et al., 2018; Lin, et al., 2014). É importante ressaltar que há uma proporção para adição desses elementos, pois em grande quantidade podem ter efeito deletério.

Figura 5 Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura demonstrando o refino de grão para diferentes concentrações (a) 2519^a-0,0Ce+0,20Zr, (b) 2519A-0.2Ce+0,20Zr, (c) 2519A-0.4Ce+0,20Zr. Em (c) é observado o maior refino microestrutural.



Fonte: Adaptada WANG et al.,2010.

Figura 6 Imagens obtidas em MET apresentando a variação dos precipitados θ' formados no maior pico de dureza do envelhecimento para (a) 0,0%Ce, (b) 0,2%Ce e (c) 0,4%Ce.



Fonte: Adaptada WANG et al.,2010.

2.4. Propriedades gerais da liga AA 355.0

A liga AA 355 faz parte da família de alumínio fundidos da série 3xx.x e tem como elementos de liga majoritários o Si, Cu e Mg. Ela pode apresentar duas faixas de composição, uma para a liga 355.0 e outra para a liga C355. Essa variação ocorre em função a C355 ter a composição mais controlada quanto ao teor de impurezas- as faixas de composição são apresentadas na Tabela 03. O excesso de Fe, por exemplo, faz a ductilidade cair; o de Ni baixa a resistência à corrosão; o de Ti reduz as propriedades mecânicas (ASM Metals Handbook v2, 1990; ASM, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy,1984).

Tabela 3 Faixas de composição admitidas para as ligas AA355.0 e C355.0. Porcentagem dos elementos em peso.

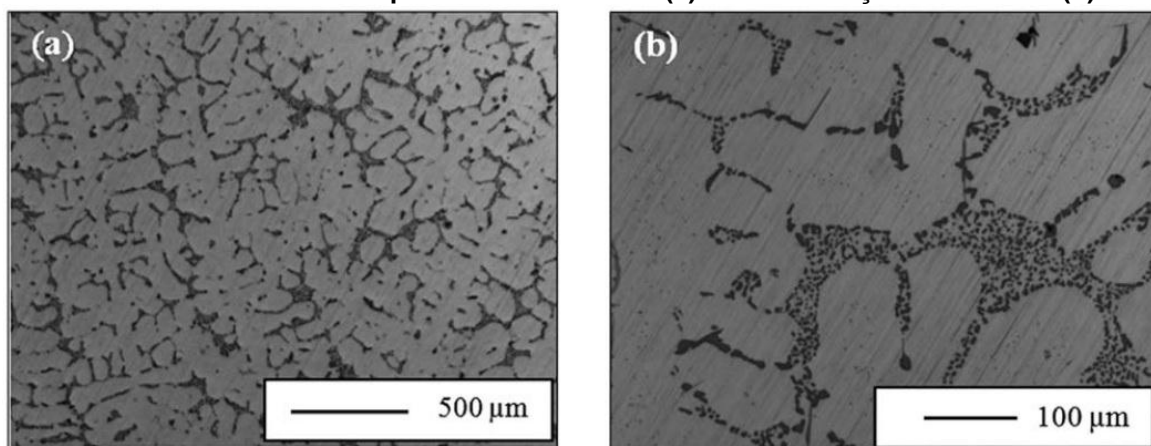
		Porcentagem em massa (%)								
	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Cr	Zn	Ti	outros	Al
AA355.0	4,5 -	1,0 -	0,4 -	0,6	0,5	0,25	0,35	0,25	0,15	Bal.
	5,5	1,5	0,6	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	
C355.0	4,5 -	1,0 -	0,4 -	0,2	0,1	0,25	0,15	0,20	0,15	Bal.
	5,5	1,5	0,6	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	

Fonte: ASM Metals Handbook v2, 1990.

A liga AA 355 é muito utilizada pela indústria automotiva, aeronáutica e em casos onde é necessária boa soldabilidade, resistência ao desgaste ou em aplicações que exijam resistência mecânica e dureza em temperaturas de até 175°C (ASM Metals Handbook v2, 1990; Ceschini, et al.,2015,2016; Baradarani,2011; Sieniawski,2011). Para atender a demanda de suas aplicações, além de respeitar a faixa de composição é preciso analisar sua microestrutura e seus parâmetros de tratamento térmico.

A Figura 07 representa a microestrutura da liga C355 bruta de fusão, que é composta por dendritas de alumínio primário, fase α , e grande quantidade de fases intermetálicas que variam em tamanho, distribuição e morfologia. Porém, em grande parte dos intermetálicos o que se vê é o eutético Al-Si, que no caso da Figura 07 está com sua estrutura modificada pela adição de Sr e refinada pelo Ti-B (Ceschini, et al., 2015, 2016; Mrówka-Nowotnik, Sieniawski,2011).

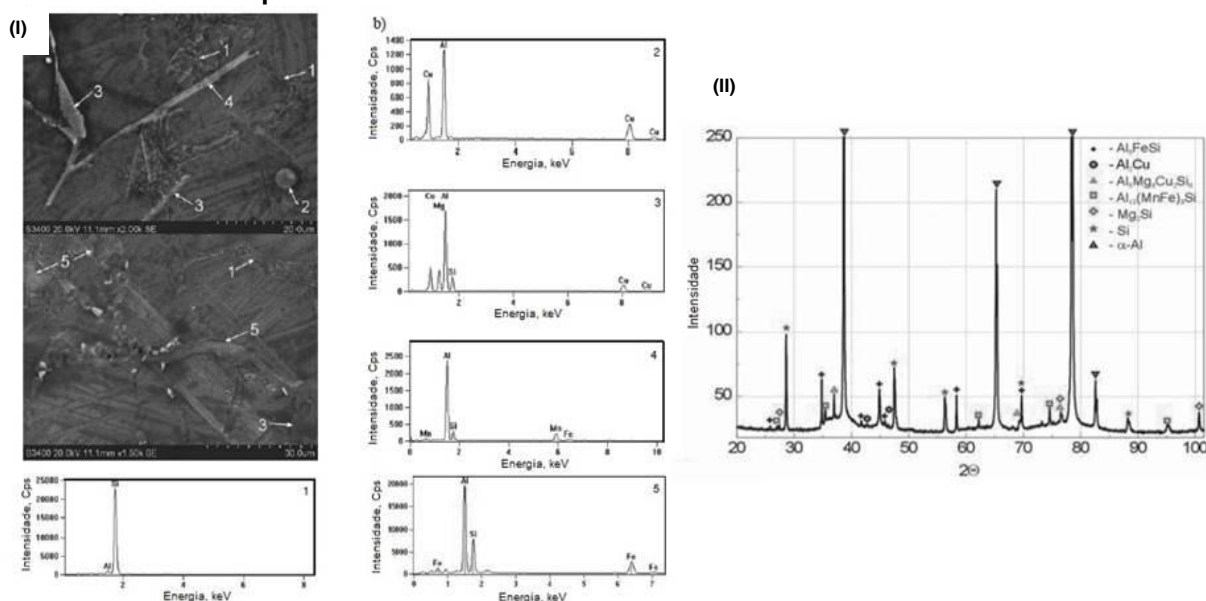
Figura 7 Micrografia em microscópio ótico da liga C355, é possível perceber a presença de uma microestrutura tipicamente dendrítica (a) e a modificação do eutético (b).



Fonte: Ceschini, et al.,2014.

Em seu trabalho Mrówka-Nowotnik, Sieniawski, 2011, identificaram os intermetálicos presentes através das técnicas de MEV e DRX, Figura 08, e encontraram as seguintes composições: Si, Al_5FeSi , $\alpha-AlMnFeSi$, Al_2Cu e $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$. Com os dados da composição das fases, eles ainda fizeram um estudo sobre a temperatura de precipitação dos intermetálicos durante o resfriamento da liga, Tabela 04. O conhecimento dessas temperaturas é importante para os tratamentos térmicos que a liga venha a ser submetida.

Figura 8 Análise via MEV (I), da liga C355 bruta de fusão com os respectivos espectros de dispersão de energia dos pontos indicados pelas setas, à direita (II) análise de DRX com as respectivas fases encontradas.



Fonte: Adaptado de Mrówka-Nowotnik, Sieniawski,2011.

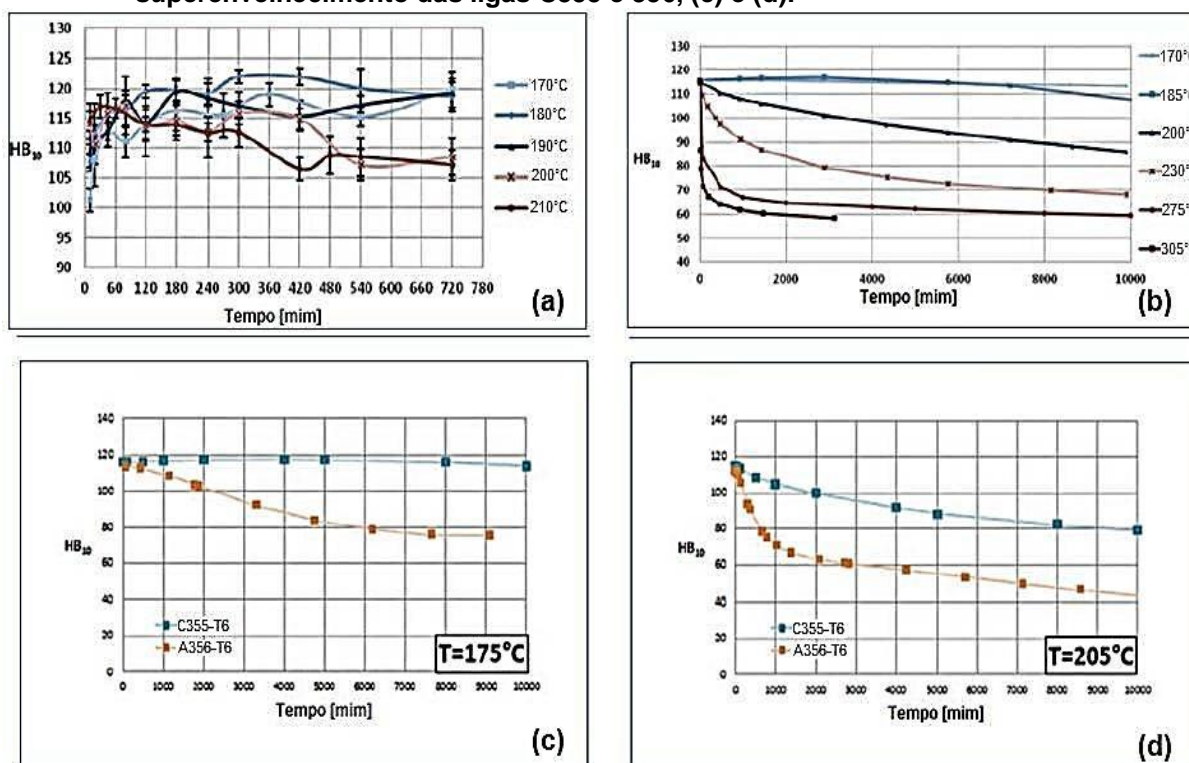
Tabela 4 Temperatura de precipitação das fases encontradas no resfriamento da liga C355.

Reações	Temperatura, °C
$L \rightarrow (Al)$ dendrite network	610
$L \rightarrow (Al) + Si + Al_5FeSi$	564
$L \rightarrow (Al) + Si + AlMnFeSi$	532
$L \rightarrow (Al) + Al_2Cu + Al_5FeSi$	510
$L \rightarrow (Al) + Al_2Cu + Si + Al_5Cu_2Mg_8Si_6$	499

Fonte: Adaptado de Mrówka-Nowotnik, Sieniawski, 2011.

Partindo da amostra bruta de fusão, foram realizados os tratamentos térmicos para aumentar a resistência mecânica da liga. De acordo com o ASM, Metals Handbook v2 de 1990, a liga AA 355 pode ser solubilizada na faixa de temperatura de 520-530°C por 8 horas e envelhecida artificialmente (T6) entre 170-175°C por um período de 14 a 18 horas, as sugestões de tratamento visam alcançar as propriedades tabeladas pelo livro. Ceschini, et al., 2014, trataram termicamente a liga C355 utilizando como parâmetro de solubilização 490°C por 2,5 horas + 520°C por 13 horas, essas temperaturas e tempos compõem uma solubilização por patamar que tem a intenção de eliminar a ocorrência da fusão incipiente dos intermetálicos, e envelheceram artificialmente a liga em temperaturas entre 170°C e 210°C.

Figura 9 Curvas de envelhecimento da liga C355, (a) e (b), e curva comparativa de dureza no superenvelhecimento das ligas C355 e 356, (c) e (d).



Fonte: Adaptado de Ceschini, et al., 2014.

As curvas de envelhecimento encontradas pelo estudo, Figura 09(a) e (b), sugerem que na temperatura de 180°C a liga alcança seu maior valor de dureza. Os autores ainda compararam as ligas C355 e A356 na condição de superenvelhecimento, Figura 09(c) e (d), e relataram que a liga C355 possui maior estabilidade térmica. Microestruturalmente o envelhecimento artificial provoca a diminuição dos intermetálicos e aparente homogeneização, entretanto não há dissolução completa de fases, principalmente, quando o Fe faz parte da composição, pois a temperatura de fusão dos compostos formados é muito alta para ser atingida na etapa de solubilização (Handbook, ASM v3, 1992; Ceschini, et al., 2014).

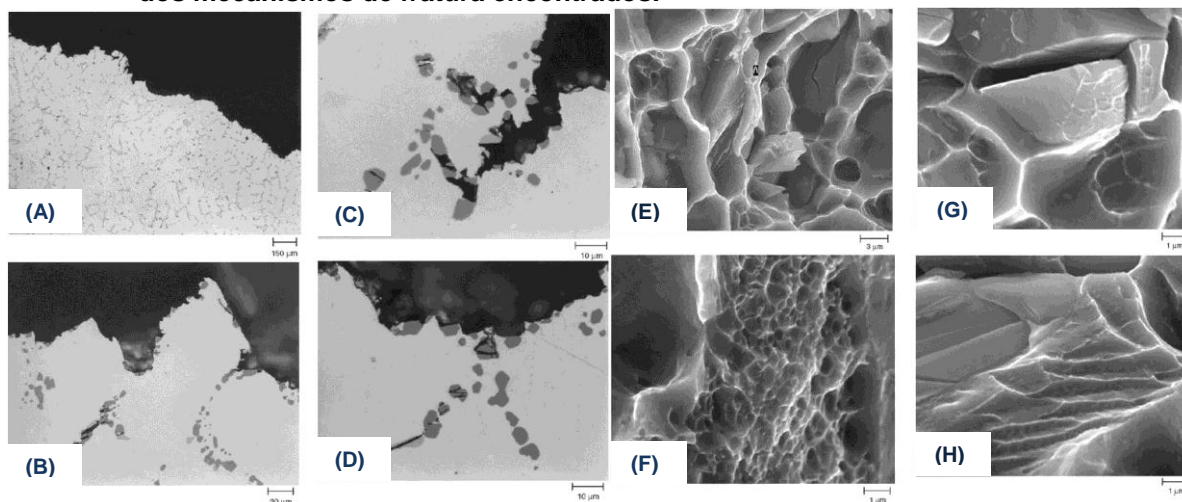
O próximo passo para análise das características da liga é o ensaio de tração, que geralmente é realizado em, pelo menos, duas temperaturas: a temperatura ambiente e a temperatura próxima ou superior a que se deseja que o componente trabalhe. Os ensaios foram realizados na liga envelhecida artificialmente, T6, no tempo e temperatura que a maior dureza foi alcançada e os típicos valores de resistência alcançados a 25°C são 290 MPa para resistência a tração, 185 MPa de limite de escoamento e 4% de alongamento após a fratura. Já se o ensaio for feito a 205°C os valores são 130 MPa de resistência a tração, 90 MPa para o limite de escoamento e alongamento após a fratura de 20%(ASM Metals Handbook v2, 1990).

Embora seja importante ter os valores do ensaio de tração, o entendimento dos micromecanismos de falha também é de grande interesse. As análises da superfície e do perfil da fratura informam de que maneira os intermetálicos e a microestrutura da liga se comportam com o carregamento.

Em seu livro WARMUZEK, 2014, traz micrografias da liga 355T6 após teste de tração estático. A Figura 10 (A) a (D) apresentam o perfil de fratura da liga, em (A) a linha principal de fratura reflete a morfologia dendrítica. Em (B) o perfil de fratura é formado pelos planos de clivagem das partículas de Si e pelas zonas plasticamente deformadas da matriz e ainda é possível perceber, assim como em (C) e (D), que existem trincas secundárias formadas nas regiões onde se encontram os intermetálicos. Já a superfície de fratura é representada na Figura 10 em (E), (F), (G) e (H) através de imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, em (E) é apresentada uma fratura de morfologia celular onde a deformação plástica do α -Al em solução sólida se formou em torno dos precipitados de silício. Os *dimples* são

resultado da deformação local do α -Al. A morfologia da região de cisalhamento citada em (B) é apresentada em (F) onde partículas dispersas de intermetálicos são vistos no interior dos *dimples*. (WARMUZEK, 2014)

Figura 10 Metalografias do perfil de fratura da liga 355, Figuras (A) a (D), e a superfície de fratura analisada em MEV de (E) a (H). Os perfis de fratura apresentam as características da linha de fratura, enquanto a análise em MEV da melhor definição dos mecanismos de fratura encontrados.



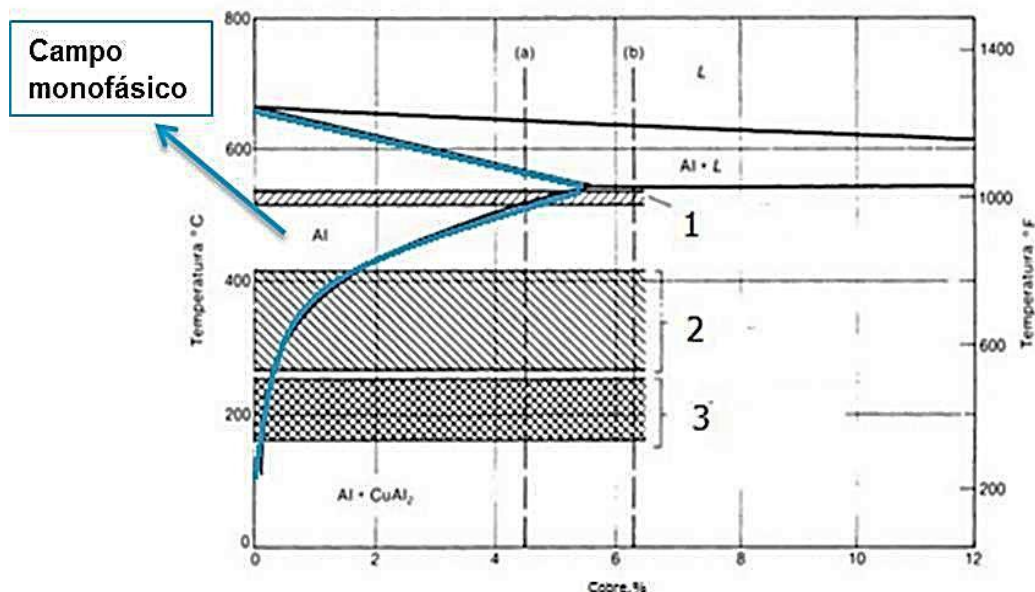
Fonte: WARMUZEK, 2004, pag 40-48.

2.5. Tratamentos térmicos

2.5.1. Solubilização

A solubilização é o primeiro passo do tratamento térmico de envelhecimento das ligas. O processo consiste em elevar a temperatura do material atingindo o campo monofásico do diagrama de fases, na Figura 11 o campo monofásico compreende a área à esquerda indicada pela seta. Ao atingir a temperatura do campo monofásico os elementos de liga tendem a ficar em solução sólida, e ao mesmo tempo o aumento da temperatura facilita a difusão. (Totten e Mackenzie, 2003; Kaufman e Roy, 2004; ASM Metals Handbook v2, 1990; BROOKS, 1992)

Figura 11 Diagrama de fases AlCu, em corte para mostrar o campo monofásico e as temperaturas de tratamento térmico. Faixas de temperatura de (1) solubilização, (2) recozimento e (3) envelhecimento artificial.



Fonte: Adaptado ASM Metals Handbook v4,1991.

O diagrama Al-Cu é utilizado para representar o processo, mas os precipitados CuAl_2 não são os únicos responsáveis pelo endurecimento nas ligas de alumínio. Para ligas Al-Si, série 3xx.x, a formação de Mg_2Si tem o mesmo efeito dos precipitados Al-Cu, sendo eles os responsáveis pela efetividade do tratamento térmico das ligas. (Ouellet, Samuel, 1999; Totten e Mackenzie, 2003; Kaufman e Roy, 2004)

Quanto aos parâmetros, as ligas comerciais têm suas temperaturas de solubilização estabelecidas na literatura, pois suas características foram anteriormente estudadas (ASM Metals Handbook v2, 1990; ASM, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, 1984).

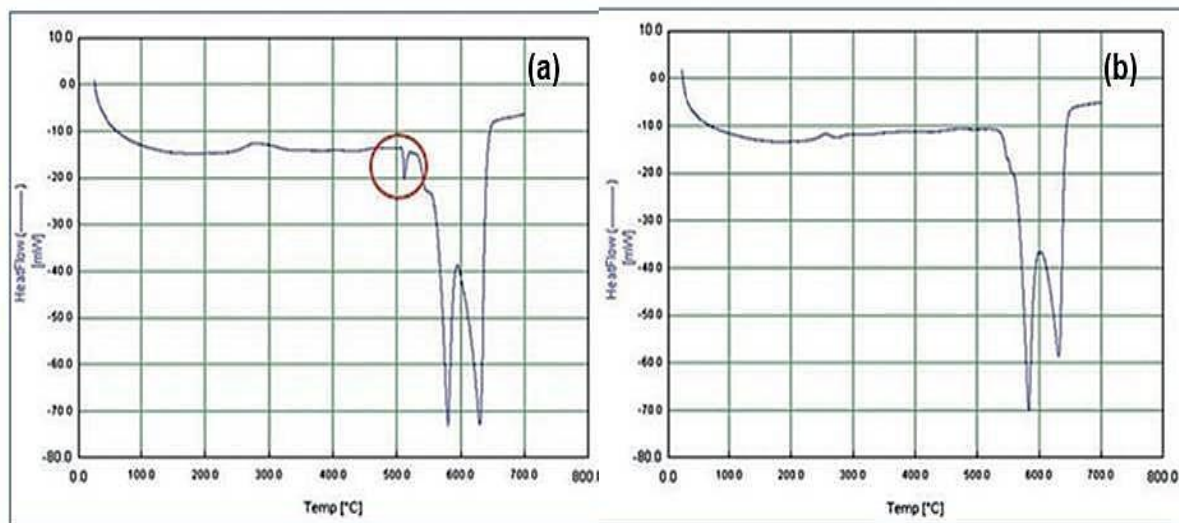
Além do mencionado, é importante lembrar que a solubilização no material fundido difere do forjado, na medida em que o processo de forjamento provoca a quebra das estruturas dendríticas e o aumento da temperatura. Desse modo, quando um componente forjado passa pelo processo de solubilização há uma maior facilidade em promover a difusão dos elementos de liga do que em um material bruto de fusão (ASM Metals Handbook v2, 1990; ASM, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, 1984). A diferença não se traduz só em tempo de tratamento ou microestrutura, mas também na escolha do uso de etapas que se diferem para cada processo de fabricação (SAMUEL, 1998; Rometsch, 2014; Wang, 2010).

Normalmente, a solubilização é feita em uma única temperatura; entretanto para as ligas fundidas é interessante o uso de um patamar com temperaturas mais baixas, devido ao fato de que há segregação com baixo ponto de fusão no espaço interdendrítico além de promover uma maior homogeneização da liga (Ceschini, et al.,2014; SAMUEL, 1998; Sokolowski, et al., 1995). Para definir a temperatura a ser usada no primeiro estágio, a técnica de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) fornece suporte, com este ensaio é possível determinar em qual temperatura pode ocorrer os processos de fusão. A técnica fundamenta-se na medição de energia liberada, processos exotérmicos, ou absorvida, processos endotérmicos, em processos físico-químicos que decorrem do aquecimento controlado do material e neste caso tem por objetivo prevenir a ocorrência de fusão incipiente. (Ceschini, et al.,2014; Chen, et al., 2012; Mrówka-Nowotnik e Sieniawski, 2011)

Na busca de um tratamento térmico eficiente, Ceschini et al.(2014,pg 14) utilizaram a técnica de DSC para verificar qual seria o menor ponto de fusão encontrado em suas amostras, da liga fundida de alumínio C355. Pode-se observar na Figura 12 (a) que o ponto de fusão incipiente ocorreu a uma temperatura em torno de 510⁰C, a temperatura encontrada no ensaio é explicada devido à presença de intermetálicos/eutéticos de baixo ponto de fusão. Partindo do resultado obtido, se o tratamento térmico de solubilização fosse realizado na temperatura indicada pela literatura. Segundo o ASM Handbook vol 2,1990, a temperatura de solubilização se encontra entre 520⁰C e 530⁰C para a liga 355.0, ter-se-ia a ocorrência de fusão incipiente na peça. A presença da fusão incipiente, Figura 13, causa uma diminuição das propriedades mecânicas da liga aumentando a fragilidade da liga tornando-a mais suscetível a fratura (SAMUEL, 1998; Sokolowski, et al., 1995).

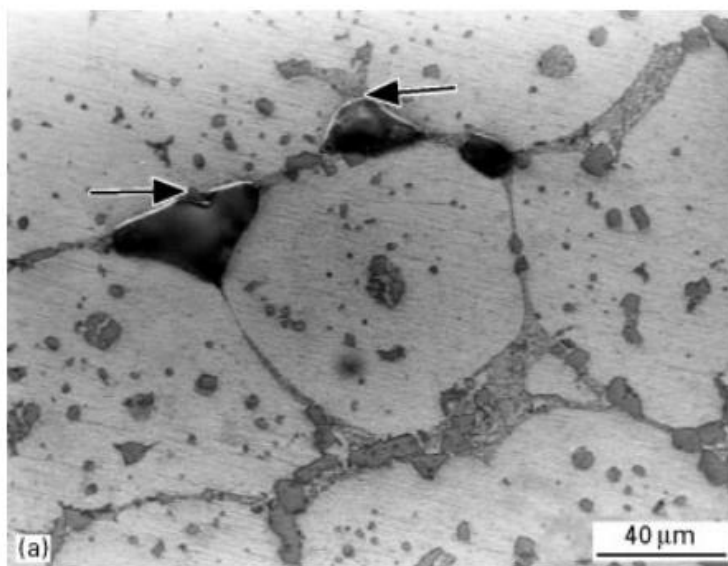
Uma maneira encontrada para driblar essa ocorrência partindo da análise primária– na liga bruta de fusão– de DSC seria fazer o tratamento térmico em etapas, com patamares de temperatura, onde a primeira seria um pouco abaixo da temperatura indicada pelo ensaio. A partir desse conceito, Ceschini et al.,2014 utilizaram a temperatura de 490⁰C por 2 horas para primeira parte do tratamento, voltando a repetir o ensaio de DSC para confirmar que houve uma dissolução eficiente dos elementos podendo assim seguir para a temperatura indicada para a liga como pode ser visto na Figura 12(b). O pico de temperatura encontrado em (a) foi eliminado.

Figura 12 Curvas de DSC obtidas da liga C355, condição como fundida (a) e após tratamento térmico de solubilização 490°C por 2 horas (b).



Fonte: Ceschini, L. et al. , 2014.

Figura 13 Micrografia mostrando a fusão incipiente nos contornos de grão, em precipitados à base de cobre, nos locais indicados pelas setas.



Fonte: Adaptada de Sokolowski et. al., 1995.

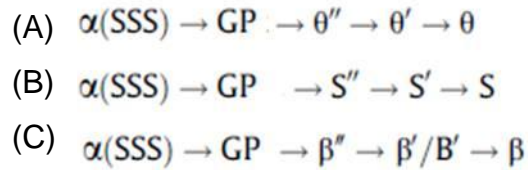
Em síntese, a solubilização de ligas fundidas tem maior sucesso quando ocorre por etapas, com patamares determinados a partir do estudo do comportamento dos intermetálicos (SAMUEL, 1998; Sokolowski et. al. 1995; Alyaldin, et al., 2017)). O maior cuidado que se deve ter é com a fusão incipiente, visto que este é um fenômeno extremamente deletério para as propriedades mecânicas da liga (Sokolowski et. al.,1995; Ceschini, L. et al. , 2014). Quando os parâmetros de solubilização estão ajustados pode-se partir para o envelhecimento.

2.5.2. Envelhecimento artificial

Na segunda parte do tratamento térmico é realizado o envelhecimento artificial, as ligas assim tratadas recebem a sigla T6 para indicar sua condição. O sucesso do envelhecimento está intimamente ligado ao da solubilização, uma vez que o endurecimento provocado ocorre devido à formação de precipitados finos e dispersos na matriz, então quanto mais elementos em solução sólida a liga possuir melhor será sua resposta no envelhecimento (Lee e Chen, 2005; Totten e Mackenzie, 2003; Kaufman e Roy, 2004).

Nas ligas Al-Si-Cu-Mg existem três intermetálicos que são responsáveis pelo endurecimento, Al_2Cu , Mg_2Si e Al_2CuMg . Para formar os intermetálicos de maneira homogênea e dispersa, depois que passa pela etapa de solubilização, o alumínio é expor a temperaturas dentro da faixa 3 do diagrama da Figura 11. Esta faixa temperatura, que está entre $165^{\circ}C$ - $250^{\circ}C$ para o sistema Al-Cu, facilita difusão dos elementos na matriz da estrutura cristalina da liga. (BROOKS, 1982; Garza-Elizondo, et al., 2017; Ceschini, et al., 2015). O movimento dos átomos leva a formação da zona de Guinier-Preston, que é uma organização prévia antes de se tornarem uma estrutura ordenada. Com a continuação do tratamento os elementos seguem em difusão e começam a formar precipitados que vão aumentando de tamanho e também modificando sua interação com a rede cristalina da matriz, passando de coerente para incoerente. Quando o precipitado atinge sua forma incoerente a liga perde propriedades mecânicas, em geral possuem maior volume devido ao coalescimento. O coalescimento também provoca o afastamento dos precipitados tornando mais fácil a movimentação das discordâncias, outro fenômeno associado a perda de resistência mecânica. A sequência do desenvolvimento dos precipitados, que podem ser formados durante o envelhecimento artificial nas ligas Al-Si-Cu-Mg, é apresentada na Figura 14. (Lee e Chen, 2005; Totten e Mackenzie, 2003; Kaufman e Roy, 2004)

Figura 14. Sequência de precipitação ocorrida ao longo do tempo de envelhecimento, em (A) para Al_2Cu , em (B) para Al_2CuMg e em (C) para Mg_2Si .

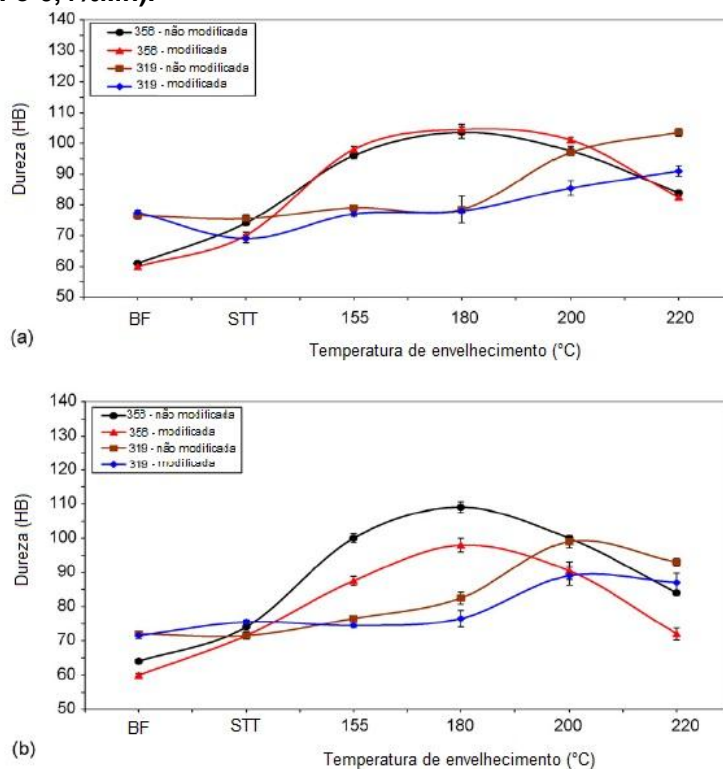


Fonte: Adaptado de Ceschini et al., 2015.

Além do mais, como se trata de um processo termicamente ativado vai haver diferenças nas respostas do ensaio conforme se aumenta a temperatura. Em geral, é construída uma curva de envelhecimento para a liga e os parâmetros coletados são a dureza e o tempo em que ela ficou exposta a temperatura de ensaio. Essas curvas são utilizadas para que se possa escolher o melhor parâmetro de tratamento conforme a dureza que se deseja alcançar e também é possível fazer comparações entre o desempenho de diferentes materiais e de diferentes temperaturas (Elgallad, et al., 2014; Kaufman e Roy, 2004). Tash, et al., 2007, construíram curvas das ligas F356 e 319 para avaliar a dureza das ligas em diferentes temperaturas de envelhecimento e ainda compararam a resposta do ensaio quando havia a presença de diferentes precipitados de Fe, Figura 15, esses resultados pode ser utilizados para escolher os parâmetros e a liga que apresentam melhor valor de dureza.

Como complemento do envelhecimento, é utilizado o ensaio de tração para avaliar a resistência à tração, o limite de escoamento e o alongamento da liga. O conjunto de dados obtidos fornece maior conhecimento sobre o comportamento do material, pois o material é afetado pelo tempo e pela temperatura de tratamento. Outro fator que influencia no material é a presença de descontinuidades oriundas do processo de fabricação, que acabam por diminuir a resistência mecânica do componente (Do Lee, 2013). Avalor, et al., 2002, investigaram as propriedades mecânicas de um corpo de prova obtido com três projetos de alimentação diferentes. O estudo demonstrou que ocorreu uma queda de resistência à tração, limite de escoamento e alongamento conforme a fração de descontinuidades aumenta. Portanto, o envelhecimento depende de cuidados e projetos anteriores para proporcionar ao componente um aumento de propriedades e melhora no desempenho.

Figura 15 Efeito da temperatura de envelhecimento na dureza das ligas F356 e 319 envelhecidas por 4 horas, (a) contendo intermetálicos de β -Fe (1%Fe) e em (b) α -Fe (1%Fe-0,4%Mn).

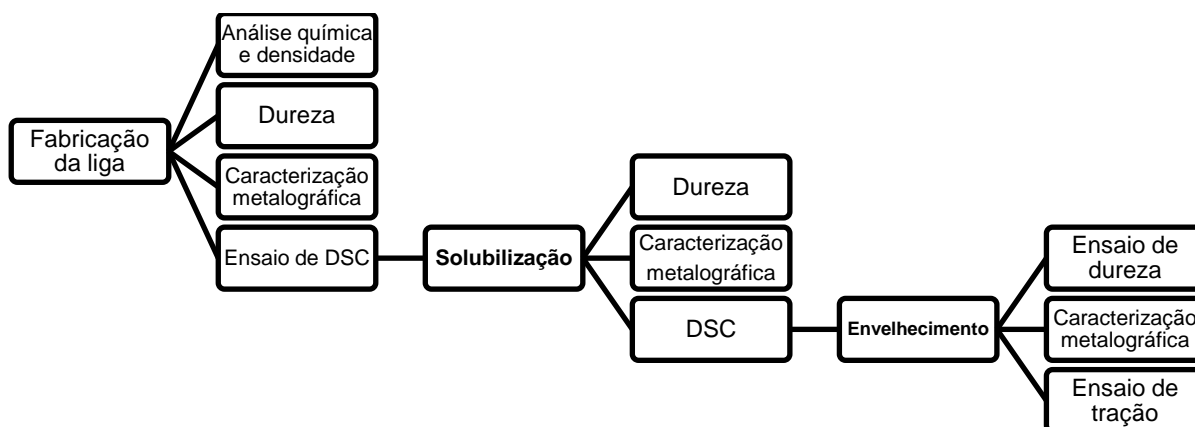


Fonte: Tash, et al., 2007.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia utilizada no trabalho está representada na Figura 16, em forma de fluxograma, que está detalhado nas subseções seguintes.

Figura 16 Fluxograma da metodologia utilizada nos ensaios.



3.1. Materiais

Para a execução deste trabalho, foram utilizadas duas ligas de alumínio fundidas: liga AA355 com composição padrão e a AA355 com adição de 0,3% dos elementos de liga cério e zircônio. Para a liga de composição padrão foi utilizada a sigla 355N e para fazer referência a liga com adição de Ce e Zr será utilizada a sigla 355CZ - as nomenclaturas apresentadas representam as ligas no estado bruto de fusão.

A proporção dos elementos Ce e Zr adicionada a liga foi escolhida com base em estudos que, primeiramente, demonstraram o benefício em termos de propriedades mecânicas para a adição de 0,3% de Ce e em outros casos a adição combinada com o Zr na razão Ce/Zr = 1 provou ser mais adequada do que o uso de razões menores (Chaubey et al., 2009; Wang et al., 2010; Govindaraju et al., 2010; Xiao, et al., 2003;). Para a adição de Ce foi utilizado o Mischmetal que tem em sua composição 67% do elemento Cério, 25% de Lantânio e o restante de outros elementos das terras raras; já para a adição de Zr foi utilizada uma liga AlZr10%.

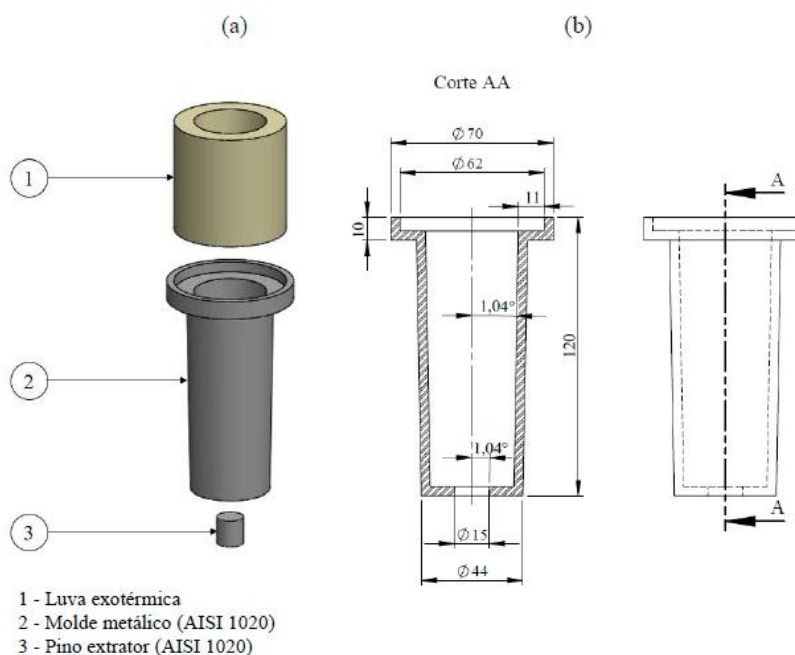
Segundo ASM Handbook v2(1990), o intervalo de fusão da liga padrão AA355 ocorre entre 550-620°C, ele também indica uma faixa de composição química que a liga deve obedecer, Tabela 03. Porém, os padrões estabelecidos não levam em conta a adição de novos elementos de liga; logo, esses dados serão utilizados em conjunto com dados de pesquisas atuais para embasar a escolha dos parâmetros deste trabalho.

Para a liga 355CZ a temperatura de banho/vazamento foi superior à temperatura sugerida pela literatura e utilizada na 355N. Usualmente, o alumínio é vazado a uma temperatura entre 700-720 °C, porém a adição de zircônio exige que a temperatura de vazamento seja elevada próximo a 800 °C, caso não ocorra essa elevação o zircônio ficará depositado no fundo do cadinho e não se sucederá a dissolução na liga e incorporação do Zr (Kasprzak; et al. 2014; Baradarani; et al. 2011). As ligas foram fundidas em forno resistivo com cadinho de grafite, que possuía capacidade de 7kg, e atmosfera não controlada. A temperatura indicada pelo forno foi aferida com um termopar do tipo K inserido no banho manualmente.

Após o banho ter atingido a temperatura, foi feita a de gaseificação com gás inerte e foi medida a densidade da liga. A densidade da liga foi medida utilizando o princípio de Arquimedes. E o vazamento da liga foi feito em molde permanente de

metal, Figura 17, preparado com tinta refratária e preaquecido com um maçarico. Durante o vazamento, duas amostras de cada corrida foram retiradas para análise química, uma do meio e uma do fim, para assegurar a igualdade das proporções dos elementos de liga.

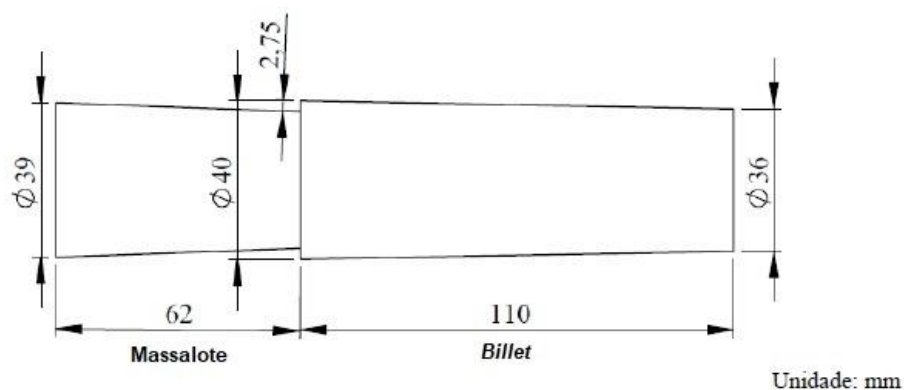
Figura 17 Desenho esquemático do molde permanente utilizado na preparação dos *billets*.



Fonte: Bevilaqua, 2016.

Cada corrida é composta por treze *billets*, a Figura 18 apresenta as dimensões dos *billets* obtidos com o vazamento do metal no molde, sendo atribuído ao *billet* 6 a posição do meio e ao 13 a posição final.

Figura 18 Desenho esquemático com as dimensões do *billet* obtido para os ensaios.



Fonte: Bevilaqua, 2016.

Além do informado, é importante destacar que para a liga 355N foi realizada

apenas uma corrida.

Depois de feitas as análises iniciais para a obtenção do material de trabalho, foram realizadas a análise metalográfica e a microscopia eletrônica de varredura, MEV, com o intuito de caracterizar o ponto de partida das ligas. Também foi realizada a análise química das corridas para conferência de composição química. A análise química foi feita por espectrometria de massa no espectrômetro de marca Spectromax.

Por fim, foi realizado o ensaio de dureza Brinell nas ligas brutas de fusão, com a carga 62,5kgf e uma esfera de tungstênio com diâmetro de 2,5mm, o procedimento está descrito na seção 3.5.

3.2. Análise térmica diferencial exploratória- DSC

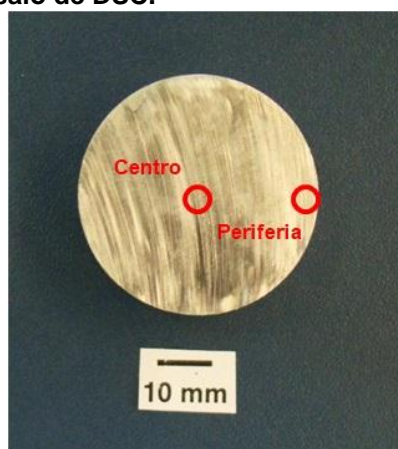
O ensaio de DSC é realizado em ligas fundidas para que se possa verificar em que temperatura pode ocorrer fusão incipiente. A leitura fornecida pelo gráfico indica os picos de transição de fase, que são reações endo ou exotérmicas.

Para a realização do ensaio é necessário que se retire uma amostra da região de análise, com aproximadamente 10 mm de largura e 5 mm de espessura. O tamanho da amostra é determinado pelo cadinho utilizado no equipamento. Após a colocação da amostra no cadinho, o equipamento é programado com os dados da análise, temperatura inicial, final e taxa de aquecimento. A amostra é aquecida a uma taxa conhecida, taxa de aquecimento 10°C/min, e as reações que ocorrem são percebidas de acordo com a energia absorvida ou liberada e são expressas em um gráfico, onde é possível determinar a temperatura na qual ocorre a reação. Esse ensaio é muito utilizado para materiais não metálicos, mas tem grande importância no aperfeiçoamento do tratamento térmico de alumínio fundido.

O ensaio foi realizado no Laboratório de Cerâmicos da UFRGS (LACER) com o equipamento Netzsch Dsc, com atmosfera de N₂/O₂. Para o ensaio foram retiradas duas amostras da liga 355CZ, modificada com cério e zircônio na condição bruta de fusão, uma do centro e outra da periferia da seção transversal do bilhet, Figura 19. A massa de amostra ensaiada para o centro foi de 6,19mg e para a periferia foram 6,90mg. Esse ensaio preliminar intenta caracterizar os fenômenos ocorridos com a liga, portanto após esses dois ensaios foram determinados dois patamares de

solubilização para teste. As amostras submetidas aos patamares de solubilização foram ensaiadas para verificar a efetividade do tratamento em diminuir picos que ocorram em temperaturas mais baixas. No ensaio foi utilizado para o patamar 1 uma amostra com massa total de 5,5mg e para o patamar 2 uma massa de 7,8mg. Não foram realizados ensaios de DSC nas amostras da liga AA 355N, com composição padrão, porque neste trabalho não serão testadas condições diferentes de solubilização para esta liga.

Figura 19 Seção transversal do billet com indicação do centro e periferia, onde foram retiradas as amostras para o ensaio de DSC.



3.3. Solubilização

Para que o tratamento térmico seja aprimorado, é necessário que haja um estudo dos parâmetros envolvidos. Logo, o primeiro parâmetro estudado foi a solubilização, tendo como ponto de referência as temperaturas e tempos utilizadas na indústria e na literatura. No caso industrial específico deste trabalho, é feita uma solubilização com dois patamares intermediários, sendo o primeiro a 412 °C por uma hora seguido de duas horas a 489 °C e só após essas etapas a temperatura final que é de 509 °C por cinco horas. As condições de tratamento utilizadas pela indústria foram reproduzidas em laboratório para fins de comparação entre a liga com composição química habitual, 355N, e a liga modificada, 355CZ.

Para a liga 355CZ, foram testados dois patamares e três temperaturas de solubilização com uma mesma condição de patamar, a Tabela 5 apresenta as condições estudadas. As temperaturas de patamar foram escolhidas após a realização do ensaio de análise térmica diferencial exploratória e foi documentada a

dureza e a análise metalográfica das amostras 355N-S, 355CZ-S1, 355CZ-S2 e 355CZ-S3. Os testes com a 355CZ tem o objetivo de identificar qual a maior temperatura de solubilização que pode ser utilizada sem que haja prejuízos para a microestrutura e propriedades mecânicas de liga. Comumente, é utilizada uma temperatura entre 520-525°C para a solubilização da liga 355N (Ceschini, et al. , 2014;2015).

A solubilização foi feita em forno de resistência elétrica da marca Sanchis, no Laboratório de Metalurgia Física da universidade Federal do Rio Grande do Sul, LAMEF/UFRGS, e a temperatura do forno foi aferida utilizando um termopar tipo K acoplado a um multímetro. O tempo de solubilização começa a ser contabilizado a partir da estabilização da temperatura, seja para o patamar, seja para a temperatura final.

Tabela 5 Parâmetros de solubilização utilizados.

Amostra	Condição de solubilização
Patamar 1	490°C por 2,5h
Patamar 2	412°C por 1h + 490°C por 2h
355N-S	Patamar + 509°C por 5h
355CZ-S1	Patamar + 525°C por 4h
355CZ-S2	Patamar + 530°C por 4h
355CZ-S3	Patamar + 535°C por 4h

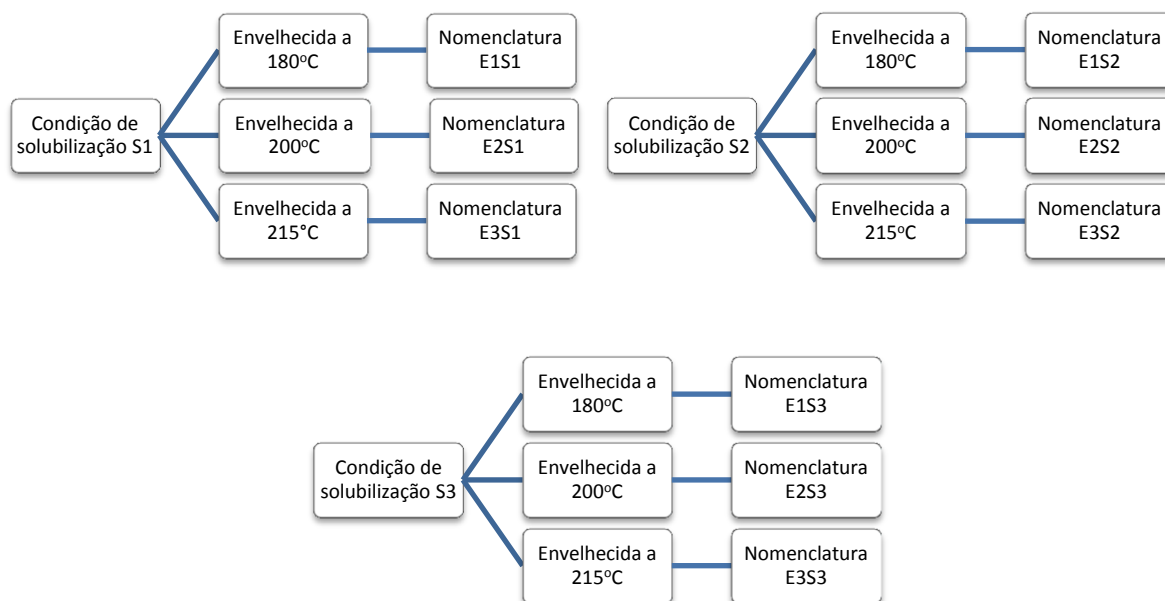
3.4. Envelhecimento

As amostras da liga 355CZ solubilizadas nas condições S1, S2 e S3 foram submetidas a três temperaturas de envelhecimento, a Figura 20 apresenta as condições ensaiadas e as nomenclaturas utilizadas. O envelhecimento foi feito em forno de resistência elétrica da marca Sanchis, localizado no LAMEF/UFRGS, no intervalo de tempo de uma a dez horas. A temperatura do forno foi aferida utilizando um termopar tipo K acoplado a um multímetro. A cada hora uma amostra foi retirada do forno e teve sua dureza Brinell medida. As curvas de envelhecimento foram construídas utilizando o tempo de tratamento e a dureza obtida. As amostras que atingiram o pico de dureza tiveram sua microestrutura documentada.

Já para a liga 355N o envelhecimento foi feito na temperatura de 180°C por oito horas, a nomenclatura utilizada para amostra ao longo dos resultados é amostra

355N-T6. A temperatura de envelhecimento da liga padrão e o tempo de tratamento replicam os tratamentos utilizados no caso específico da aplicação em questão para a liga comercial. Não houve a retirada de amostras durante o tratamento, pois o objetivo é simular as condições de tratamento industriais, para que se possa comparar as propriedades obtidas com a modificação da liga e como estas propriedades se apresentam em relação aos parâmetros usuais.

Figura 20 Temperatura de envelhecimento das condições de solubilização, cada condição contém a nomenclatura utilizada para as amostras referentes.



3.5. Ensaio de dureza

Os ensaios de dureza foram realizados no LAMEF/UFRGS com o equipamento da marca Wolpert. Cada amostra submetida ao ensaio foi identada cinco vezes, os valores compõem a média de dureza de cada amostra. Para o ensaio foi utilizada a carga de 62,5 kgf e uma esfera de carbeto de tungstênio com tamanho de 2,5 mm, determinando um fator de carga, $f = c/D^2$, de 10.

Os ensaios foram realizados em conformidade com a norma ASTM E10 (2012) e os corpos de prova foram preparados para o ensaio com lixamento nas granulometria de lixa de 80 a 220.

3.6. Análise metalográfica

A metalografia foi utilizada para visualização das modificações microestruturais ocorridas na liga como resultado do tratamento térmico e todas as imagens obtidas representam região vista na seção transversal do *billet*. Para a preparação das amostras foi utilizada a sequência de lixas com granulometria de 80 a 1200, a cada troca de lixa o ângulo foi alterado em 90°. Após o lixamento as amostras foram submetidas ao polimento com pasta de diamante nas granulometrias de 4, 1 e 0,5µm.

O ataque químico utilizado foi o reagente Keller que é composto por 95% de água, 2,5% de ác. Nítrico, 1,5% de ác. Clorídrico e 1% de ác. Fluorídrico. Segundo o ASM Handbook v9 (1998, pg 717) este reagente pode ser utilizado para exame de segregação e difusão, sendo assim útil para comparar processos de solubilização e envelhecimento.

3.7. Microscopia eletrônica de varredura- MEV

A análise em MEV foi realizada nas amostras com a preparação descrita na seção 3.6, ou seja, foi realizada nas amostras preparadas para análise metalográfica; logo, as amostras estavam atacadas quimicamente com o reagente Keller. Por outro lado, os corpos de prova do ensaio de tração foram analisados após a limpeza da superfície de fratura com acetona.

Enfim, as análises foram feitas no microscópio eletrônico de varredura da marca Shimadzu modelo SSX-550 Superscan, operando a 30 kV. A análise qualitativa dos intermetálicos presentes na matriz foi realizada pela técnica de Energia Dispersiva de Raio-X (EDS).

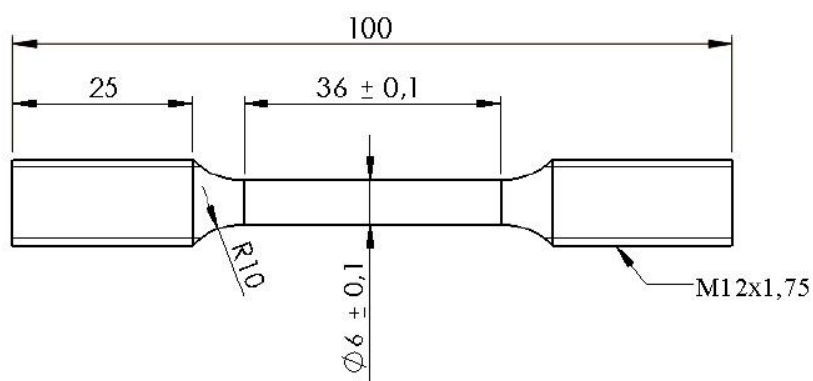
3.8. Ensaio de tração

As propriedades mecânicas obtidas a partir de cada condição ensaiada foram avaliadas pelo ensaio de tração, que foi realizado em duas condições de temperatura. As condições escolhidas foram ensaio a temperatura ambiente e

ensaio a temperatura de 200°C, estas temperaturas foram escolhidas com base na temperatura usual das ligas de alumínio, aproximadamente 180°C, visto que o objetivo é avaliar qual das condições analisadas tem um melhor desempenho tanto na temperatura ambiente como em alta temperatura quando comparada a liga sem modificação. Todos os corpos de prova ensaiados estão na condição de envelhecidos– descrita na seção 3.4– e foram utilizados quatro corpos de prova para cada condição ensaiada.

Os corpos de prova e o ensaio foram feitos com base na norma ASTM E8M (2013) e o ensaio a quente foi realizado de acordo com os procedimentos descritos pela ASTM E 21 (2003). A Figura 21 apresenta a dimensão dos corpos de prova utilizados nos ensaios, optou-se por utilizar rosca M12x1,75 para fixação dos corpos de prova as garras do equipamento. Já a Figura 22, apresenta um desenho esquemático de onde foram retirados os corpos de prova a partir do *billet* fundido.

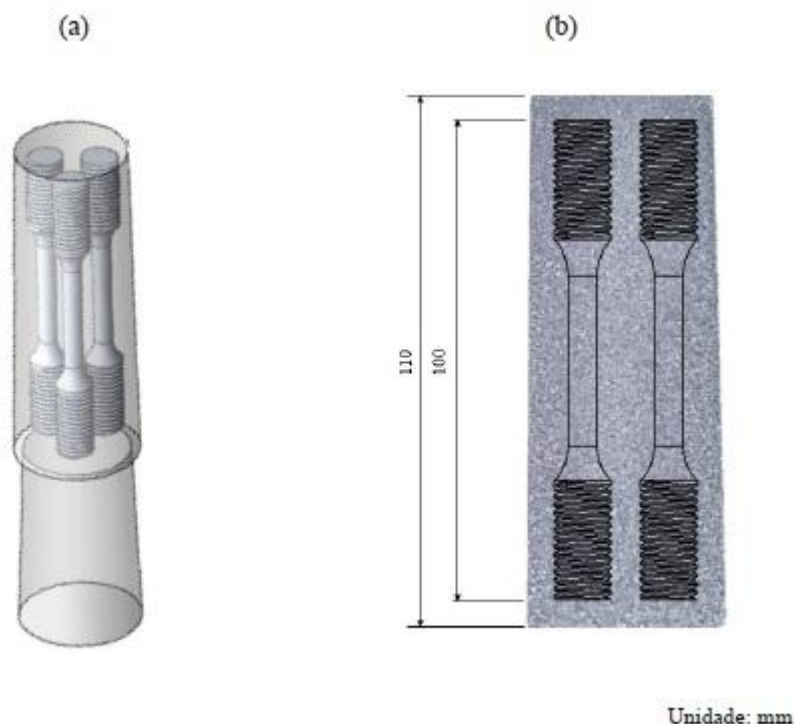
Figura 21 Desenho esquemático das dimensões utilizadas para os corpos de prova de tração.



Unidade: mm

Fonte: Bevilaqua, 2016.

Figura 22 Desenho esquemático do local de retirada dos corpos de prova a partir do billet.



Fonte: Bevilaqua, 2016.

Para os ensaios de tração foi utilizada uma máquina servo-hidráulica MTS 810, com capacidade nominal de 100 kN e velocidade de deslocamento do atuador de $0,005 \text{ mm.s}^{-1}$ durante os testes. As propriedades mecânicas das ligas foram avaliadas através do limite de resistência (MPa) e da tensão de escoamento (MPa). Os dados de força (N) e deslocamento (mm) foram registrados pelo software Test Works. Nos ensaios submetidos à alta temperatura foi utilizado um forno resistivo bipartido acoplado na máquina de ensaio com dimensões internas de 77 mm de diâmetro por 225 de altura, o forno utiliza um sistema de aquecimento resistivo indireto e apresenta potência nominal de 2,3kW. A aferição da temperatura de ensaio foi feita através de um termopar tipo K e o forno foi isolado na parte inferior e superior com fibra cerâmica.

Por conseguinte, dos corpos de prova ensaiados foi escolhido o que apresentou melhor desempenho em cada condição, estes corpos de prova foram inspecionados em lupa, da marca Olympus, e as imagens da superfície de fratura foram adquiridas através de uma câmera Zeiss acoplada no equipamento. Posteriormente, as superfícies de fratura foram analisadas com microscopia eletrônica de varredura seguindo o procedimento descrito na seção 3.7.

4. RESULTADOS

4.1. Caracterização das ligas fabricadas

As ligas fabricadas para o estudo têm suas composições químicas expressas nas Tabelas 07 a 09. Já a tabela 06 apresenta a faixa de composição para a liga AA 355.0 padrão. A Tabela 07 apresenta os resultados da análise química para a liga AA 355.0 sem modificação. Já as Tabelas 08 e 09 apresentam os resultados da análise química dos elementos em porcentagem de peso para as duas corridas da liga 355CZ. Não só foi realizada a análise química, como também foi medida a densidade das ligas em cada corrida, utilizando-se o princípio de Arquimedes, e foram obtidos os valores de $2,65\text{g}.\text{(cm}^3\text{)}^{-1}$ na liga 355N e para a liga 355CZ $2,67\text{g}.\text{(cm}^3\text{)}^{-1}$ e $2,69\text{g}.\text{(cm}^3\text{)}^{-1}$, para as corridas 1 e 2 respectivamente.

Tabela 6 Faixa limite de composição da liga padrão AA 355.0.

Liga	Faixas de composição- Porcentagem em massa (%)								
	Si	Fe	Cu	Mg	Ti	Mn	Cr	Zn	Al
AA 355.0	4,5-5,5	0,6 máx.	1,0-1,5	0,4-0,6	0,25 máx.	0,5 máx.	0,25 máx.	0,35 máx	Bal.

Fonte: ASM Metals Handbook v2, 1990.

Tabela 7 Composição da liga AA355.0, sem modificação, utilizada nos ensaios.

Amostra	Porcentagem em massa (%)						
Corrida 1 – Meio <i>(Billet 6)</i>	Ce	Zr	Si	Fe	Cu	Mg	Zn
	0,001	0,002	5,450	0,159	1,290	0,498	0,00
Corrida 1- Fim <i>(Billet 13)</i>	Ti	B	Ca	Mn	Sr	Cr	Al
	0,072	0,007	0,001	0,005	0,001	0,001	Bal.
Corrida 1- Fim <i>(Billet 13)</i>	Ce	Zr	Si	Fe	Cu	Mg	Ni
	0,001	0,002	5,4500	0,158	1,290	0,494	0,017
Corrida 1- Fim <i>(Billet 13)</i>	Ti	B	Ca	Mn	Sr	Cr	Al
	0,073	0,007	0,001	0,005	0,001	0,001	Bal.

Tabela 8 Resultados da análise química da corrida 1, liga 355CZ.

Amostra	Porcentagem em massa (%)						
Corrida 1 – Meio (<i>Billet 6</i>)	Ce	Zr	Si	Fe	Cu	Mg	Zn
	0,32	0,29	4,43	0,28	1,25	0,40	0,13
Corrida 1- Fim (<i>Billet 13</i>)	Ti	B	Ca	Mn	Sr	Cr	Al
	0,12	0,01	0,001	0,01	0,003	0,03	Bal.
Corrida 2 – Meio (<i>Billet 6</i>)	Ce	Zr	Si	Fe	Cu	Mg	Zn
	0,33	0,26	4,62	0,30	1,30	0,41	0,13
Corrida 2- Fim (<i>Billet 13</i>)	Ti	B	Ca	Mn	Sr	Cr	Al
	0,13	0,01	0,001	0,01	0,003	0,03	Bal.

Tabela 9 Resultados de análise química da corrida 2, liga 355CZ.

Amostra	Porcentagem em massa (%)						
Corrida 2 – Meio (<i>Billet 6</i>)	Ce	Zr	Si	Fe	Cu	Mg	Zn
	0,34	0,29	4,52	0,32	1,18	0,53	0,13
Corrida 2- Fim (<i>Billet 13</i>)	Ti	B	Ca	Mn	Sr	Cr	Al
	0,10	0,0034	0,001	0,01	0,003	0,04	Bal.
Corrida 2 – Meio (<i>Billet 6</i>)	Ce	Zr	Si	Fe	Cu	Mg	Zn
	0,33	0,28	4,54	0,31	1,18	0,54	0,13
Corrida 2- Fim (<i>Billet 13</i>)	Ti	B	Ca	Mn	Sr	Cr	Al
	0,11	0,004	0,001	0,01	0,003	0,04	Bal.

Após a análise química foi feito o ensaio de dureza nas amostras, a Tabela 10 apresenta os valores obtidos a partir da média de cinco pontos. É possível perceber que a dureza da liga 355CZ é superior a da liga 355N indicando que a adição de cério e zircônio proporciona o aumento da dureza na condição bruta de fusão das ligas.

Tabela 10 Tabela com os respectivos valores de dureza Brinell encontrados para as ligas no estado bruto de fusão.

Amostra	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4	Medida 5	Valor médio de Dureza (HBW)
355N	75	77	81	79	79	78
355CZ	85	87	86	84	82	85

Além dos ensaios citados, foi realizada a análise metalográfica das ligas no estado bruto de fusão. A liga 355N, Figura 23, apresenta microestrutura com aspecto dendrítico de $\alpha - Al$ e no espaço interdendrítico estrutura eutética com intermetálicos, que foram identificados via espectroscopia por dispersão de energia, EDS, os resultados encontrados estão expressos na Figura 24. Os espectros de dispersão de energia apresentados indicam que os intermetálicos são compostos, basicamente, por Fe, Mg, Cu e Si. A análise metalográfica das ligas no estado bruto de fusão indica que as microestruturas obtidas, Figura 23 e 24, estão de acordo com o documentado pela literatura (Ceschini, et al.,2015).

Figura 23 Microestrutura da liga 355N na condição bruta de fusão, à esquerda sem ataque (a). Ataque com reagente Keller em (b) e (c).

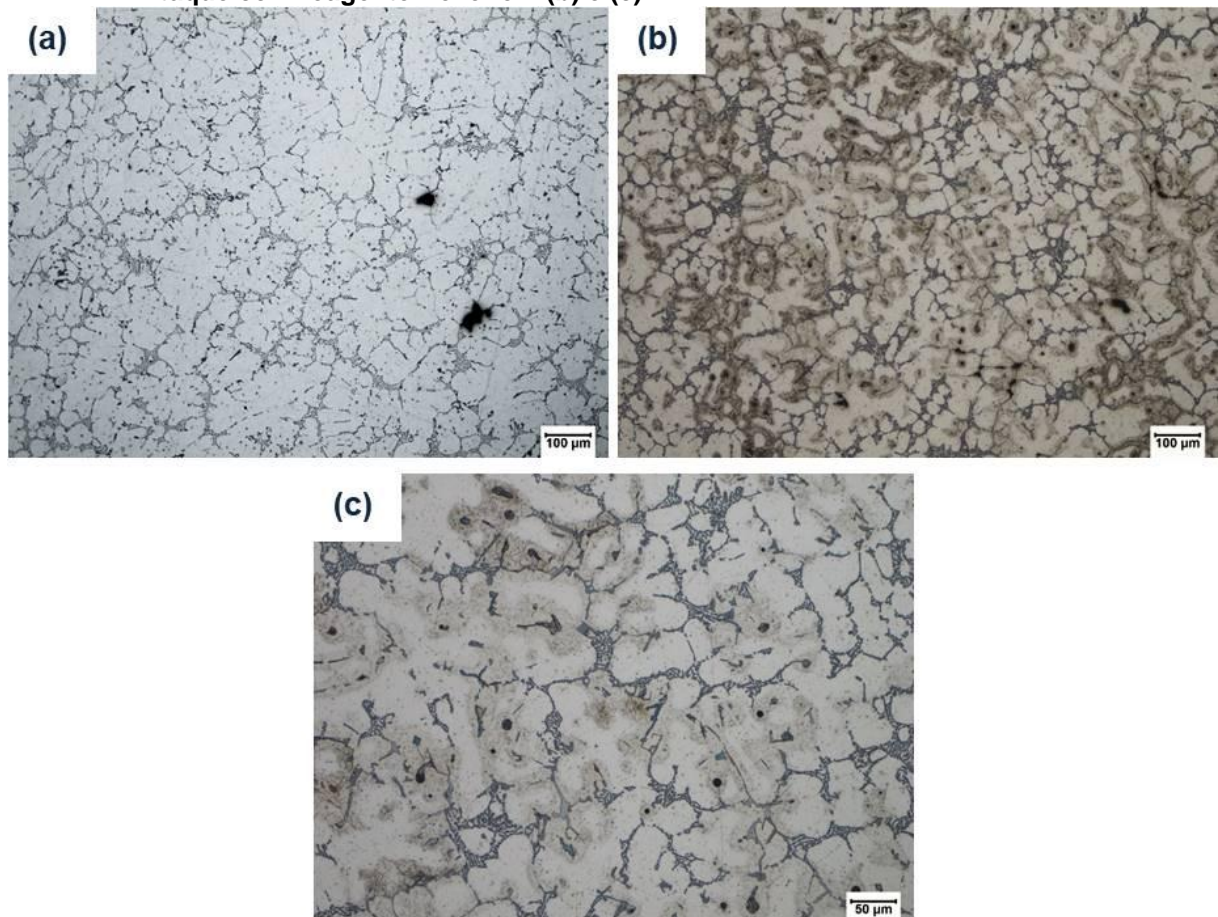
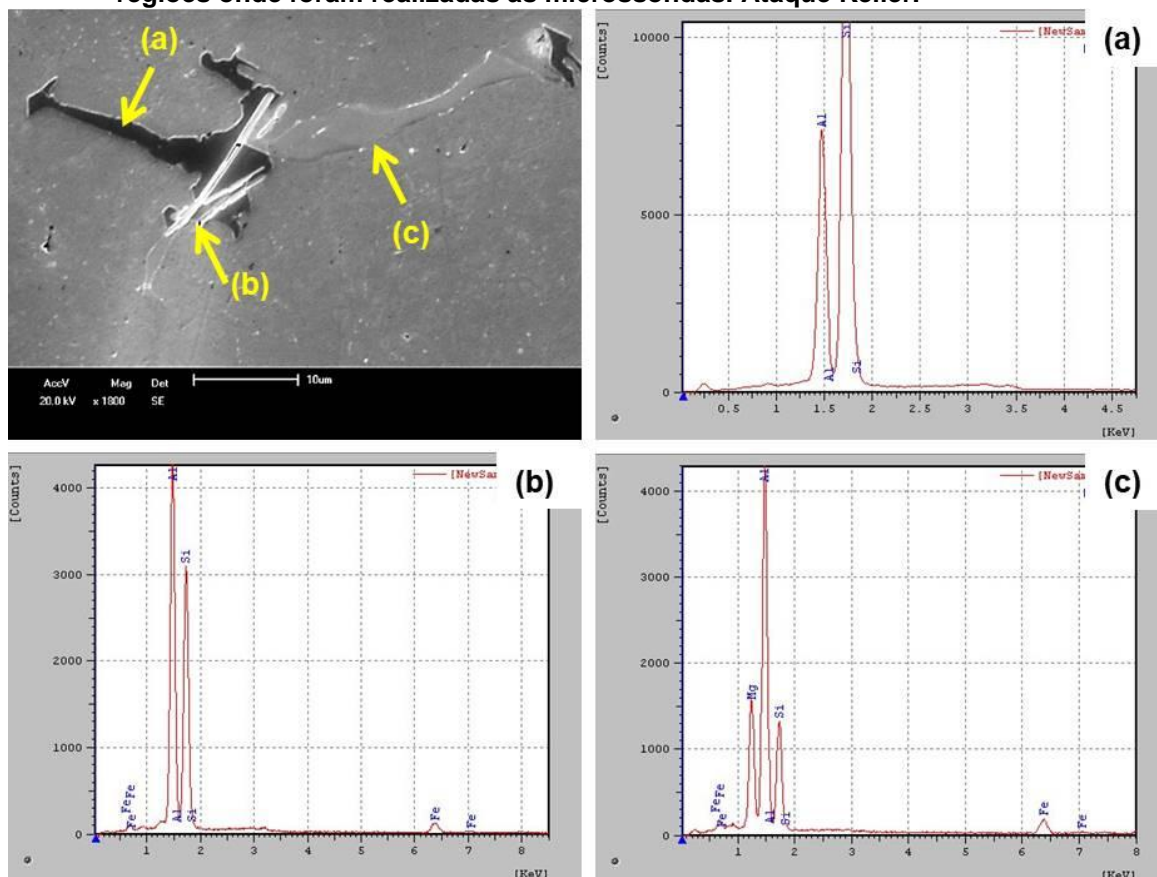


Figura 24 Imagem via MEV da microestrutura obtida para a liga 355N. As setas indicam as regiões onde foram realizadas as microssondas. Ataque Keller.



Saliente-se ainda que as análises da liga 355CZ são representadas pelas Figuras 25 e 26. Na Figura 25 é possível observar uma microestrutura dendrítica visivelmente mais refinada que a da liga anterior, a Figura 25(c) está na mesma magnitude da Figura 23(c) e é possível perceber que tanto as dendritas como o eutético estão mais refinados. Os intermetálicos presentes na liga foram avaliados e os espectros de dispersão de energia apresentados nas figuras 26 e 27 indicam que estes são compostos pelos elementos Al, O, Si, Mg, Cu, Ce, Ca, Zr e La- a presença de lantânio ocorre devido ao uso do mischmetal. De acordo com os resultados obtidos, possivelmente, há a formação de Al-Si-Mg-Cu, Al-Zr, Al-Ce, Al-Cu-Mg. A formação desses precipitados foi documentada por estudos e só pode ser confirmada por difração de Raios-X e por microscopia eletrônica de transmissão (BARADARANI, et al.,2010;XIAO, et al.,2003; HU, et al.,2010).

Figura 25 Microestrutura da liga 355CZ na condição bruta de fusão, à esquerda sem ataque (a) Ataque com reagente Keller em (b) e (c). As imagens apresentam microestrutura dendrítica de α -Al e no espaço interdendrítico estrutura eutética mais intermetálicos.

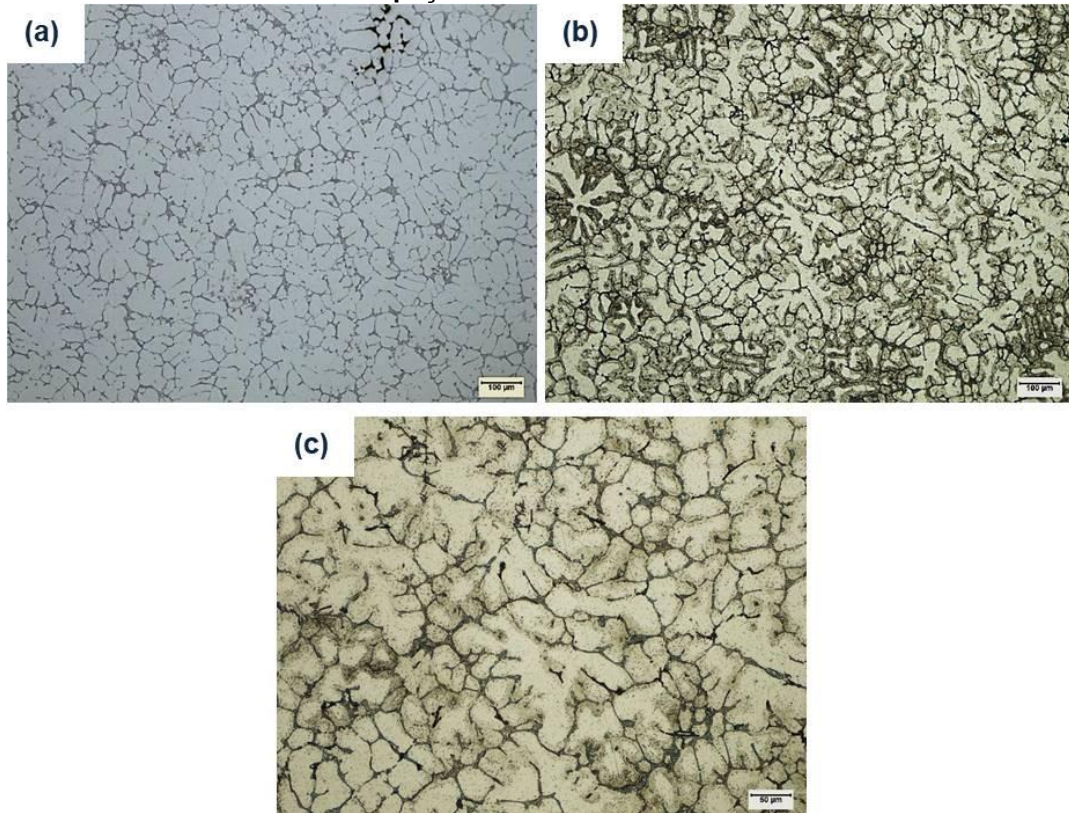


Figura 26 Imagem via MEV da microestrutura obtida para a liga 355CZ. As setas indicam os locais onde foram realizadas as microssondas, à direita o gráfico de dispersão de energia do ponto (A) e abaixo o do ponto (B). Ataque Keller.

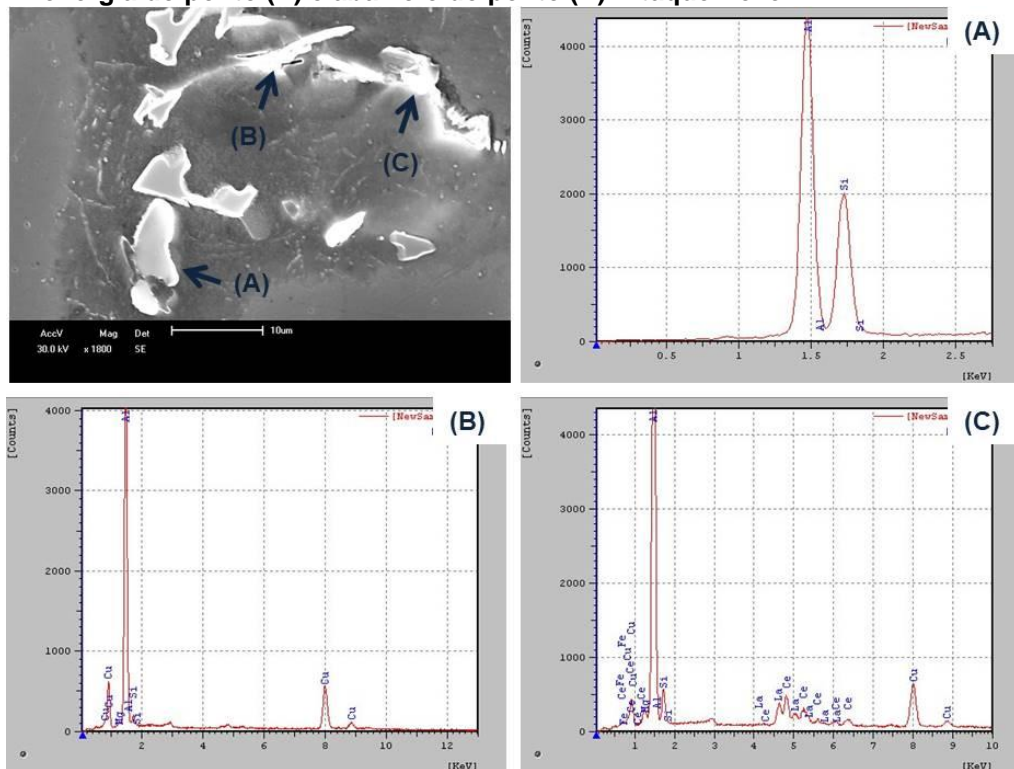
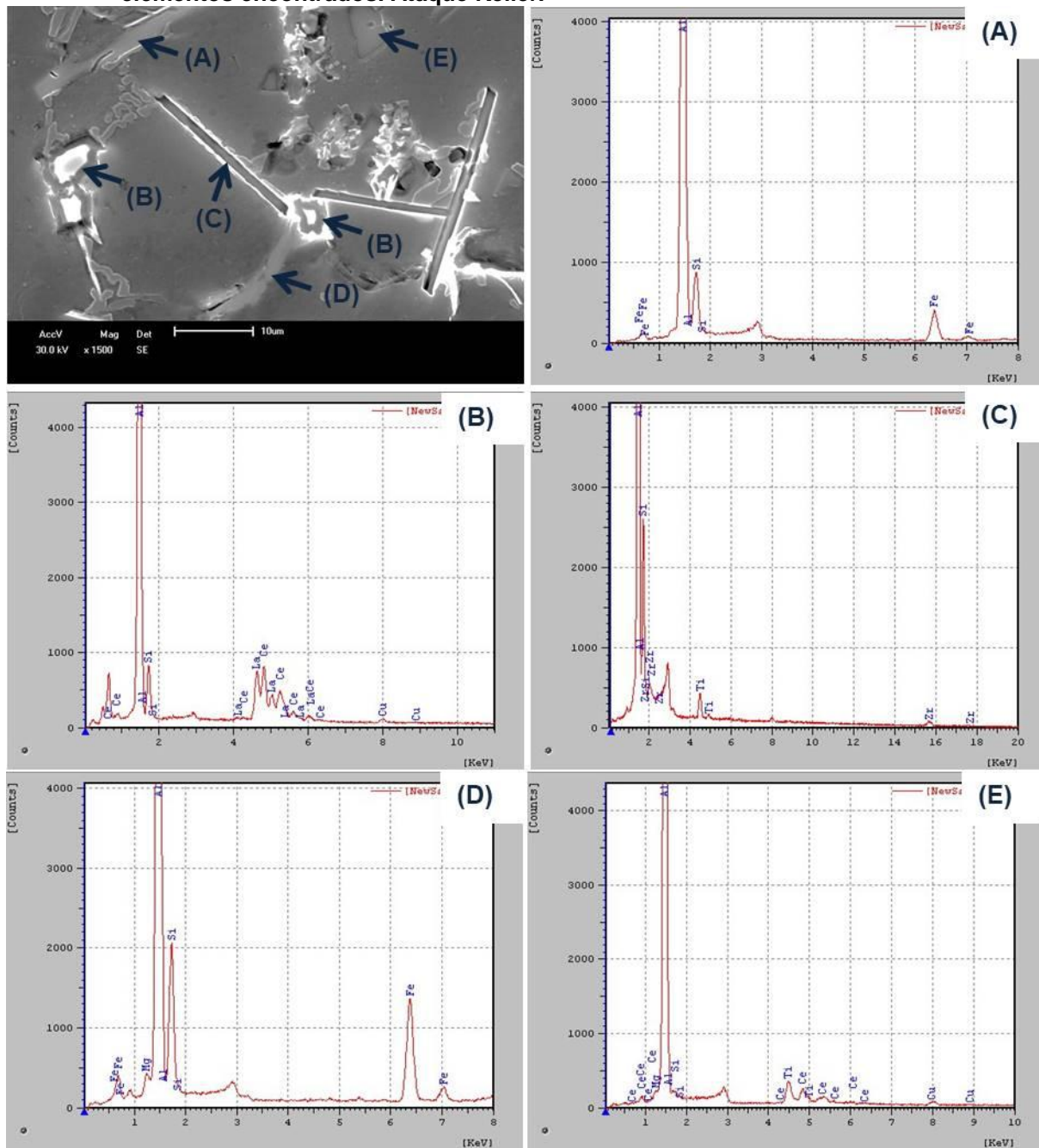


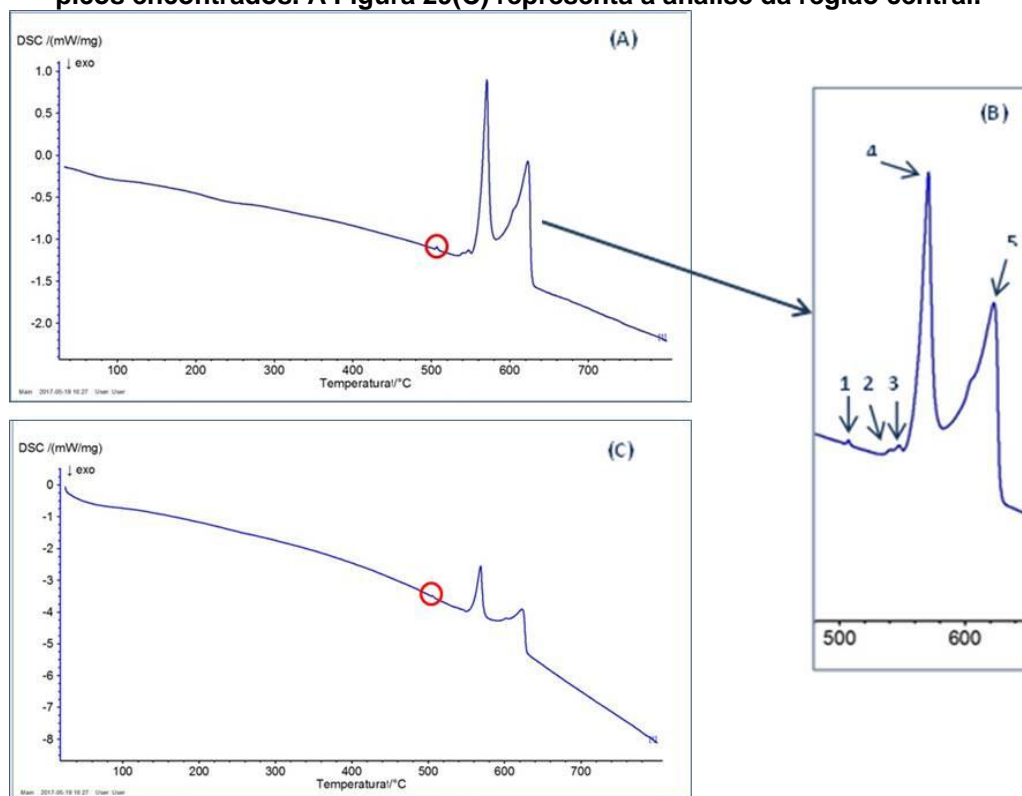
Figura 27 Imagem via MEV da microestrutura obtida para a liga 355CZ. A elipse indica o local onde foi realizada a microsonda, à direita o gráfico de dispersão de energia dos elementos encontrados. Ataque Keller.



4.2. Análise diferencial térmica- DSC

As análises de DSC foram feitas na liga 355CZ, modificada com cério e zircônio, na condição bruta de fusão e foi realizada em duas regiões: o centro e a periferia do *billet*., conforme descrito na seção anterior. A Figura 28 apresenta os gráficos fornecidos pelo ensaio, sendo a Figura 28(A) e (B) o gráfico referente à análise feita na região periférica da seção transversal do *billet* e a Figura 28(C) referente à região central do *billet*. A região demarcada com a elipse indica a temperatura onde pode ocorrer a fusão incipiente.

Figura 28 Gráfico das análises de DSC realizadas na amostra 355CZ bruta de fusão. À esquerda, Figura 29(A), esta representada a análise da região periférica do *billet* e a (B) representa a região dos picos em aumento com a indicação por números dos picos encontrados. A Figura 29(C) representa a análise da região central.



O gráfico da região periférica mostrou maior definição dos picos apresentados, em vista disso a Figura 28(A) foi aumentada em Figura 28(B), para que se pudessem indicar as regiões de interesse. Foram encontrados cinco picos que estão indicados pelas setas com os números 1 a 5, suas temperaturas são apresentadas na Tabela 11.

Tabela 11 Temperatura encontrada nos picos do gráfico do ensaio de DSC da Figura 29(C).

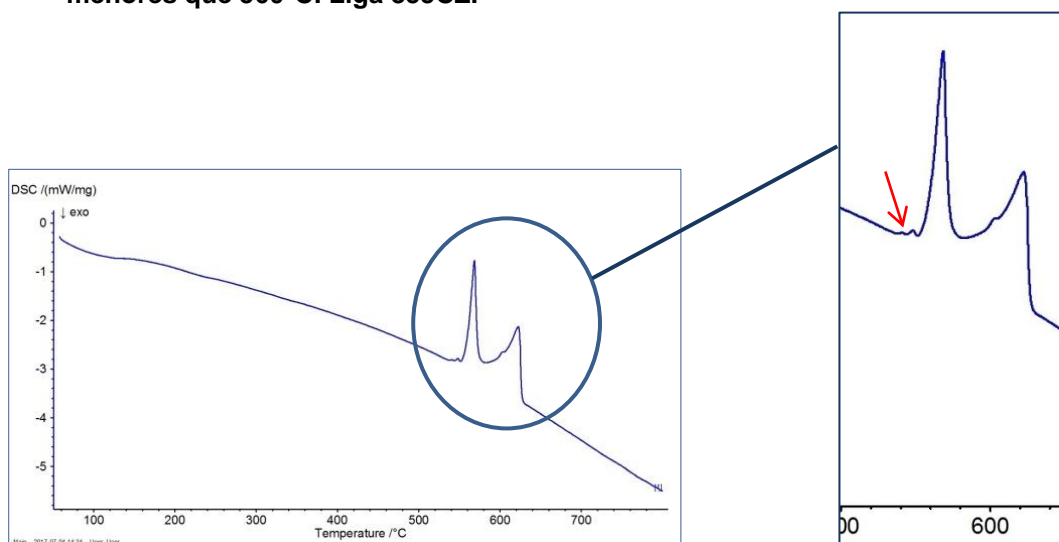
Pico	Temperatura (°C)
1	505
2	538
3	545
4	570
5	623

4.3. Solubilização

Imediatamente após a definição da menor temperatura em que poderia ocorrer um processo de fusão na liga 355CZ, foram determinados os patamares de temperatura de solubilização descritos na subseção 3.3, Tabela 11. O Patamar 1 foi definido por uma solubilização a 490°C por duas horas e meia e o Patamar 2 pela sequência de 412°C por uma hora seguido de duas horas a 490°C.

O resultado dos ensaios indica que para o Patamar 1 ainda há a ocorrência de reações endotérmicas em temperaturas abaixo de 560°C, Figura 29.

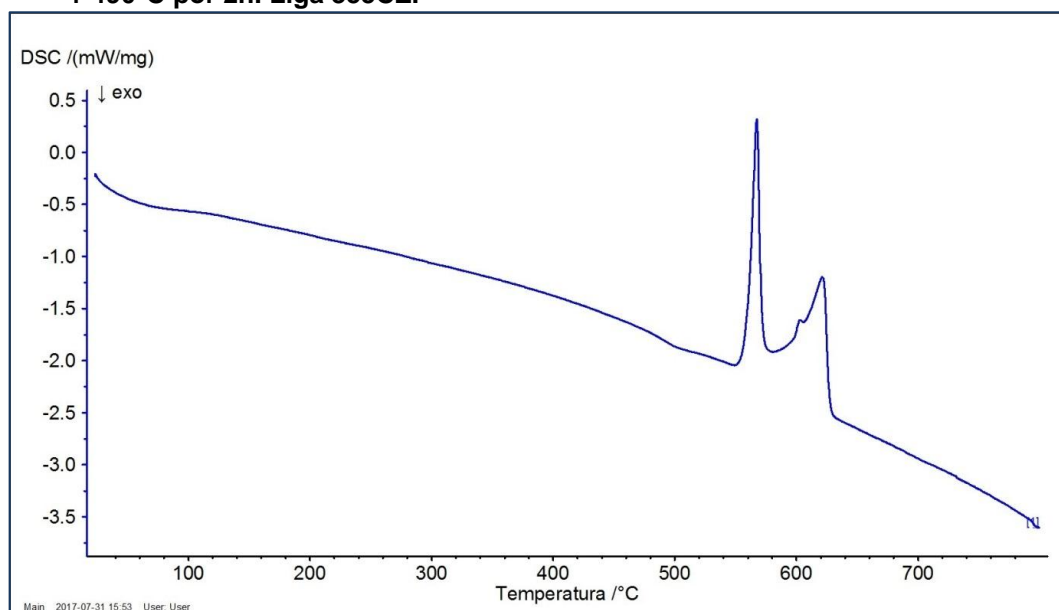
Figura 29 Gráfico obtido na análise de DSC da amostra submetida ao Patamar 1, 490°C por 2,5h. Os picos de reação endotérmica indicados pela seta ocorreram a temperaturas menores que 560°C. Liga 355CZ.



Entretanto o ensaio do patamar 2, Figura 30, apresenta seu primeiro pico na temperatura de 568°C. Os resultados encontrados indicam que o patamar 2, amostra submetida a 412°C por 1h mais 2h a 490°C, foi mais eficiente em termos de dissolução dos elementos, pois não foram verificadas reações em temperatura mais

baixa que a citada.

Figura 30 Gráfico obtido na análise de DSC da amostra submetida ao Patamar 2, 412°C por 1h + 490°C por 2h. Liga 355CZ.



Depois de definida a primeira parte do patamar, as amostras foram submetidas aos ciclos de solubilização, que envolveram quatro temperaturas diferentes para completar o patamar. A liga 355N foi solubilizada utilizando o patamar 2 mais 5 horas a 509°C - amostra 355N-S - e para a liga 355CZ foi utilizado o patamar 2 com o acréscimo de 4 horas a temperatura de 525°C, amostra 355CZ-S1, 4 horas a temperatura de 530°C, amostra 355CZ-S2, e 4 horas a temperatura de 535°C - amostra 355CZ-S3.

4.3.1. Ensaio de dureza das amostras solubilizadas

Foi realizado o ensaio de dureza nas amostras solubilizadas e os valores estão na Tabela 12, entre as amostras da liga 355CZ não há grandes diferenças, mas quando comparadas a da liga 355N-S a diferença é de aproximadamente 10HBW. Também é possível observar na Tabela 12 que houve uma queda sequencial de dureza conforme a temperatura final de solubilização foi elevada.

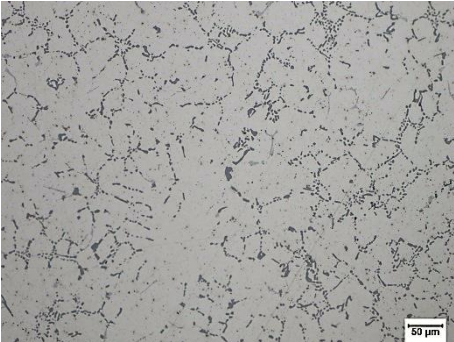

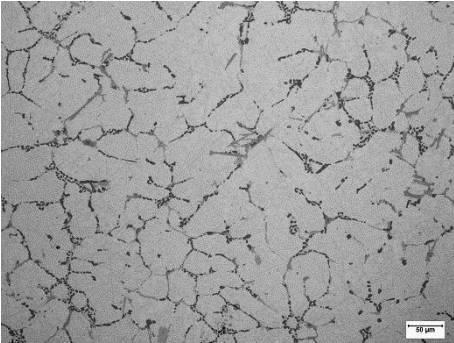

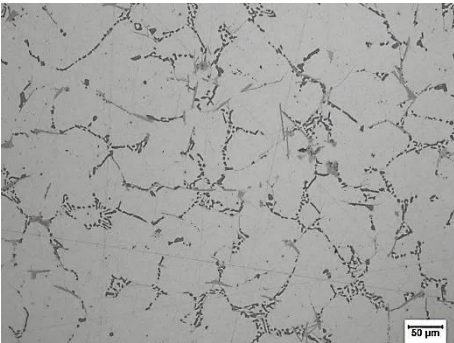


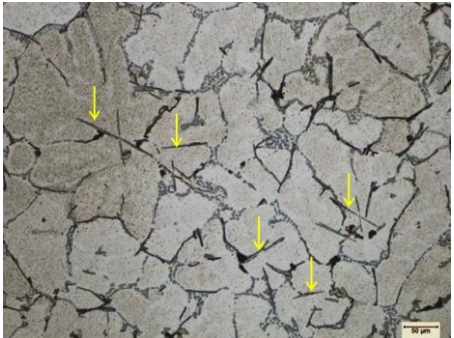
Tabela 12 Valores de dureza encontrados para as amostras solubilizadas.

Valores de Dureza Brinell (HBW)				
	355N-S	355CZ-S1	355CZ-S2	355CZ-S3
Medida 1	76,3	63,3	62,1	60,1
Medida 2	68,8	62,9	62,3	59,3
Medida 3	73,2	63,1	60,1	54,1
Medida 4	68,8	62,7	59,9	58,6
Medida 5	78,3	62,9	58,9	60,5
Média	73,0	63,0	60,7	58,5

4.3.2. Análise microestrutural das amostras solubilizadas

Também foram registradas as microestruturas referentes ao ensaio de solubilização que são apresentadas na Tabela 13. A coluna da Tabela 13 que apresenta as microestruturas sem ataque torna perceptível que em todas as amostras há a presença da estrutura eutética formada entre o alumínio/silício e nas amostras da liga 355CZ a presença de estruturas aciculares.

Tabela 13 Microestruturas das amostras solubilizadas a partir do patamar 2.

Amostra	Sem ataque	Com ataque (reagente Keller)
(a) 355N-S		
(b) 355CZ-S1		
(c) 355CZ-S2		
(d) 355CZ-S3		

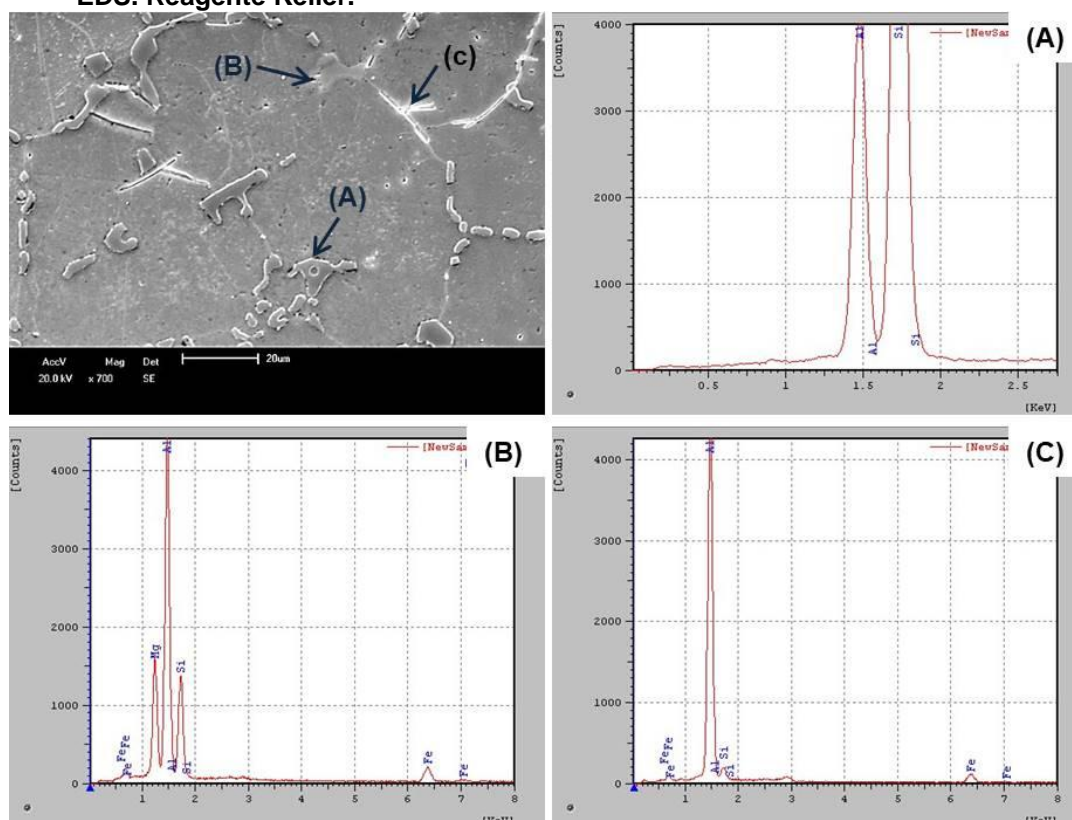
*As setas indicam as regiões de morfologia acicular

4.3.3. MEV e EDS das amostras solubilizadas

A fim de identificar qualitativamente as estruturas presentes no plano de corte metalográfico, foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de varredura aliada a de energia dispersiva de Raios-X, EDS. A Figura 31 apresenta análise da amostra 355N-S, onde estruturas com morfologia similar a indicada pela seta (a), em geral, são compostas por Al e Si e as de morfologia similar a indicada em (b) tem em sua composição os elementos Al, Si, Mg e Fe. E a seta (c) apresentou Al, Si e Fe em sua composição.

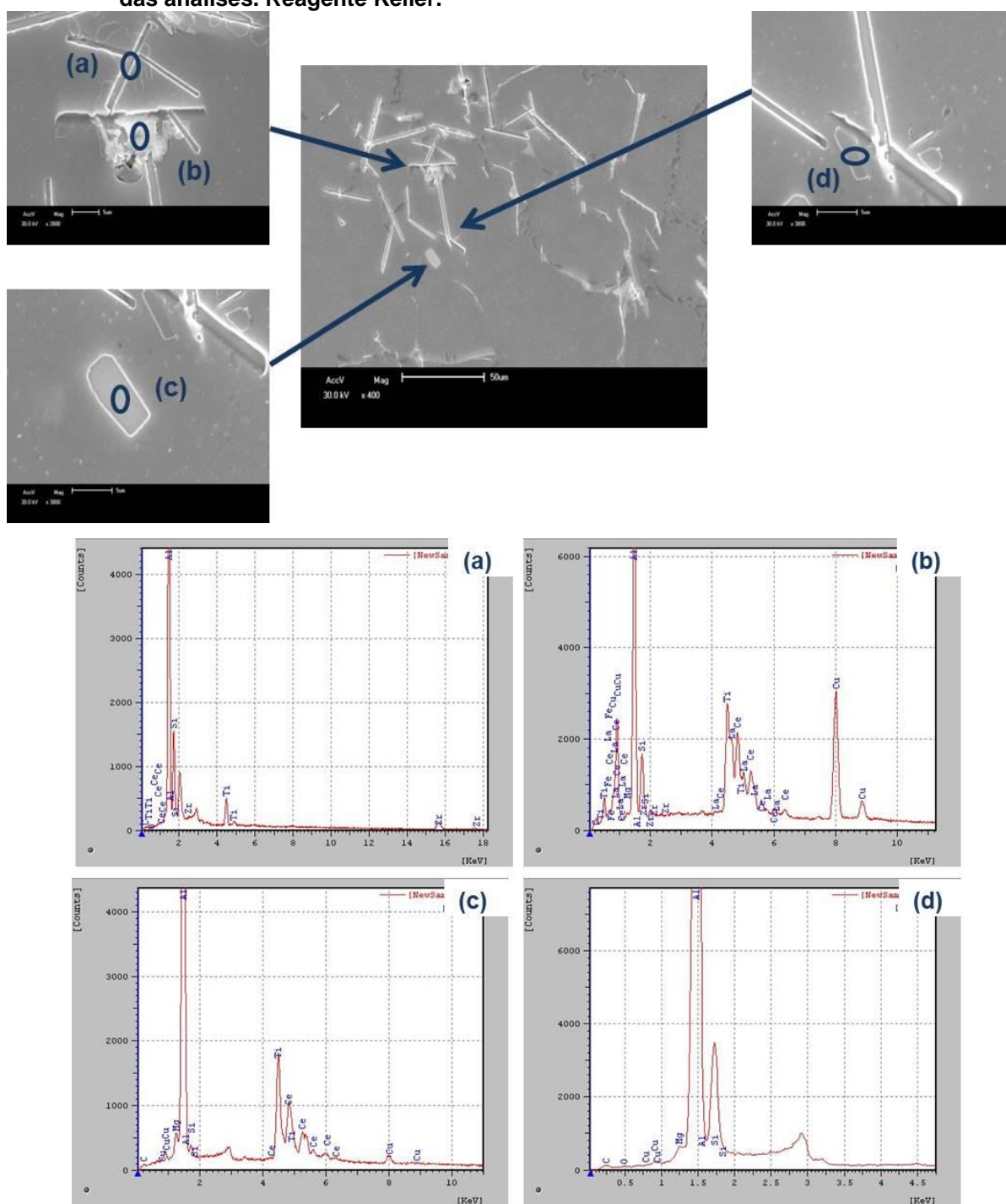
Outrossim, para a liga 355CZ na condição solubilizada as análises via EDS, Figura 32, indicaram a composição qualitativa dos intermetálicos presentes. Os intermetálicos apresentados nas condições 355CZ-S1, 355CZ-S2 e 355CZ-S3 estão representados pela Figura 32 e os pontos de (a) a (d) representam os locais onde foram realizadas as análises via EDS, também é possível notar que a adição dos elementos de liga- Ce e Zr- provocou uma mudança na morfologia dos intermetálicos.

Figura 31 Microestrutura, em MEV, da amostra 355N-S, representando os intermetálicos presentes no plano de corte. As setas indicam onde foram realizados os ensaios de EDS. Reagente Keller.



Por conseguinte, os espectros de dispersão de energia, indicam que há a presença de estruturas compostas por: Al, Si, Zr, Ti e Ce na Figura 32(a); Al, Si, Mg, Fe, Cu, Zr, Ti, La e Ce na Figura 32(b); Al, Si, Mg, Cu, Ti e Ce na Figura 32(c); Al, Si, Mg e Cu na Figura 32(d).

Figura 32 Microestrutura, em MEV, da amostra 355CZ-S1, representando os intermetálicos presentes no plano de corte. As setas (A) e (B) indicam onde foram realizados os ensaios de EDS, à direita e abaixo se encontram os espectros de energia dispersiva das análises. Reagente Keller.

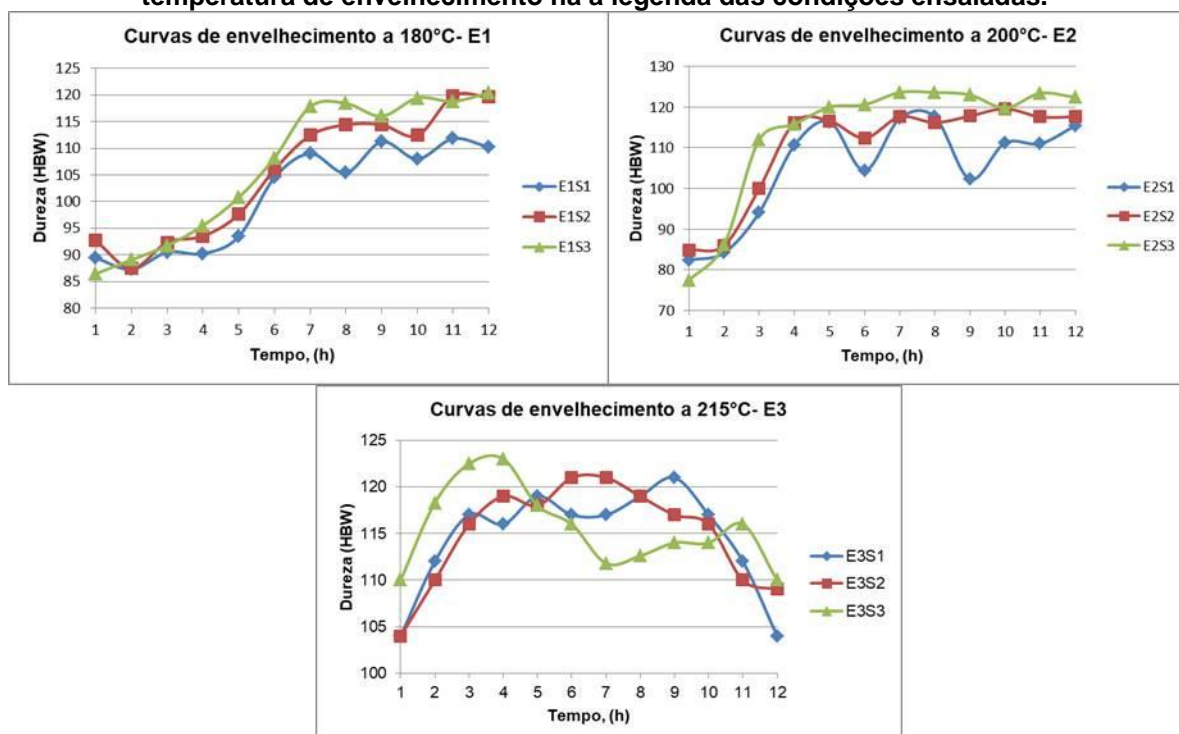


4.4. Envelhecimento

4.4.1. Curvas de envelhecimento

O envelhecimento artificial das ligas ocorreu após as amostras serem solubilizadas, para a liga 355N-S foi utilizada a temperatura de 180°C pelo tempo de 8 horas e para as amostras da liga 355CZ foram utilizadas três temperaturas 180°C, com a nomenclatura E1, 200°C com a nomenclatura E2 e 215°C com a nomenclatura E3, as amostras foram ensaiadas pelo tempo de 1 a 12 horas. A dureza Brinell encontrada na amostra 355N-E, medida a partir da média de 5 pontos, foi 109HBW. Do mesmo modo, a média de dureza das amostras da liga 355CZ conforme o tempo de tratamento é apresentada na Figura 33. Entretanto, como foram ensaiadas 12 amostras por condição de temperatura de solubilização e envelhecimento, optou-se por apresentar as curvas obtidas em cada uma das temperaturas ensaiadas nesta etapa.

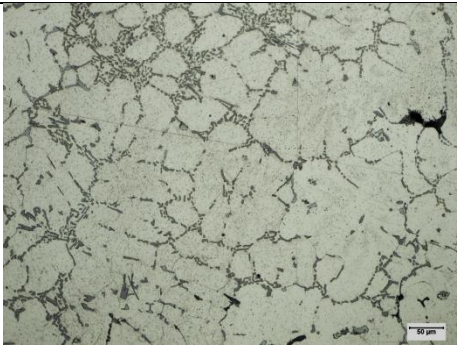
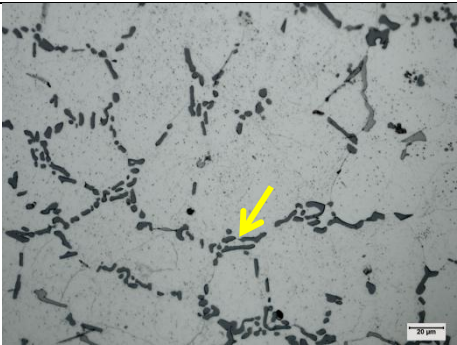
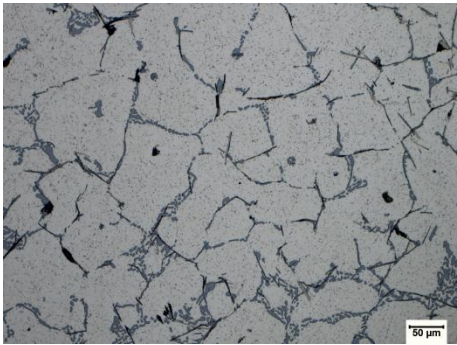
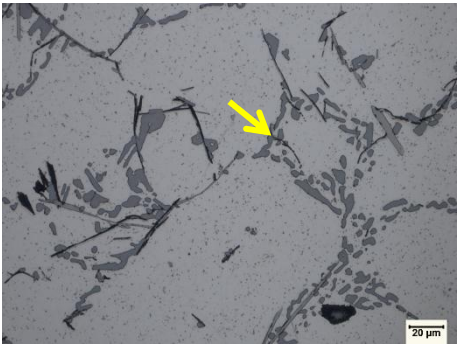
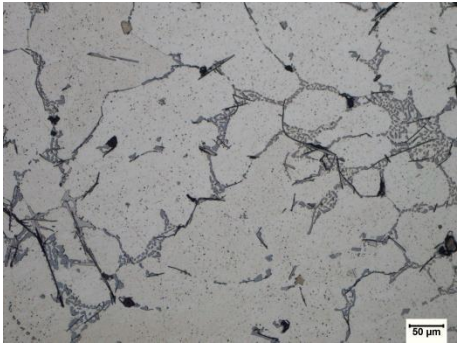
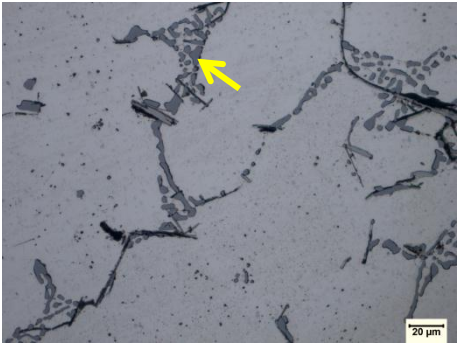
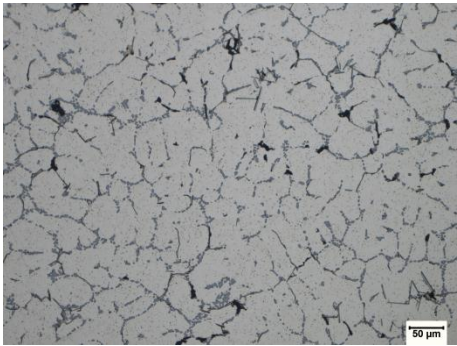
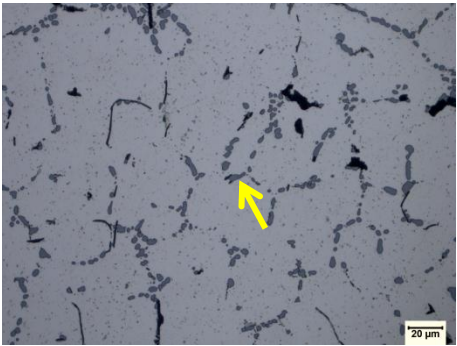
Figura 33 Curvas de envelhecimento artificial da liga 355CZ após a solubilização. Para cada temperatura de envelhecimento há a legenda das condições ensaiadas.



4.4.2. Análise microestrutural das amostras envelhecidas

Após a construção das curvas foi realizada a análise metalográfica das amostras 355N-E, E3S1, E3S2 e E3S3. Para a liga 355CZ Foi decidido realizar a avaliação microestrutural nas amostras envelhecidas a 215°C, E3, e que representam o pico de dureza encontrado em cada condição de solubilização. Os picos de dureza do ensaio ocorreram em 9 horas para a amostra E3S1 com valor de 121HBW, para amostra E3S2 o valor encontrado foi 121HBW com 6 horas de tratamento e para a amostra E3S3 o pico ocorreu com 3 horas de tratamento e foi obtido o valor de 123HBW. Já para a amostra 355N-E a dureza encontrada com 8 horas de tratamento foi 109,5HBW. A Tabela 14 apresenta as micrografias das ligas, a característica geral é estrutura dendrítica de α -Al envolta pelo eutético de Si. Para as amostras com adição de Ce e Zr há ainda, no plano de corte da amostra, intermetálicos com morfologia acicular. Ainda é possível perceber que o tempo e a temperatura de tratamento provocaram diferenças na morfologia do eutético, as amostras 355N-E e E3S3 apresentam em sua estrutura um eutético mais globular que as demais.

Tabela 14 Microestruturas obtidas após o envelhecimento artificial das ligas. A Tabela apresenta o resultado para as amostras 355N-E, E3S1, E3S2 e E3S3 no pico de dureza de cada ensaio. As setas indicam o eutético do Si.

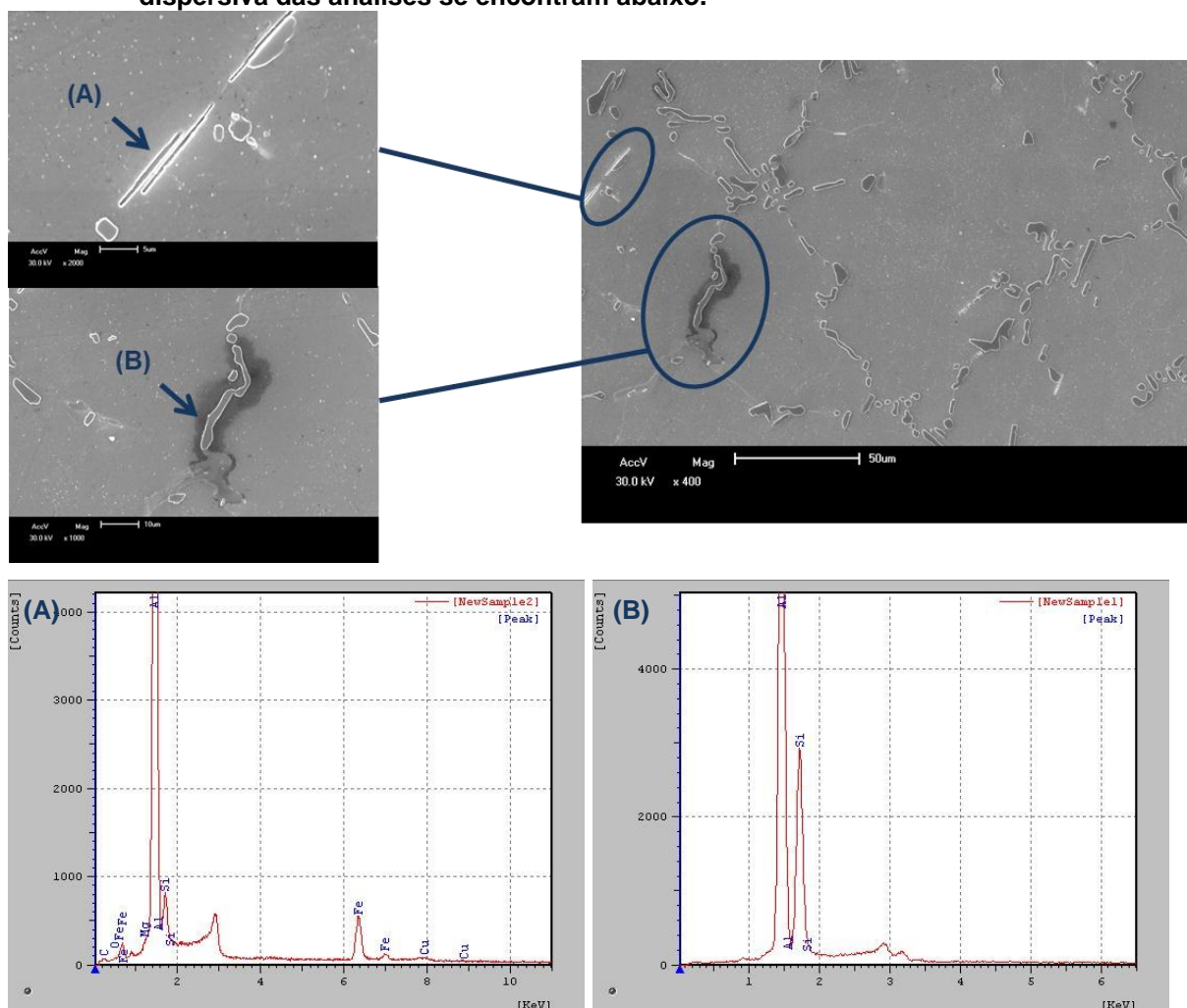
Amostra		
(a) 355N-E		
(b) Liga 355CZ-E3S1		
(c) Liga 355CZ-E3S2		
(d) Liga 355CZ-E3S3		

4.4.3. MEV e EDS das amostras envelhecidas

Novamente, as amostras foram analisadas via MEV com auxílio da técnica de EDS para indicar a composição qualitativa dos intermetálicos.

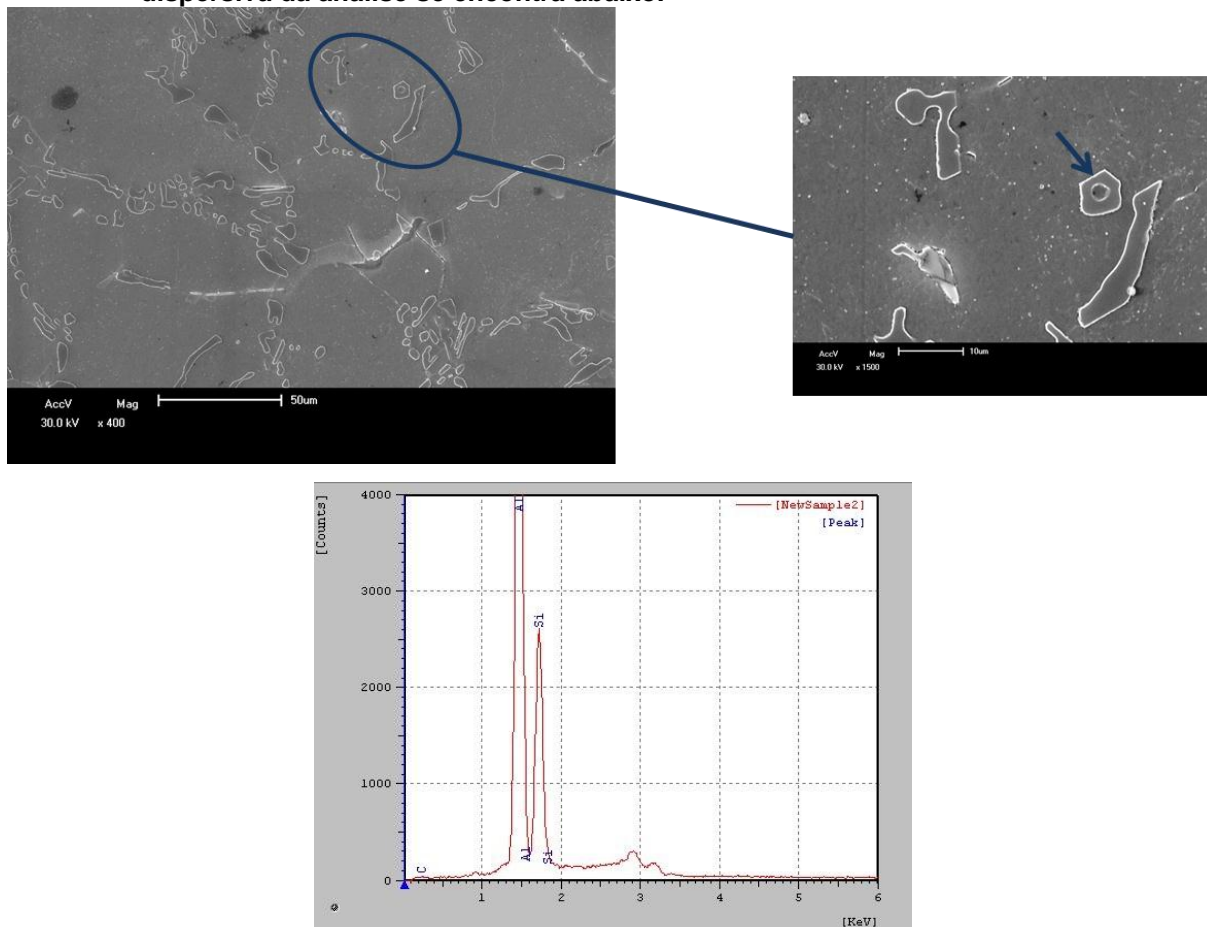
A amostra 355N-E está representada pelas Figuras 34 e 35. O intermetálico de morfologia acicular apresentado na Figura 34 indicado pela seta (A) e tem em sua composição os elementos Al, Si, Cu, Mg, Fe e O; a seta (B) indica o local de análise onde o intermetálico apresenta em sua composição Al e Si, é provável que se trate de uma estrutura eutética.

Figura 34 MEV da amostra 355N-E a figura à direita é uma imagem em 400x, já à esquerda tem se a ampliação das regiões que foram analisadas via EDS, os espectros de energia dispersiva das análises se encontram abaixo.



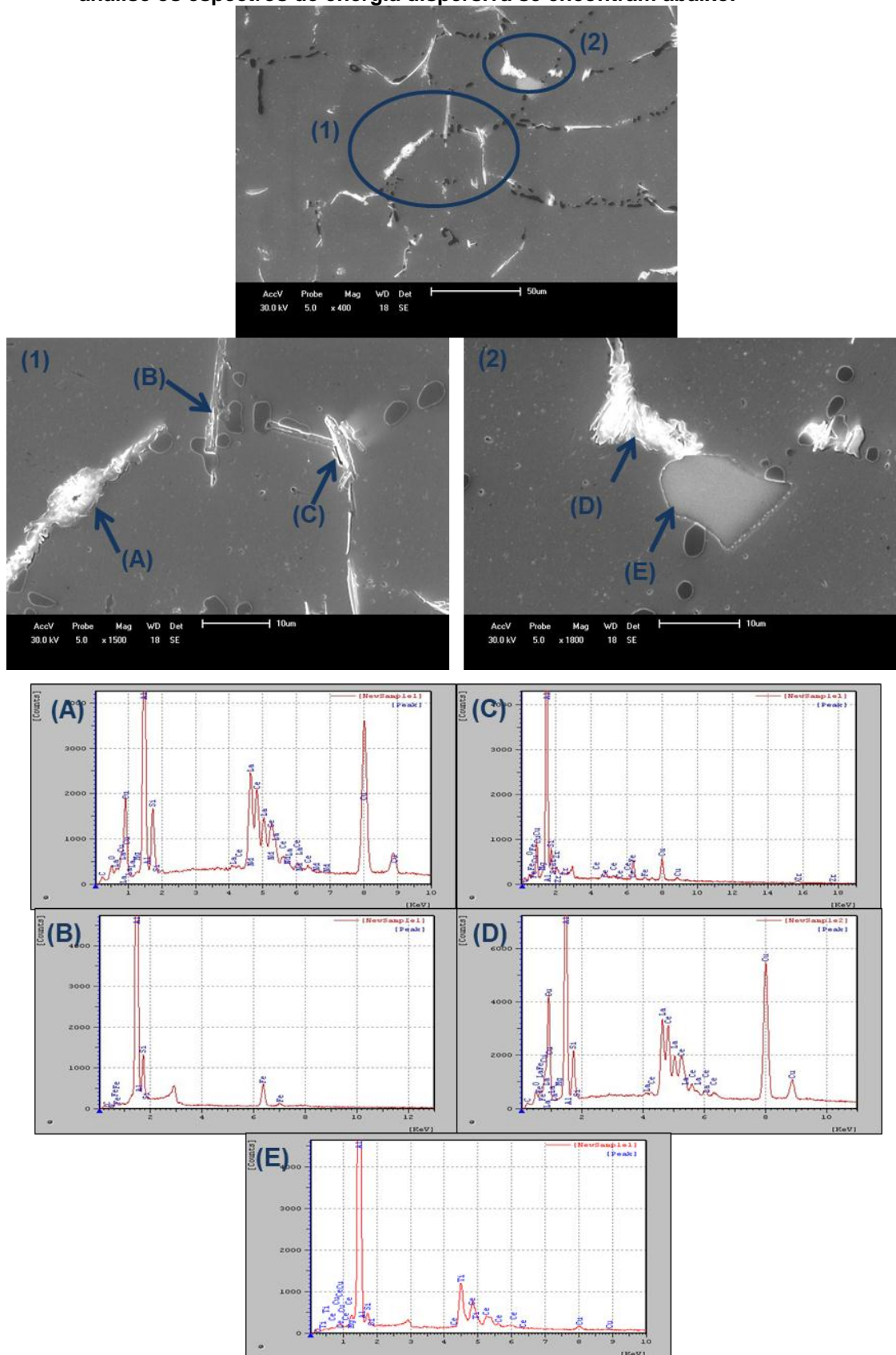
E para na análise realizada, que esta indicada na figura 35, o intermetálico apresentou em sua composição os elementos Al e Si, a morfologia poligonal é apresentada devido ao plano de corte da amostra.

Figura 35 MEV da amostra 355N-E a figura à direita é uma ampliação da região que foi analisada via EDS, região de análise indicada pela seta, o espectro de energia dispersiva da análise se encontra abaixo.



Por fim, a análise da amostra E3S3 representa os intermetálicos encontrados para a liga 355CZ envelhecida. A Figura 36 apresenta duas regiões de análise nas elipses (1) e (2), que foram ampliadas e tiveram o local de análise indicado por setas de (A) a (E). A região de análise (1) na seta (A) é composta por intermetálicos de composição Al, Si, Cu, Mg, Ce, La e Nd; a seta (B) apresenta os elementos Al, Si e Fe e a seta (C) indica uma região de composição Al, Si, Cu, Mg, Zr, Ce e Fe. Na região (2) a seta (D) indica um intermetálico de composição Al, Si, Cu, Mg, La, Ce e Fe e seta (E) com a composição indicada de Al, Si, Cu, Mg, Ce e Fe.

Figura 36 MEV da amostra E3S3 as figuras (1) e (2) são uma ampliação da primeira para melhor indicar os locais de análise. Em (1) e (2) as setas de (A) e (E) indicam os locais de análise os espectros de energia dispersiva se encontram abaixo.



A partir dos resultados obtidos com o envelhecimento artificial das amostras, é possível dizer que para as condições e materiais utilizados neste trabalho, os envelhecimentos feitos partindo da amostra solubilizada na condição S3 apresentaram curvas com maiores valores de dureza e em menores tempos de tratamento, uma combinação interessante para a aplicação industrial, já que há economia de tempo no processo e ainda ganho de pelo menos 20% em temperatura de trabalho perante a liga 355N.

4.5. Ensaio de tração

Os resultados obtidos no envelhecimento indicaram que a solubilização feita em maior temperatura, patamar 2 + 535°C, resultou em curvas com melhores propriedades, ou seja, com maiores valores de dureza em menores tempos. Por esse motivo foi realizado o ensaio de tração em corpos de prova tratados de acordo com os parâmetros de solubilização S3, que foram submetidos ao envelhecimento nas três temperaturas propostas pelo estudo E1, E2 e E3- que dizem respeito a 180°C, 200°C e 215°C respectivamente. O ensaio de tração também foi realizado na amostra 355N-E. Os ensaios seguiram o procedimento detalhado na subseção 3.8 e foram realizados em duas temperaturas, temperatura ambiente e 200°C.

4.5.1. Ensaio de tração realizados à temperatura ambiente

As Tabelas 15 a 18 apresentam os resultados obtidos para os corpos de prova ensaiados a temperatura ambiente. A média registrada pelos ensaios das amostras 355N-E e 355CZ-E3S3 foi bem semelhante para a resistência à tração, contudo a amostra da liga 355CZ-T6 obteve maior valor de limite de escoamento com 31,76 MPa a mais que o da liga 355N-T6. As duas amostras citadas obtiveram os melhores resultados para resistência à tração e limite de escoamento, as demais analisadas apresentaram valores inferiores. É preciso destacar, que a avaliação da ductilidade a partir dos valores de alongamento e redução de área foi prejudicada nos ensaios, pois há casos em que 50% dos corpos de prova romperam fora da área útil, inviabilizando a aquisição dos dados. Ainda é possível observar que em dois casos, CP-355CZ-E1-1 e CP-355CZ-E3-2, o valor referente ao limite de escoamento do corpo de prova é igual ao da resistência à tração.

Tabela 15 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355N-T6.

Resultados do ensaio a temperatura ambiente - Amostra 355N-E				
	Resistência à Tração (S _u)	Limite de escoamento (YS)	Alongamento após a fratura	Redução de área (n)
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
CP-355N-E-1	278,46	252,93	2,7	0,50
CP-355N-E-2	298,16	254,23	-	2,15
CP-355N-E-3	297,43	252,09	1,6	1,00
CP-355N-E-4	282,05	251,30	2,1	0,50
Média	289,03	252,64	2,13	1,04
Desvio padrão	10,24	1,25	0,55	0,78

Tabela 16 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E1S3.

Resultados do ensaio a T ambiente - Amostra 355CZ-E1S3				
	Resistência à Tração (S _u)	Limite de escoamento (YS)	Alongamento após a fratura	Redução de área (n)
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
CP-355CZ-E1-1	284,26	284,26	-	0,17
CP-355CZ-E1-2	270,22	214,37	2,0	2,82
CP-355CZ-E1-3	263,59	262,78	0,5	0,17
CP-355CZ-E1-4	256,76	247,41	-	0,17
Média	268,71	252,20	-	0,83
Desvio padrão	11,73	29,40	-	1,33

Tabela 17 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E2S3.

Resultados do ensaio a T ambiente - Amostra 355CZ-E2S3				
	Resistência à Tração (S _u)	Limite de escoamento (YS)	Alongamento após a fratura	Redução de área (n)
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
*CP-355CZ-E2-1	168,71	110,37	0,80	0,50
CP-355CZ-E2-2	240,25	220,14	3,00	2,98
CP-355CZ-E2-3	223,31	195,44	2,80	0,17
CP-355CZ-E2-4	247,49	217,86	-	1,16
Média	237	211	-	1,44
Desvio padrão	12,41	13,65	-	1,43

*Valores desconsiderados para o cálculo da média, visto que são muito inferiores ao demais.

Tabela 18 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E3S3.

Resultados do ensaio a T ambiente - Amostra 355CZ-E3S3				
	Resistência à Tração (S _u)	Limite de escoamento (YS)	Alongamento após a fratura	Redução de área (n)
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
CP-355CZ-E3-1	284,53	282,59	-	0,5
CP-355CZ-E3-2	263,46	263,46	1,4	1,33
CP-355CZ-E3-3	334,46	298,79	1,6	1,33
CP-355CZ-E3-4	298,87	271,83	-	1,16
Média	295,33	279,17	-	1,08
Desvio padrão	29,87	15,25	-	0,39

Com os resultados numéricos, foram escolhidos os dois corpos de prova que apresentaram as melhores propriedades, um para a liga 355N-T6 e outro da liga 355CZ-T6, e foi realizada a análise metalográfica do perfil de fratura, seção longitudinal do corpo de prova. O perfil de fratura da amostra CP-355N-E-4 está documentado na Figura 37, em (A) a linha de fratura reflete a morfologia da microestrutura e foram encontrados microrrechupes que estão indicados pela seta. Além desses achados, pode-se destacar que em (B) as regiões aparentemente planas podem ser resultado das fraturas associadas ao micromecanismo de clivagem, que ocorre nos intermetálicos, e as setas trazem a imagem em ampliação para que se possa notar as trincas secundárias e os intermetálicos na superfície de fratura.

Para identificar os intermetálicos envolvidos na fratura foram realizadas análises em MEV junto com a técnica de EDS. A Figura 38 apresenta a composição dos intermetálicos encontrados na amostra. Na figura 38(A) o espectro de energia apresenta os elementos Al, Si, Mg e Fe e corresponde a análise feita no local indicado pela seta (A), em (B) tem-se a presença de Al, Si, Mg e Cu e em (C) Al, Si, Mg, Ni e Fe.

Figura 37 Microestruturas do perfil de fratura da amostra CP-355N-E-4. Ataque Keller. Em (A) a seta indica a presença de microrrechupes no corpo de prova. Já em (B) as setas indicam regiões onde se vê trincas secundárias e intermetálicos na superfície de fratura. Ensaio de tração a temperatura ambiente.

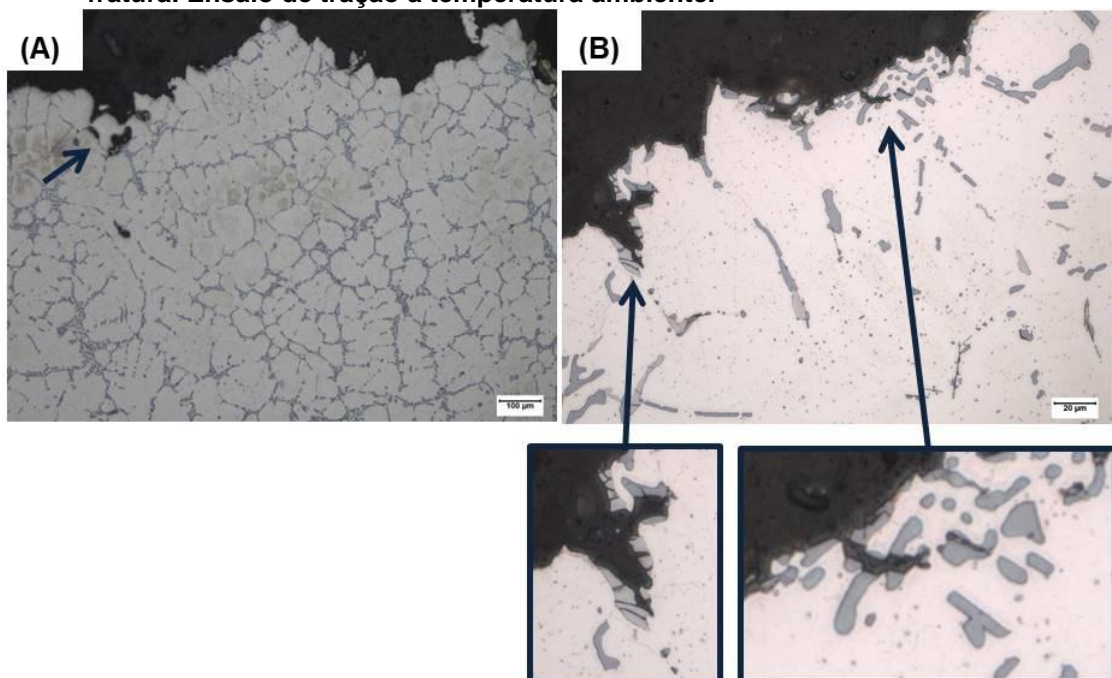


Figura 39 Imagem em MEV do centro da superfície de fratura amostra CP-355N-E-4, as setas indicam os locais de análise via EDS e os respectivos espectros de energia abaixo da figura. A fratura apresenta como principais mecanismos de falha a clivagem dos intermetálicos e os *dimples* resultantes da deformação plástica do Al. Ensaio de tração a temperatura ambiente.

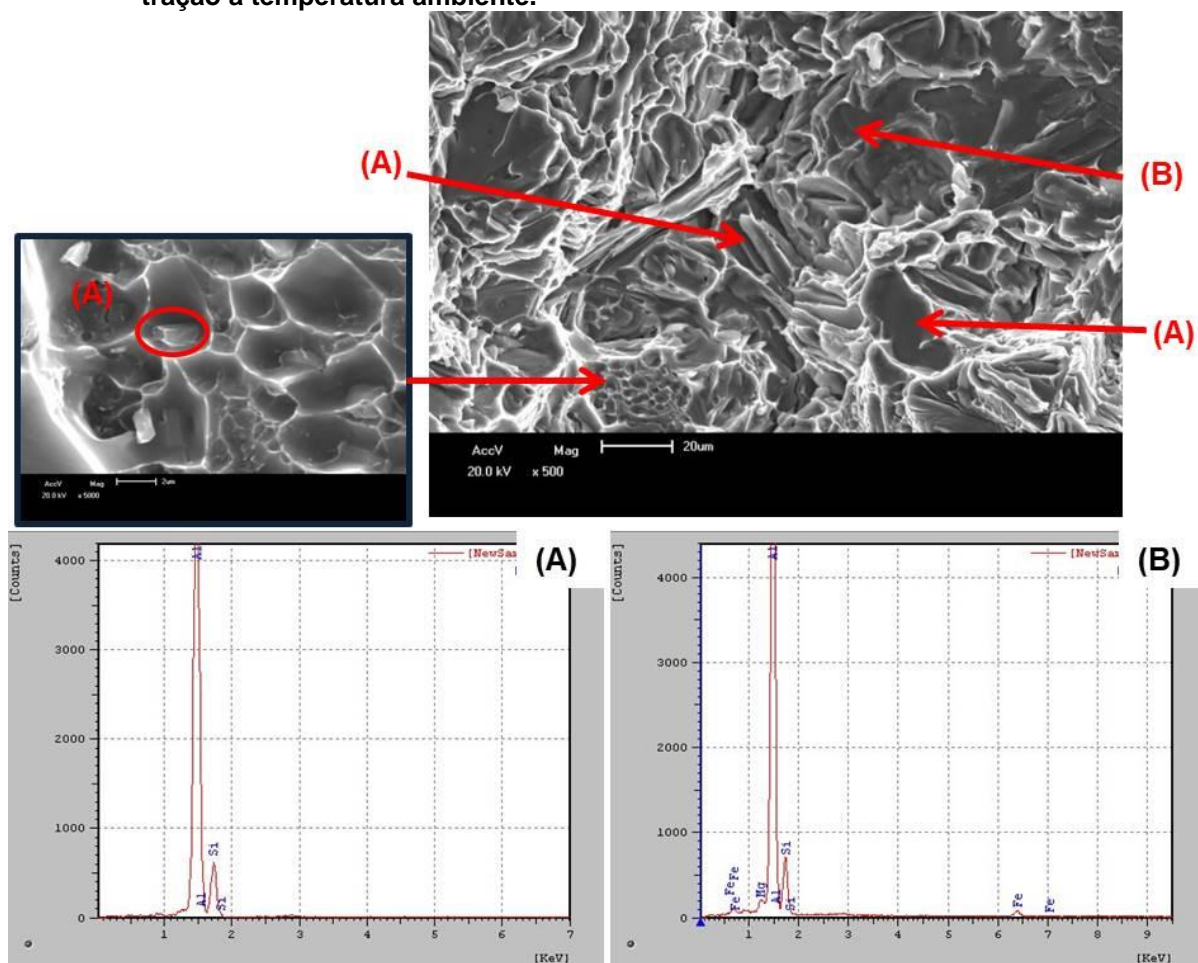
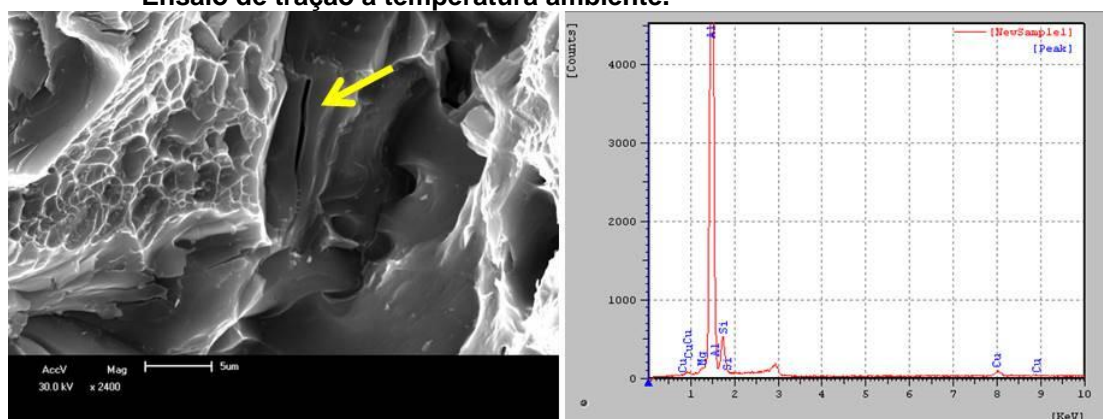


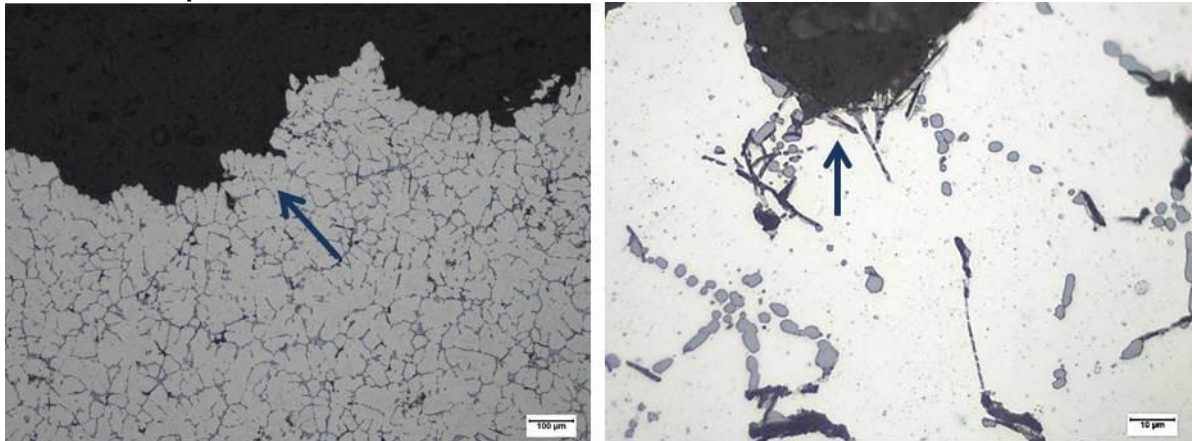
Figura 40 Região da fratura da amostra CP-355N-E-4. Uma trinca secundária é indicada pela seta, à direita o espectro de dispersão de energia da análise realizada no local. Ensaio de tração a temperatura ambiente.



Uma trinca secundária, indicada pela seta, foi registrada na Figura 40 onde foram encontrados os elementos Al, Si, Mg e Cu.

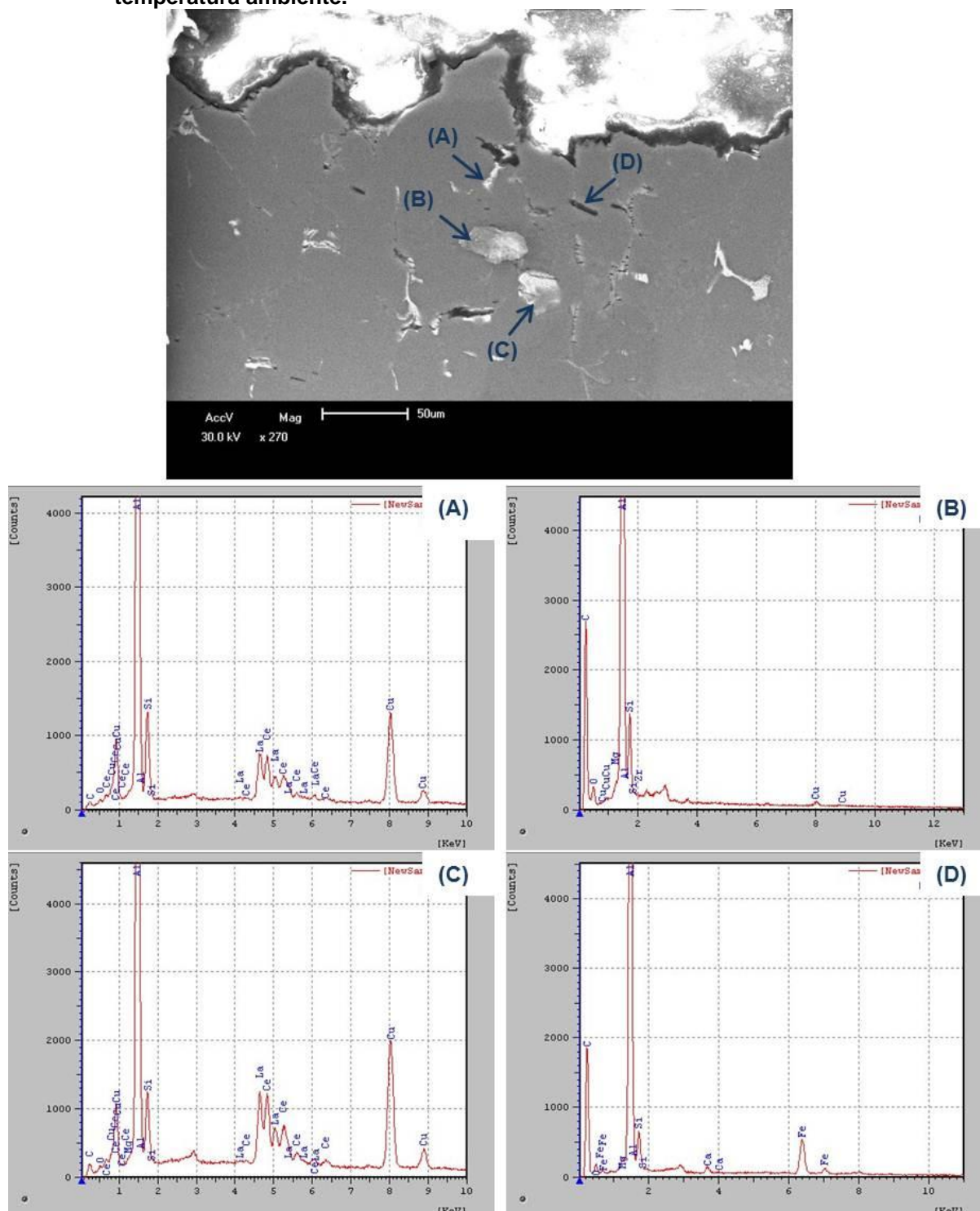
Para a liga 355CZ foi escolhido o corpo de prova CP-355CZ-E3-3, pois foi o que apresentou melhor desempenho no ensaio. A Figura 41 apresenta a Microestruturas do perfil de fratura, que indica, assim como o da liga 355N, que a linha de fratura acompanhou a morfologia da microestrutura dendrítica do material. À esquerda é possível observar a linha de fratura que segue a morfologia dendrítica do material, a seta indica uma região onde é possível observar os braços dendríticos. Já à direita o perfil em maior aumento com a seta indicando uma região onde a fratura ocorreu nos intermetálicos presentes

Figura 41 Perfil de fratura amostra CP-355CZ-E3-3. Ataque Keller. Ensaio de tração a temperatura ambiente.



Novamente foi utilizada a técnica de MEV e EDS para analisar a composição dos intermetálicos envolvidos na fratura. A Figura 42 representa o perfil de fratura da amostra CP-355CZ-E3-3, onde foram identificadas as composições existentes na amostra. Cada seta na Figura representa um ponto de análise, em (A) a composição do intermetálico encontrada pelo ensaio foi Al, Si, Cu, La, Ce, C e O, em (B) Al, Si, Cu, Mg, C e O. Para a Figura 42 seta (C) foram encontrados os elementos Al, Si, Mg, Cu, La, Ce, C e O e para seta (D) Al, Si, Mg, Ca, Fe, C e O.

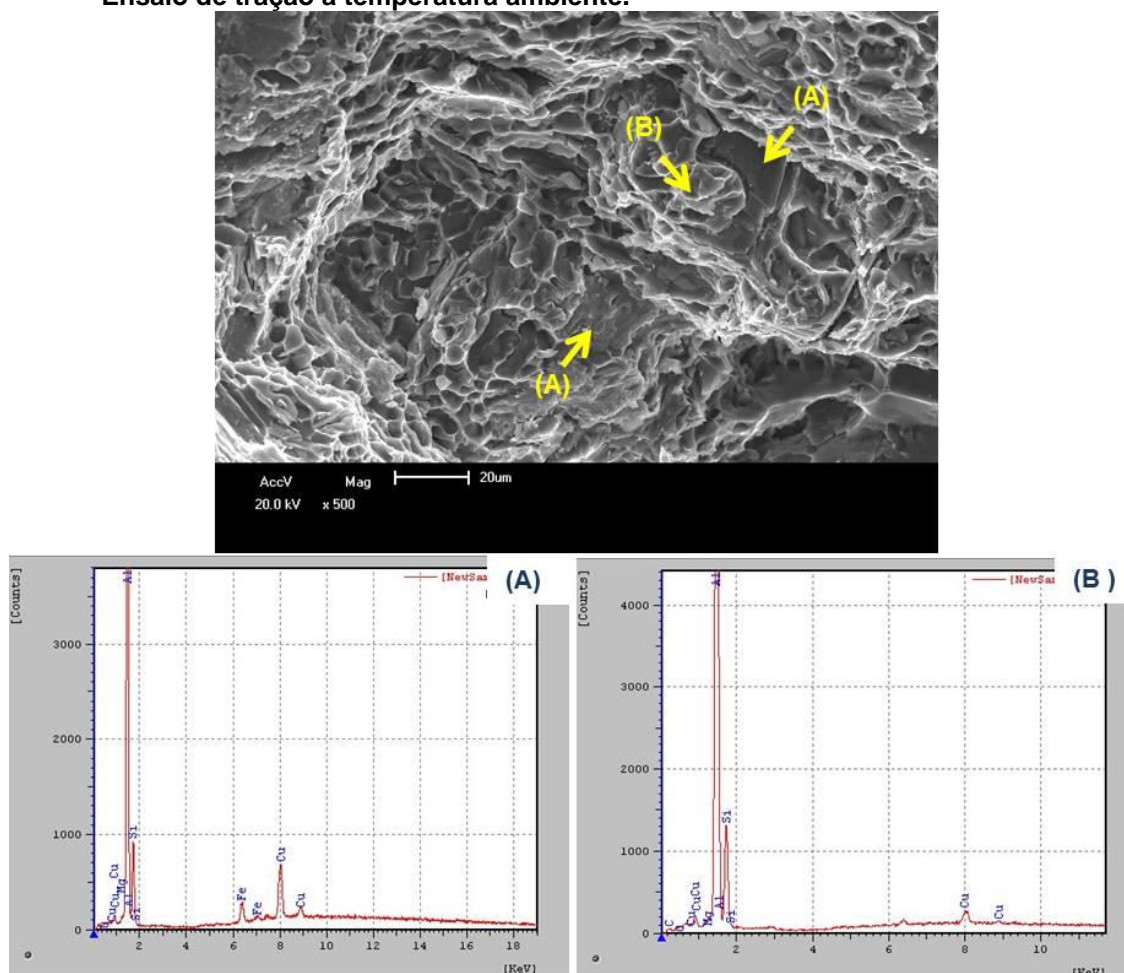
Figura 42 Perfil de fratura em MEV da amostra CP-355CZ-E3-3. As setas indicam os pontos onde foram realizadas as análises de EDS, abaixo se encontram os espectros de dispersão de energia indicando a composição encontrada. Ensaio de tração a temperatura ambiente.



Ademais a superfície de fratura da amostra CP-355CZ-E3-3 foi analisada e está representada pelas Figuras 43 a 45. Os mecanismos de fratura apresentados pela amostra são clivagem, nos intermetálicos, e *dimples*, resultantes da deformação plástica da matriz dúctil. Na Figura 43 é possível observar que a fratura apresenta

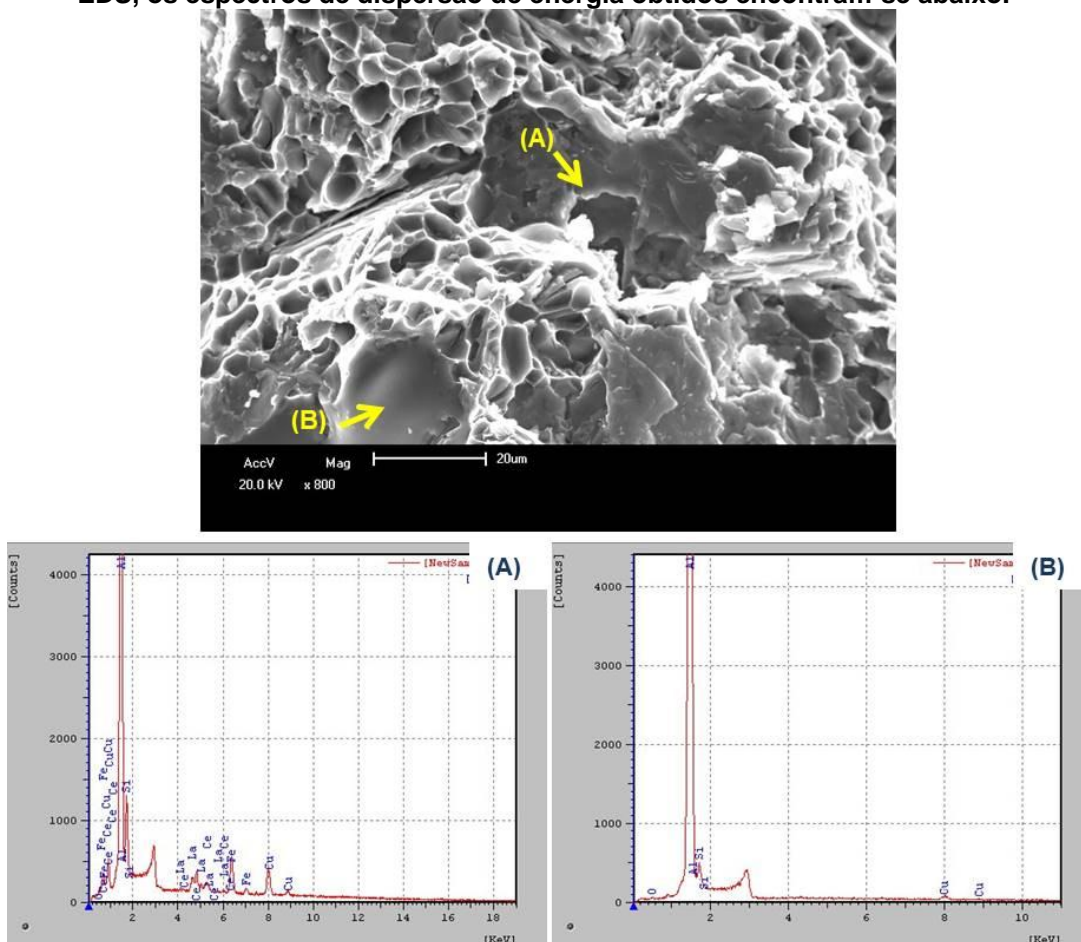
pontos de clivagem como o indicado pelas setas (A) e ainda possui a presença de dimples, resultado da deformação plástica do Alumínio.

Figura 43 Superfície de fratura em MEV da amostra CP-355CZ-E3-3. As setas indicam a região de análise via EDS e os espectros de dispersão de energia se encontram abaixo. Ensaio de tração a temperatura ambiente.



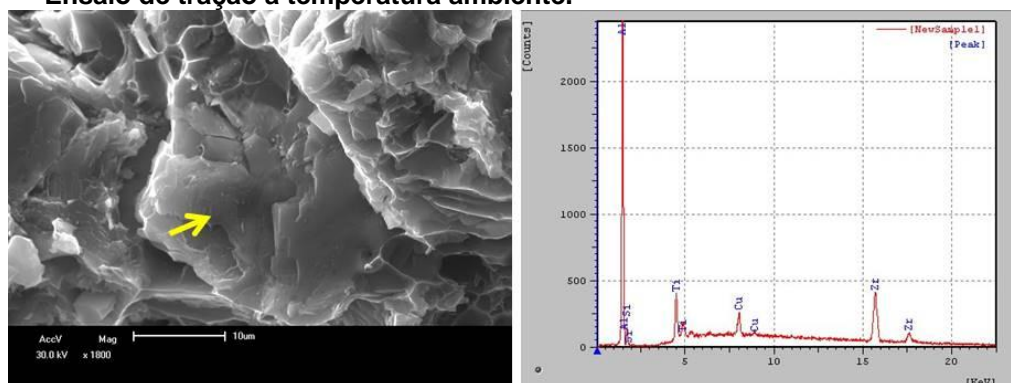
Os planos de clivagem podem ser vistos na Figura 43 nos locais indicados pelas setas (A) onde foram realizadas as análises químicas pontuais. Os elementos encontrados foram: Al, Si, Mg, Cu e Fe. Ainda na mesma Figura, foi realizada a análise pontual no local indicado pela seta (B), a qual teve como resultado o espectro contendo Al, Si, Mg e Cu. Em contra partida, a Figura 44 que apresenta um plano de clivagem apontado pela seta (A) tem essa região composta por Al, Si, Ce, La, Cu e Fe e a seta (B) apresenta uma região com morfologia arredondada, que pode ser um braço dendrítico, tendo como composição química Al, Si e Cu.

Figura 44 Superfície de fratura em MEV da amostra CP-355CZ-E3-3, ensaiada a temperatura ambiente. As setas (A) e (B) indicam os pontos onde foram realizadas as análises de EDS, os espectros de dispersão de energia obtidos encontram-se abaixo.



Também na superfície de fratura da amostra CP-355CZ-E3-3 ensaiada a temperatura ambiente, foi encontrado o elemento Zr no plano de clivagem da Figura 45. Esse elemento está acompanhado por Al, Si, Ti e Cu segundo o espectro de dispersão de energia realizado no local indicado pela seta.

Figura 45 Superfície de fratura em MEV da amostra CP-355CZ-E3-3. A seta indica a região de análise via EDS. A região apresenta características de fratura ocorrida por clivagem. Ensaio de tração a temperatura ambiente.



4.5.2. Ensaio de tração feitos à 200°C

As Tabelas 19 a 22 apresentam os resultados obtidos para os corpos de prova ensaiados a 200°C. No ensaio à alta temperatura a liga com a adição de cério e zircônio apresentou valores superiores aos da liga normal para todas as condições de solubilização. De acordo com a média registrada pelos ensaios, as amostras 355CZ-E3S2 e 355CZ-E3S3 tiveram desempenho bem semelhante para a resistência à tração. Assim como no ensaio à temperatura ambiente, a avaliação da ductilidade a partir dos valores de alongamento e redução de área foi prejudicada, pois há casos em que 50% dos corpos de prova romperam fora da área útil, inviabilizando a aquisição dos dados.

Tabela 19 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355N-T6 a 200°C.

Resultados do ensaio a 200°C - Amostra 355N-E				
	Resistência à Tração (S_u)	Limite de escoamento (YS)	Alongamento após a fratura	Redução de área (n)
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
CP-355N-ET-1	222,81	208,16	-	4,12
CP-355N-ET-2	228,17	212,10	3,0	4,28
CP-355N-ET-3	233,49	220,17	2,7	1,49
CP-355N-ET-4	214,39	201,20	-	3,63
Média	224,72	210,41	-	3,38
Desvio padrão	8,15	7,92	-	1,29

Tabela 20 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E1S3, a 200°C.

Resultados do ensaio a 200°C - Amostra 355CZ-E1S3				
	Resistência à Tração (S_u)	Limite de escoamento (YS)	Alongamento após a fratura	Redução de área (n)
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
CP-355CZ-E1T-1	239,33	225,35	-	1,66
CP-355CZ-E1T-2	252,25	243,66	2,3	0,83
CP-355CZ-E1T-3	205,59	186,66	2,4	1,17
CP-355CZ-E1T-4	229,77	220,03	-	0,50
Média	231,74	218,93	-	1,04
Desvio padrão	19,71	23,77	-	0,50

Tabela 21 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E2S3, a 200°C.

Resultados do ensaio a 200°C - Amostra 355CZ-E2S3				
	Resistência à Tração (S_u) [MPa]	Limite de escoamento (YS) [MPa]	Alongamento após a fratura [%]	Redução de área (n) [%]
CP-355CZ-E2T-1	234,08	227,94	3,2	0,50
CP-355CZ-E2T-2	263,65	255,55	-	0,67
CP-355CZ-E2T-3	226,03	213,79	2,5	0,50
CP-355CZ-E2T-4	241,75	231,35	1,6	0,83
Média	241,37	233,16	2,43	0,62
Desvio padrão	16,18	19,17	0,80	0,16

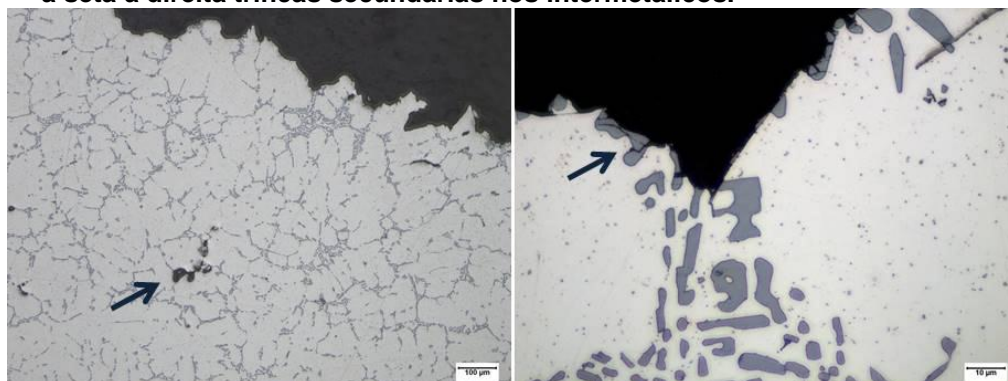
Tabela 22 Resultados obtidos no ensaio de tração da liga 355CZ-T6, condição E3S3, a 200°C.

Resultados do ensaio a 200°C - Amostra 355CZ-E3S3				
	Resistência à Tração (S_u) [MPa]	Limite de escoamento (YS) [MPa]	Alongamento após a fratura [%]	Redução de área (n) [%]
CP-355CZ-E3T-1	221,71	219,12	1,3	0,50
CP-355CZ-E3T-2	229,11	229,11	-	0,50
CP-355CZ-E3T-3	244,33	232,03	-	2,98
CP-355CZ-E3T-4	262,37	253,49	1,4	1,16
Média	239,38	233,44	-	1,28
Desvio padrão	17,99	14,47	-	1,17

A avaliação da fratura obtida no ensaio a 200°C foi feita nos corpos de prova CP-355N-ET-3 e CP-355CZ-E3T-4. O corpo de prova que representa a liga 355N está representado pelas Figuras 46 a 50.

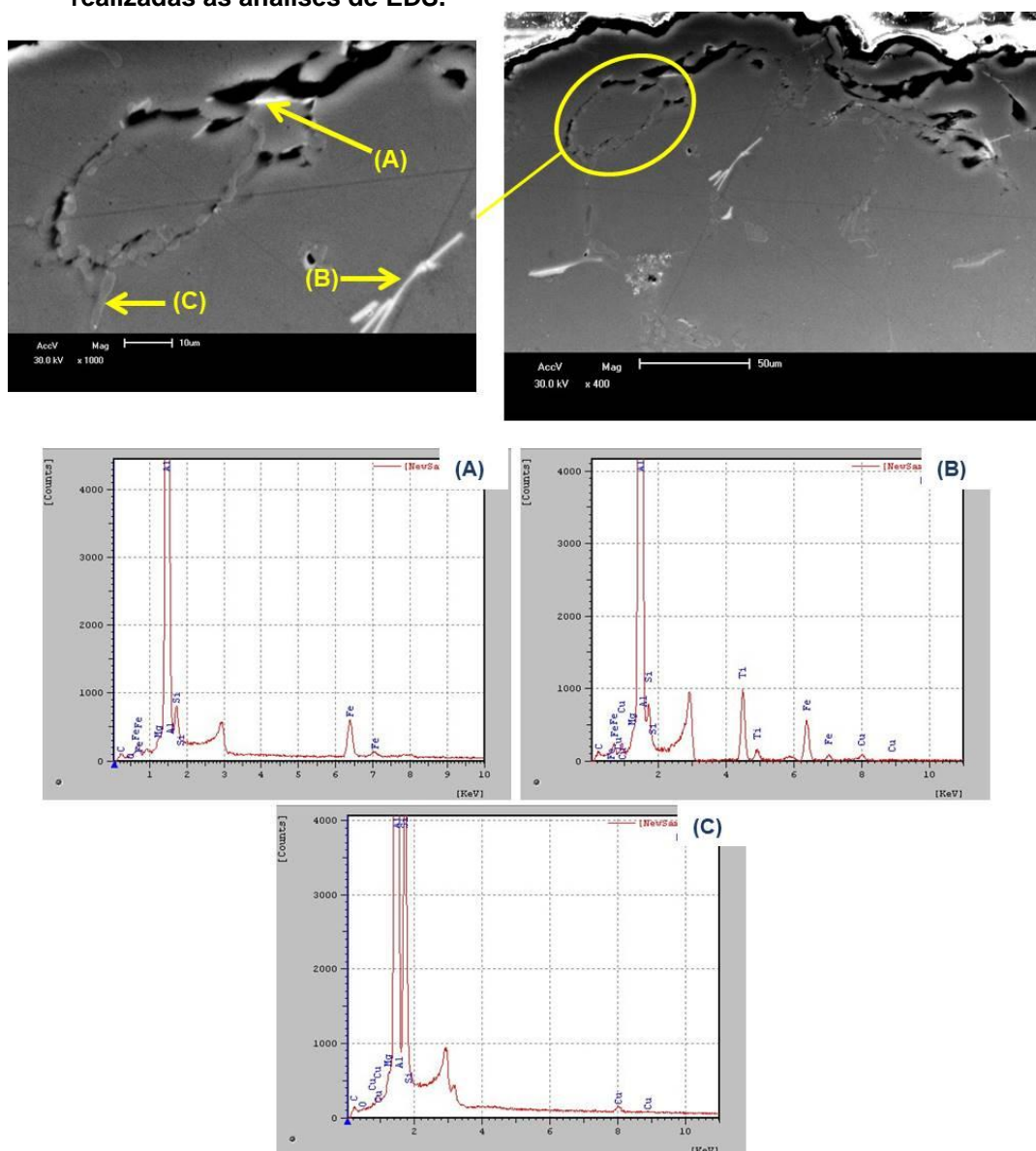
O perfil de fratura do corpo de prova CP-355N-ET-3 está representado na Figura 46, onde à esquerda é possível observar a presença de rechupes no local indicado pela seta. E à direita a seta indica a presença de trincas secundárias nos intermetálicos adjacentes a fratura. A linha de fratura segue a morfologia da microestrutura do material fundido.

Figura 46 Perfil de fratura liga 355N no corpo de prova CP-355N-ET-3. Ensaio de tração realizado a 200°C. Ataque: Keller. A seta à esquerda indica a presença de rechupe e a seta à direita trincas secundárias nos intermetálicos.



Após a análise metalográfica, o perfil de fratura foi analisado via MEV e EDS para determinar a composição qualitativa dos intermetálicos presentes. A Figura 47 teve os intermetálicos de três regiões analisados via EDS, na seta (A) a análise indicou a presença de Al, Si, Mg, Fe e C, já a seta (B) tem em sua composição Al, Si, Mg, Fe, Cu, Ti e C, por fim a seta (C) apresentou os elementos Al, Si, Mg, Cu e C.

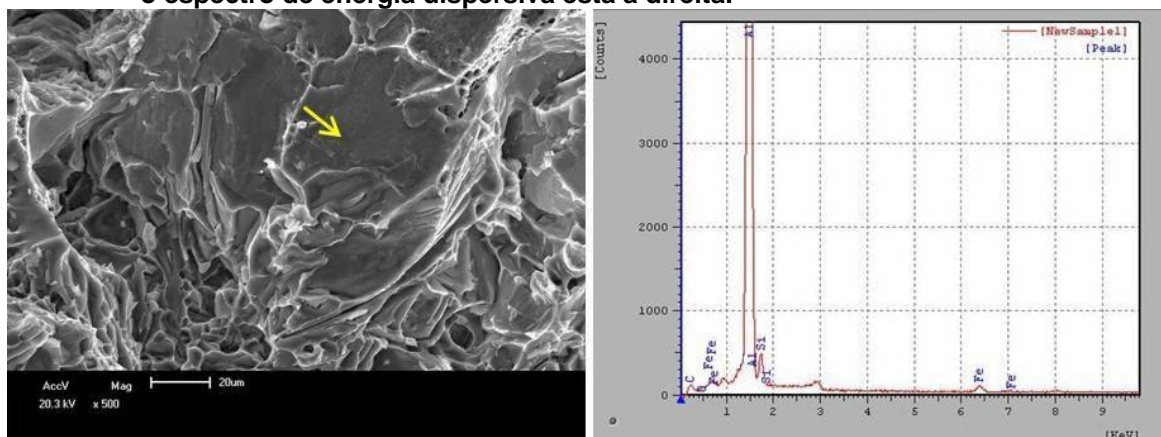
Figura 47 Perfil de fratura da liga 355N em MEV do CP-355N-ET-3. À esquerda a região demarcada pela elipse foi ampliada e as setas indicam os locais onde foram realizadas as análises de EDS.



Em conjunto com as análises de perfil, a superfície de fratura também foi analisada via microscopia eletrônica de varredura. A superfície de fratura da amostra CP-355N-ET-3 está representada nas Figuras 48 e 49. A Figura 48 apresenta um

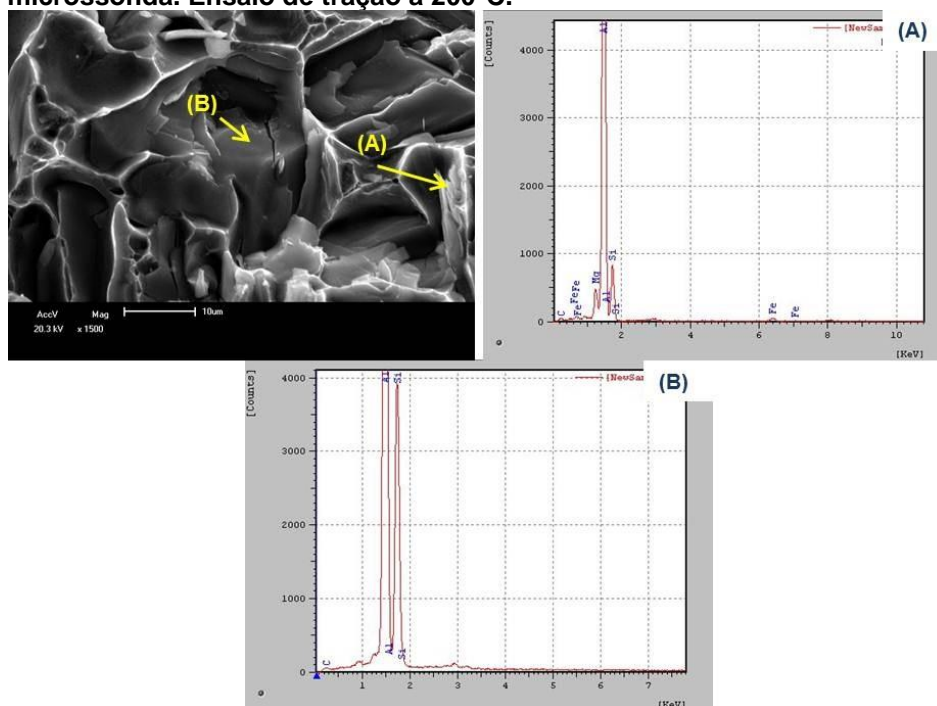
plano onde ocorreu a separação da interface intermetálico/matriz, indicado pela seta, com composição Al, Si e Fe.

Figura 48 Superfície de fratura liga 355N, CP-355N-ET-3. A seta indica a região onde ocorreu a separação da interface intermetálico/matriz, no local foi realizada a análise de EDS, o espectro de energia dispersiva está à direita.



Já a Figura 49 foi analisada em dois pontos, em (A) a composição do espectro indica a presença de Al, Si, Mg e Fe. Em (B) a seta indica uma região composta por Al e Si.

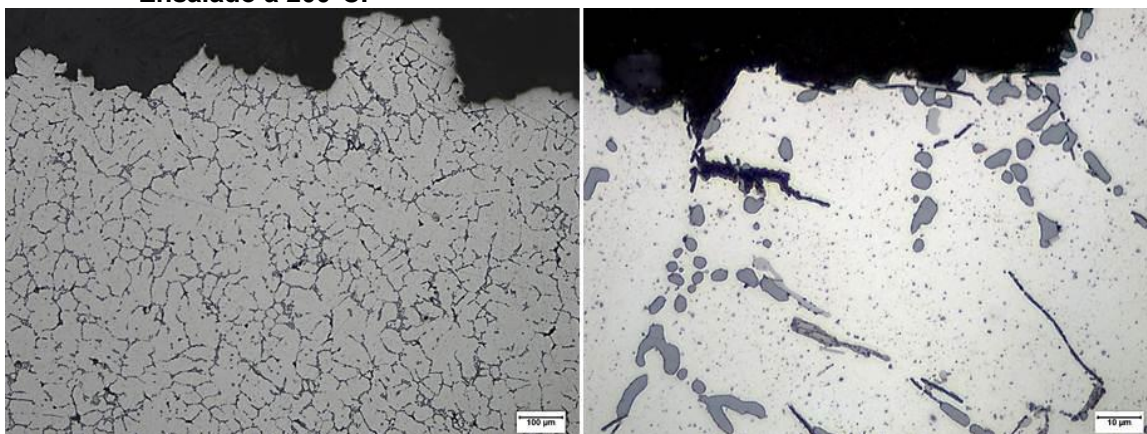
Figura 49 Superfície de fratura 355N, CP-355N-E-3, as setas indicam as regiões de análise via microsonda. Ensaio de tração a 200°C.



As mesmas análises foram realizadas para a liga 355CZ no corpo de prova CP-355CZ-E3T-4. A Figura 50 apresenta a Microestrutura do perfil de fratura do Cp

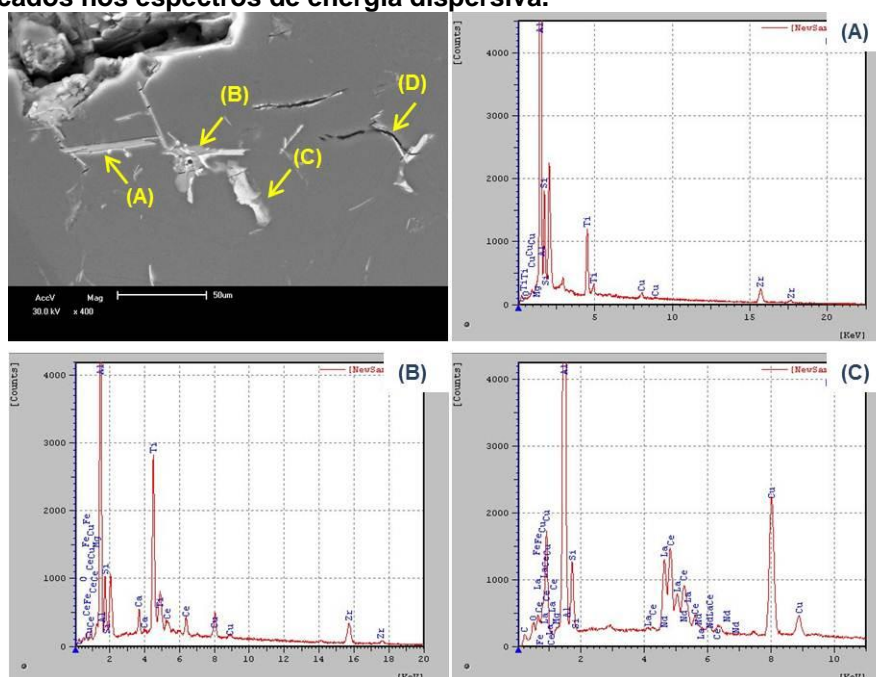
ensaiado e a linha de fratura acompanha a microestrutura da liga, tendo aspecto dendrítico. Já a imagem à direita torna possível a visualização dos intermetálicos junto à linha de fratura.

Figura 50 Microestrutura do perfil de fratura do corpo de prova CP-355CZ-E3T-4. Ataque Keller. Ensaiado a 200°C.



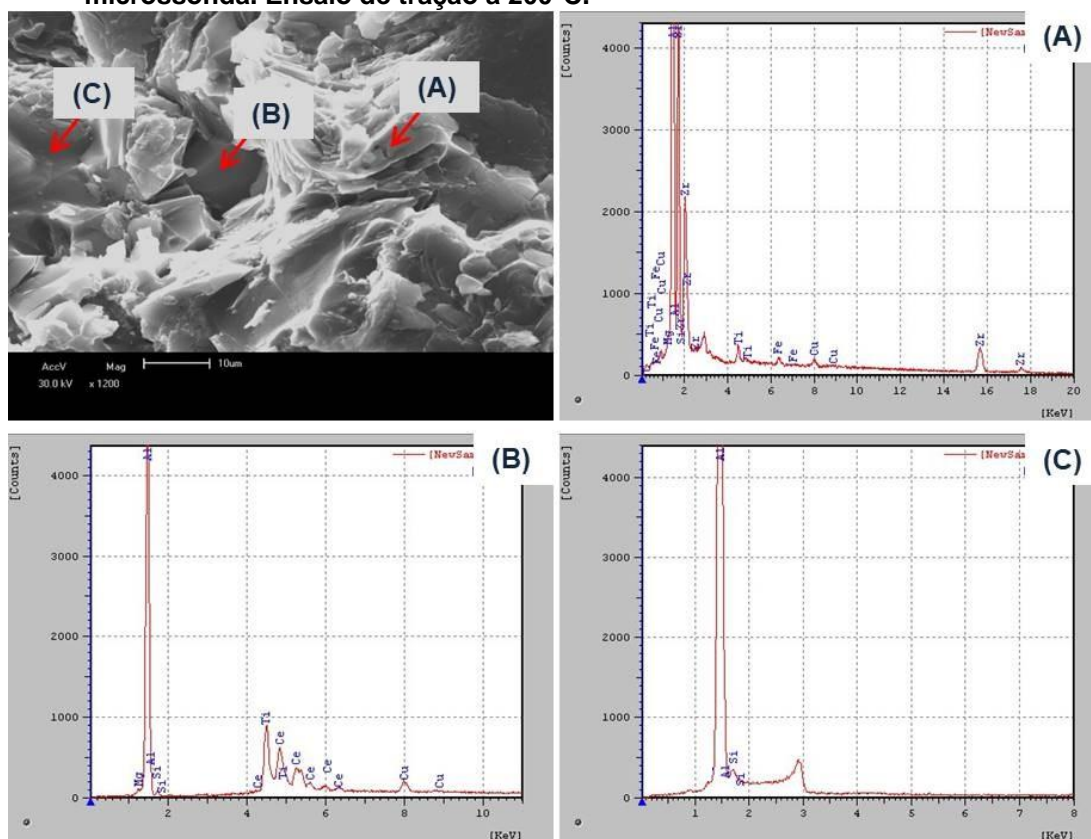
A identificação dos intermetálicos encontrados próximos à superfície está expressa na Figura 51. Os locais de análise estão indicados pelas setas de (A) a (C). Em (A) o espectro de energia dispersiva indica a presença de Al, Si, Cu, Mg, Ti e Zr, já em (B) Al, Si, Cu, Mg, Fe, Ce e Zr e no ponto (C) Al, Si, Cu, Mg, Fe, Ce, La e Nd. Por fim a seta (D) indica uma trinca secundária formada na microestrutura.

Figura 51 Imagens em MEV do perfil de fratura do 355CZ em MEV corpo de prova CP-355CZ-E3T-4. As setas indicam as regiões de análise via microsonda, os resultados estão indicados nos espectros de energia dispersiva.



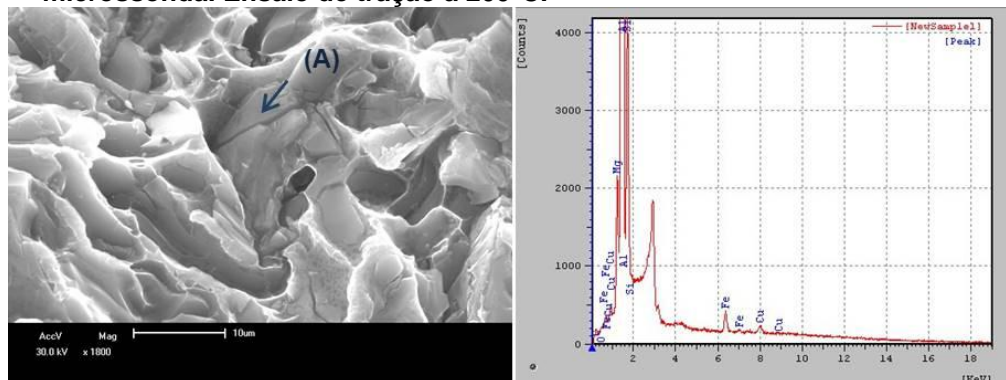
Após a análise do perfil, a superfície de fratura do CP-355CZ-E3T-4 foi analisada. Nas análises indicadas pelas setas da Figura 52 é possível ver três regiões de composição diferente. A seta (A) apresenta uma região composta por Al, Si, Cu, Mg, Fe, Ti e Zr, em (B) a composição apresentada pelo espectro é Al, Si, Cu, Mg e Ti e em (C) Al e Si.

Figura 52 Superfície de fratura CP-355CZ-E3T-4, as setas indicam as regiões de análise via microsonda. Ensaio de tração a 200°C.



Ainda na superfície de fratura do CP-355CZ-E3T-4, a Figura 53 indica a presença de um intermetálico de composição é Al, Si, Cu, Mg e Fe.

Figura 53 Superfície de fratura CP-355CZ-E3T-4, a seta indica a região de análise via microsonda. Ensaio de tração a 200°C.



5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

O capítulo 5 é dedicado a interpretação dos resultados descritos no capítulo 4 e discussão destes baseada no encontrado na literatura, o capítulo será dividido em dois grupos de discussão, em 5.1 a discussão dos resultados da liga 355N e no 5.2 a da liga 355CZ.

5.1. Ensaio da liga AA 355.0 sem modificação

Nesta subseção serão discutidos os resultados obtidos dos ensaios realizados com a liga AA 355.0 sem modificação– liga 355N.

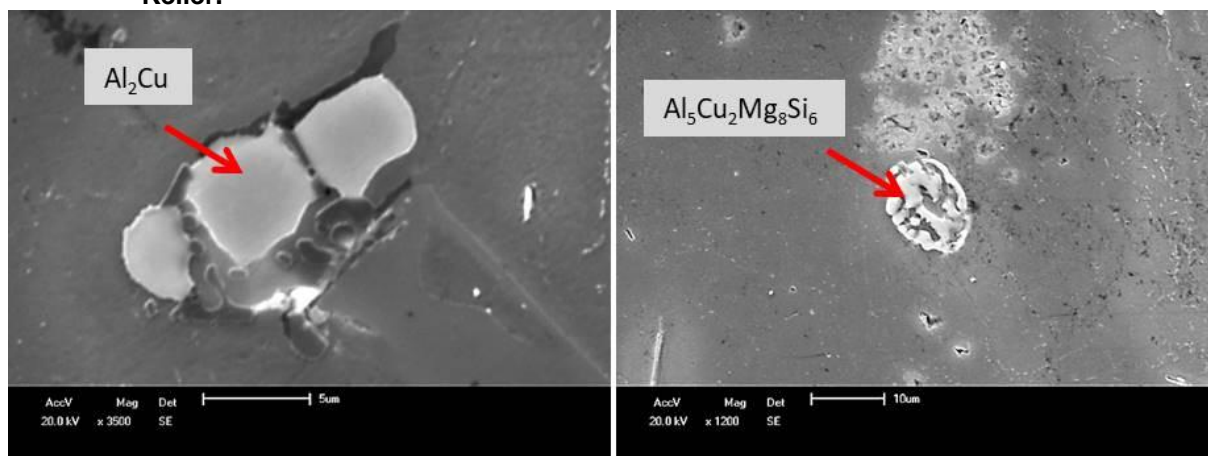
5.1.1. Caracterização da liga fabricada– 355N

A liga fundida para este trabalho apresentou composição química dentro da faixa descrita pela literatura como padrão da liga AA C355 e da AA 355.0, a Tabela 3– subseção 2.4– apresenta as faixas a serem respeitadas e a Tabela 7– subseção 4.1– a análise feita na liga fabricada.

Além da composição química, a dureza e a microestrutura formada pelo processo também foram analisadas. O ensaio de dureza da liga bruta de fusão obteve o valor de 78HBW como média, os resultados estão na Tabela 10. E a Microestrutura foi analisada a partir da Figura 23 que é composta pelas imagens (a), (b) e (c). Em (a) a microestrutura não sofreu ataque químico e apresenta estrutura dendrítica de alumínio primário cercada por partículas de silício eutético e intermetálicos (Ceschinni, et al, 2014). Nas imagens (b) e (c) a amostra foi atacada com o reagente Keller, a região revelada de coloração marrom representa os elementos de liga que segregaram durante a solidificação, nota-se que o ataque realçou os contornos interdendríticos da liga. O plano de corte preparado para metalografia apresenta os intermetálicos com morfologia similar sendo imprecisa sua identificação somente com este ensaio. Então para identificar a composição qualitativa dos intermetálicos presentes na liga, foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica junto à de EDS. A Figura 24 apresenta três intermetálicos de composição distinta, em (a) ele possui coloração mais escura e composição indicando se tratar

da estrutura do eutético Al-Si. Em (b) a morfologia acicular analisada tem composição semelhante à fase Al_5FeSi e em (c) a composição indica a presença de $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$ (TAYLOR, 2012; Ceschini, et al., 2016). Além das composições encontradas nas Figuras anteriormente citadas, também foram encontrados intermetálicos com composição e geometria semelhantes às descritas para o Al_2Cu e para $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, os intermetálicos estão identificados na Figura 54.

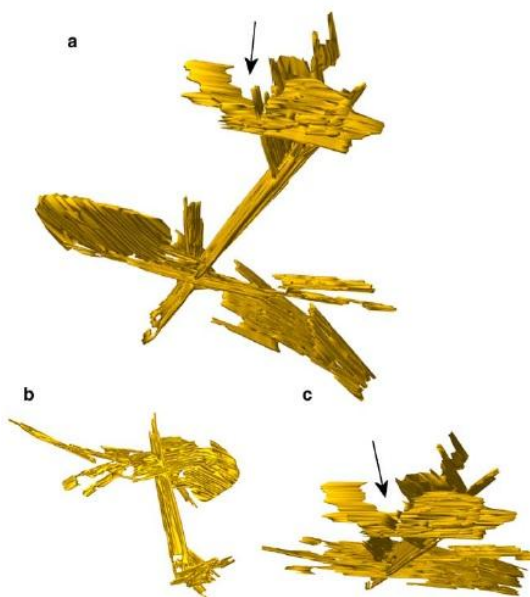
Figura 54 Imagens em MEV dos intermetálicos Al_2Cu e $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$ da liga 355N-BF. Ataque Keller.



Buscando fundamentos em estudos realizados com as ligas de Al-Si, é possível afirmar que a liga fabricada formou na solidificação $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$, $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ e a fase eutética Al-Si (Dinnis, et al, 2005; Tash, et al., 2006; TAYLOR, 2012; Ceschini, et al., 2016; Mrówka-Nowotnik e Sieniawski, 2001).

Cabe ressaltar que a morfologia dos precipitados ricos em Fe é acicular devido ao plano de corte metalográfico. O fato foi confirmado por Dinnis, et al (2005) que fizeram em seu trabalho uma simulação tridimensional de $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ e encontraram estruturas de morfologia complexa que crescem em torno de dendritas pré-existentes. A Figura 55 apresenta três orientações encontradas por eles e as setas representam os locais onde a solidificação ocorreu ao redor de um braço dendrítico pré-existente.

Figura 55 Reconstrução tridimensional de um grupo de plaquetas β - Al_5FeSi . A escala e orientação de cada imagem são diferentes. A aparência ondulada das plaquetas é resultado de um ligeiro desalinhamento entre seções sucessivas.



Fonte: Dinnis, et al.,2005.

5.1.2. Solubilização

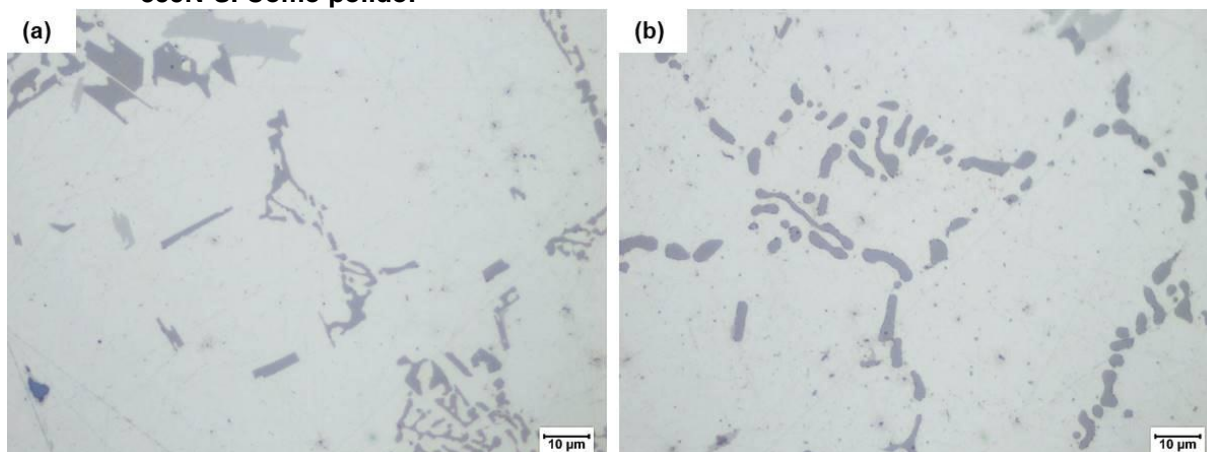
A liga 355N foi solubilizada a partir do Patamar 2, 412°C por 1 hora mais 2 horas a 490°C, seguido de 5 horas a temperatura de 509°C, a amostra foi nomeada por 355N-S. O tempo total de solubilização foi de 8 horas e o tratamento da liga seguiu o convencionalmente feito na aplicação industrial em questão.

O ensaio de dureza apresentado na Tabela 12 indicou que o valor de dureza obtido para a amostra 355N-S foi de 73HBW, uma redução de dureza de 5,8HBW em relação ao estado bruto de fusão. A variação encontrada ocorre em função da dissolução dos intermetálicos formados na solidificação da liga (Mohamed, et al., 2012; Long, et al., 2013).

Após o ensaio de dureza foi realizada a caracterização microestrutural da amostra solubilizada. O tratamento provocou a esferoidização do Si, a Figura 56 apresenta em (a) a amostra bruta de fusão com o silício modificado, mas apresentando morfologia angular. A esferoidização ocorrida na solidificação também foi documentada por Zhu, et al(2012) e citada por Sjölander e Seifeddine (2010), a mudança provocada é indicada como responsável pela melhora na ductilidade da liga. É possível observar na Figura 56 (b) que a solubilização modificou a morfologia

das partículas de Si que em comparação com (a) tendem a ser mais esféricas. No quesito metalógrafo o tratamento térmico apresentou resultados consistentes com a bibliografia analisada.

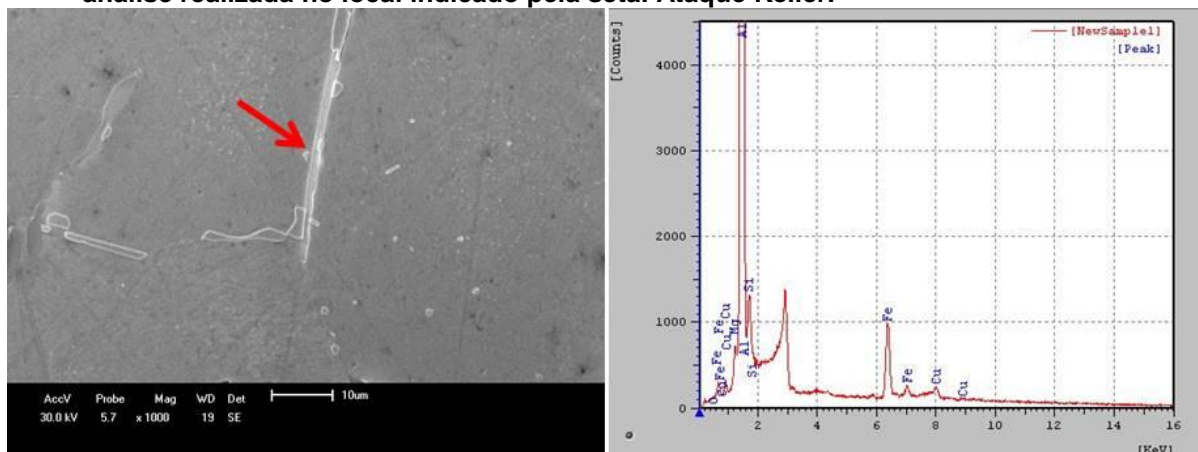
Figura 56 Microestrutura da liga 355N bruta de fusão em (a) e solubilizada em (b) amostra 355N-S. Como polido.



Além da modificação ocorrida com o Si eutético, ainda é possível observar que com a solubilização as áreas citadas na descrição da microestrutura bruta de fusão, Figura 23, como de coloração marrom foram diminuídas. Essa diminuição registrada Tabela 13 (a) é causada pela difusão dos elementos de liga que estavam segregados.

E para identificar os intermetálicos foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura junto com a técnica de EDS. As análises realizadas na amostra solubilizada estão na Figura 31, subseção 4.3, e indicam que os intermetálicos presentes após a solubilização têm a mesma composição que os da condição bruta de fusão da Figura 23. Os espectros de dispersão de energia da Figura 31 indicam a presença do Si eutético e dos intermetálicos de composição Al-Si-Mg-Fe e Al-Si-Fe. Além dos intermetálicos identificados acima, ainda foi encontrado um intermetálico de composição Al-Si-Cu-Mg-Fe. A Figura 57 traz a imagem do intermetálico e seu espectro de energia dispersiva. Não foi observado na literatura nenhum intermetálico específico que contenha a composição do espectro da Figura 57, porém a presença de cobre no intermetálico da análise também foi observada por Ceschini, et al(2014). Os autores citam que provavelmente fases contendo Cu podem ter nucleado em fases pré-existentes ricas em Fe.

Figura 57 Imagem em MEV da amostra 355N-S, à direita o espectro de energia dispersiva da análise realizada no local indicado pela seta. Ataque Keller.



5.1.3. Envelhecimento artificial

Seguindo o ciclo de tratamento térmico, a liga foi submetida ao envelhecimento artificial logo após a solubilização. Para a liga 355N-S foi utilizada a temperatura de 180°C pelo tempo de 8 horas, as amostras submetidas a este parâmetro de tratamento térmico foram nomeadas de 355N-E. A temperatura de ensaio é considerada pela literatura como a ideal para o tratamento da liga AA 355.0 (ASM Metals Handbook v2, 1990).

Após o envelhecimento a amostra apresentou 109HBW de dureza, o valor é 36,5HBW maior que o da amostra solubilizada, ou seja, 50% foi o ganho de dureza após a última etapa de tratamento. O valor é considerado baixo se comparado ao obtido por Ceschini, et al (2012) que foi de 121HBW. Contudo o tratamento térmico realizado pelos autores utilizou 520°C como temperatura de solubilização, esse aumento de temperatura pode ter sido o responsável pela melhor resposta ao envelhecimento encontrada. Sjölander e Sefeddine (2010) já haviam citado que uma dureza maior é encontrada após o envelhecimento caso haja aumento da temperatura de solubilização. A elevação da temperatura teria como efeito o aumento da solubilidade do soluto na matriz fazendo com que os elementos de liga estejam disponíveis em solução sólida com maior proporção.

Mesmo que a diferença de dureza tenha sido grande, a análise metalográfica não apresentou diferenças visíveis. Ao comparar as imagens da Tabela 13(a) com as da Tabela 14(a) é possível notar apenas que os intermetálicos de composição eutética estão com morfologia esférica mais acentuada. Em termos de ataque

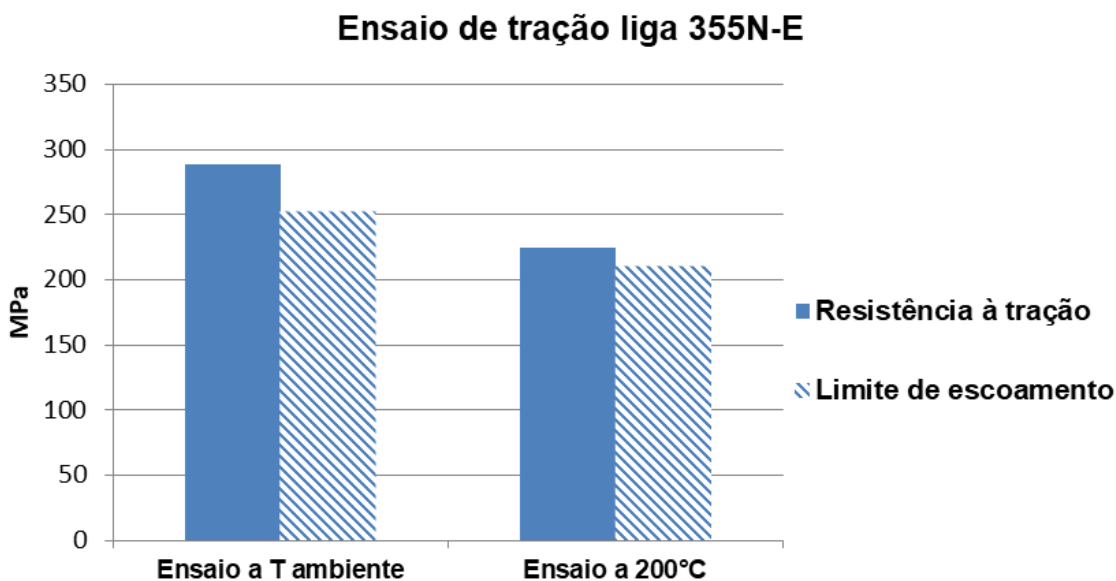
químico, a tonalidade provocada se manteve a mesma indicando que os elementos de liga estão dispersos pela matriz de alumínio. Do mesmo modo, as análises via EDS das Figuras 35 e 36 tiveram como resultado espectros iguais as demais condições da liga. Um detalhe interessante observado nas Figuras 34(b) e 35 é que a morfologia das partículas de Si diferem, sendo alongada nessa e com morfologia poligonal naquela.

5.1.4. Ensaio de tração liga 355N

A liga 355N foi submetida ao ensaio de tração em duas temperaturas, temperatura ambiente e a 200°C. Os corpos de prova foram tratados termicamente seguindo o procedimento descrito nas subseções 5.1.2 e 5.1.3, ou seja, estão envelhecidos a temperatura de 180°C, condição denominada como 355N-E. A Figura 58 apresenta os resultados das médias de resistência à tração e de limite de escoamento encontradas para os ensaios, sendo possível observar que os valores obtidos para temperatura ambiente foram superiores aos obtidos no ensaio a 200°C.

A resistência à tração da liga a temperatura ambiente atingiu o valor de 289 MPa, o resultado está dentro do especificado pelo ASM Metals Handbook, v2 (1994, pg 610). Porém, quando analisados os outros parâmetros do teste, não foram encontrados valores próximos ao indicado pela literatura. Para o limite de escoamento o valor indicado é 185 MPa que é 67 MPa menor que o valor encontrado neste trabalho, 252MPa. A proximidade entre os valores de resistência a tração e limite de escoamento demonstram que os corpos de prova estavam mais frágeis do que o esperado para a liga (Dieter, 1981). Já para o ensaio realizado a 200°C o valor médio encontrado para a resistência a tração foi de 224,72 MPa e para o limite de escoamento foi 210,14MPa. As diferenças entre os ensaios ocorrem devido à influência que a temperatura exerce sobre as propriedades mecânicas dos materiais (Hernandez-Sandoval, et al., 2014; Shaha, et al., 2016). Como o material foi envelhecido a temperatura de 180°C ao submetê-lo a temperatura de ensaio, que é 20°C maior, ocorre a deterioração das propriedades adquiridas com o tratamento térmico.

Figura 58 Resultado da resistência a tração e limite de escoamento do ensaio de tração da liga 355N-E a temperatura ambiente e a 200°C.



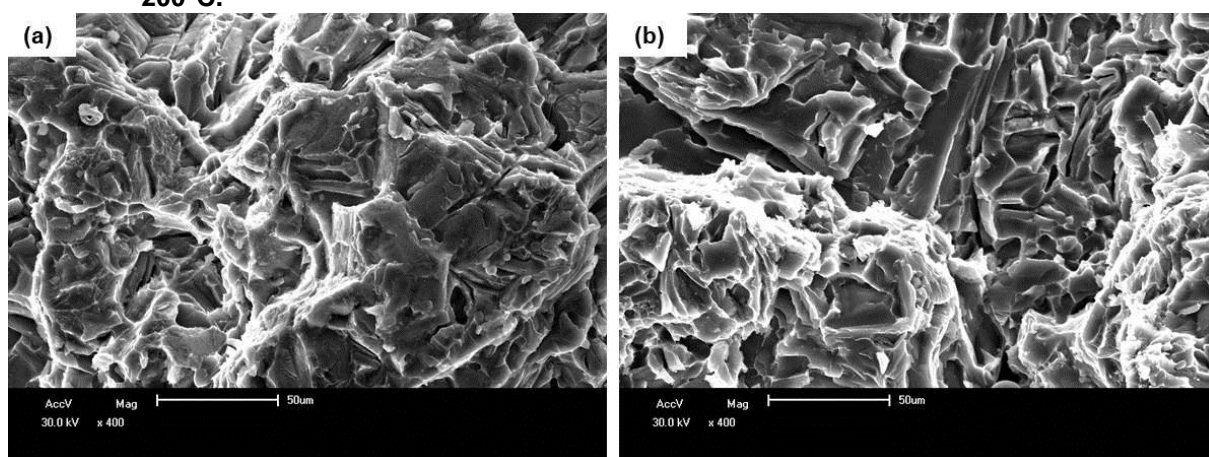
Do mesmo modo, as diferenças nos valores de alongamento e redução de área são esperadas quando são realizados ensaios a diferentes temperaturas. A Tabela 15, subseção 4.5.1, apresenta os dados relativos ao ensaio da liga 355N-E em temperatura ambiente e aponta um valor médio de 2,13% para o alongamento e uma redução de área média de 1,04%. Em contraponto a Tabela 19, subseção 4.5.2, registra os valores para o ensaio a 200°C e no caso do alongamento não foi possível calcular o valor médio do ensaio, pois dos quatro corpos de prova analisados somente em dois casos o alongamento pôde ser medido, sendo 3,0% o maior valor obtido. Já a redução de área obteve valor médio de 3,38%. A temperatura elevada é deletéria para as propriedades mecânicas do material, fato que explica a redução da resistência à tração em 22,25% e do limite de escoamento em 16% quando comparado ao valor do ensaio a temperatura ambiente. A partir dos resultados é possível afirmar que a temperatura teve maior influência nos valores de resistência à tração do que no limite de escoamento.

Para melhor compreender os resultados do ensaio, foram analisados o perfil e a superfície de fratura do CP-355N-E-4 e do CP-355N-ET-3. As análises do perfil de fratura são apresentadas pelas Figuras 37, 38, 46 e 47, não foram observadas diferenças entre o perfil de fratura do ensaio a temperatura ambiente, TA, e o do ensaio a 200°C, fato que pode ser um indicativo de fragilidade da liga visto que as características de fatura indicam este comportamento. A Figura 37 apresenta a

microestrutura do perfil de fratura e na imagem (A) a seta indica a presença de rechupe e a linha de fratura segue a morfologia dendrítica de ligas fundidas. Em (B) é possível perceber a presença de planos na linha de fratura e trincas secundárias nos intermetálicos, sendo um indicativo de que a superfície de fratura terá micromecanismos de falha mistos (Warmuzeck, 2004).

Os intermetálicos presentes na linha de fratura foram identificados na Figura 38 em (A) e (C) ocorreram trincas secundárias e os intermetálicos são ricos em Fe e na seta (B) a composição encontrada foi Al-Si-Cu-Mg. Além do Fe ainda foi encontrado o Ti no perfil de fratura da Figura 47 indicando que os intermetálicos são responsáveis pelos mecanismos de fratura frágil que ocorrem na liga. Como era de se esperar, a análise da superfície de fratura indicou uma intensa participação dos intermetálicos ricos em ferro, Figura 39(B), na ocorrência do micromecanismo de clivagem. Farfoosh e Pekguleryuz (2015) também observaram a mesma ocorrência e indicaram que a fase formada por Al-Si-Mg-Fe tem grande influência aumento da fragilidade da liga. As imagens em MEV que representam as superfícies de fratura, Figuras 39, 40, 48 e 49, das duas temperaturas de ensaio apresentaram os mesmos micromecanismos. A Figura 59 (a) representa o ensaio TA e a (b) o ensaio a 200°C, observando-as não é possível notar influência da temperatura de ensaio nos micromecanismos presentes.

Figura 59 Superfície de fratura 355N-E. Em (a) para o ensaio a temperatura ambiente e em (b) a 200°C.



Assim como as imagens citadas anteriormente a Figura 59 apresenta um misto de fratura dúctil e frágil, conhecida como fratura celular. Warmuzek(2004) cita que esse tipo de ocorrência é comum para materiais polifásicos, onde cada constituinte fratura de acordo com seu próprio mecanismo. Os intermetálicos mais duros clivam

ou permitem o empescoçamento do material mais dúctil ao redor formando uma linha por onde flui a fratura (Dieter, 1981;Shaha, et al., 2016).

5.2. Ensaio da liga AA 355.0 com adição de Ce e Zr– 355CZ

Nesta subseção serão discutidos os resultados obtidos dos ensaios realizados com a liga AA 355.0 com adição de cério e zircônio– liga 355CZ.

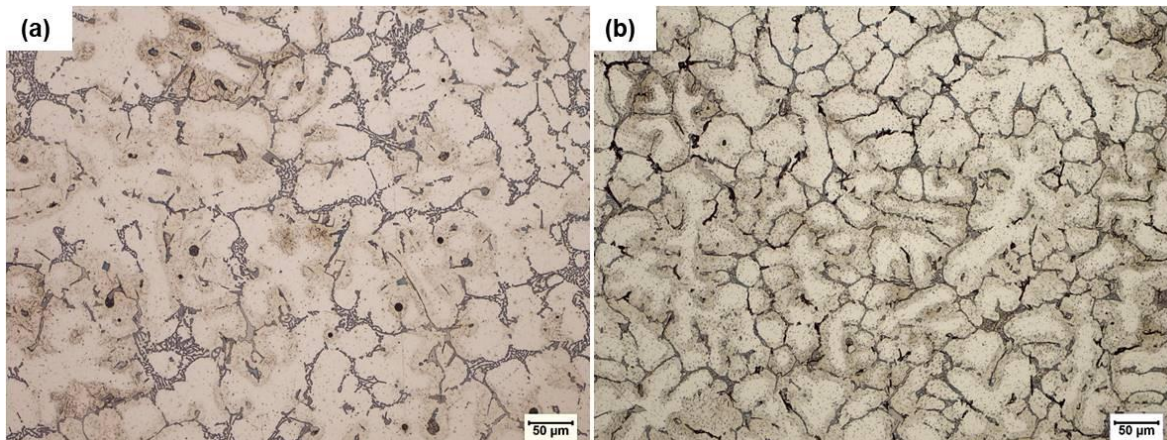
5.2.1. Caracterização da liga fabricada– 355CZ

As ligas fabricadas ficaram com a composição dentro das faixas de limites para a liga padrão AA 355.0, que estão expostas na Tabela 6. A adição de Ce e Zr ocorreu de maneira eficiente nas duas corridas da liga 355CZ. O percentual de Ce em massa incorporado na liga foi de 0,32% para a primeira corrida e de 0,33% para a segunda corrida. Já o percentual de Zr teve uma leve variação na primeira corrida, no meio o teor foi de 0,29% e ao final o valor registrado foi de 0,26%, na segunda corrida o valor ficou em 0,28%. Como já relatado por SANTOS (2010), a incorporação do Zr exige maior atenção, porque depende de temperaturas mais altas que as temperaturas normais de vazamento das ligas de alumínio. Baradarani e Raiszadeh (2010) também elevaram a temperatura do banho para 740°C a fim de adicionar o Zr. O aumento da temperatura de vazamento é necessário, porque com as temperaturas usuais o Zr decanta no fundo do cadinho e não é incorporado a liga.

A dureza da liga atingiu o valor médio de 85HBW, valor que representa um acréscimo de 8% na dureza do material bruto de fusão quando comparado à liga normal. O aumento na dureza global indica que a adição de Ce e Zr já atuam na melhora das propriedades da liga desde sua fabricação (Orlando, et al.,2018; Mahmoud, et al., 2018; Lin, et al.,2014).

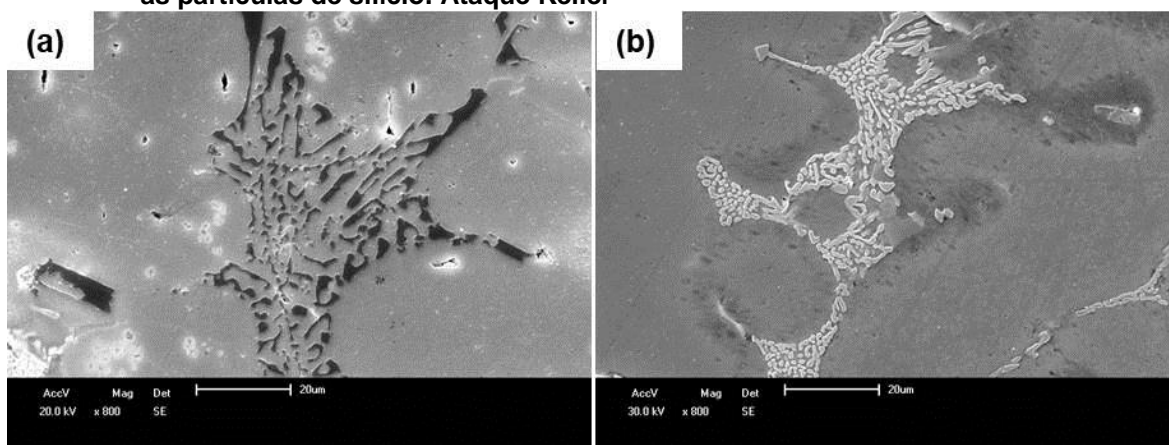
Quanto à análise microestrutural é possível perceber pela Figura 60 que a liga 355CZ, (b), está mais refinada do que do que a liga 355N, (a). O refinamento é causado pelos intermetálicos formados. Segundo Orlando et al. (2018), Lee e Chen (2015) esses intermetálicos de composição $Al_{11}Ce_3$ e Al_3Zr atuam como nucleadores de grão e endurecedores da matriz.

Figura 60 Microestrutura das ligas 355N, (a), e 355CZ, (b), no estado bruto de fusão. Ataque Keller.



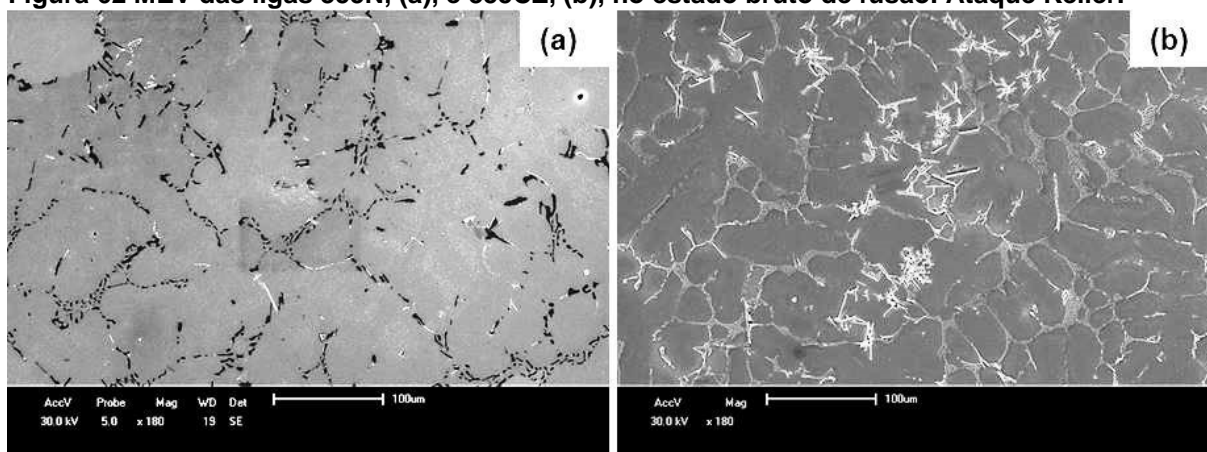
Já na Figura 61 o destaque está na morfologia do Si eutético, em (a) está a liga de composição normal e em (b) a liga com adição de Ce e Zr. Na liga modificada o silício aparece com morfologia mais refinada.

Figura 61 Imagens em MEV da liga 355N, (a), e 355CZ, (b), no estado bruto de fusão detalhando as partículas de silício. Ataque Keller



O destaque até esse ponto ficou em torno da dureza, do refino microestrutural e do refino do silício eutético. Porém ainda há outra grande influência a ser explorada: a adição de novos elementos em uma liga gera novos intermetálicos na solidificação. A, Figura 62, deixa evidente que a inclusão de Ce e Zr provocou o aumento de intermetálicos com morfologia alongada lembrando um bastão. Essas modificações também foram observadas por Samuel, et al.(2018) ao adicionar Ce e La em conjunto com o Ti.

Figura 62 MEV das ligas 355N, (a), e 355CZ, (b), no estado bruto de fusão. Ataque Keller.



Segundo as análises apresentadas nas Figuras 26 e 27 esses intermetálicos de morfologia semelhante a um bastão são formados por Al-Si-Fe, Al-Si-Cu-Mg-La-Ce e Al-Si-Ti-Zr. Como foi visto na caracterização da liga normal, subseção 5.1.1, o intermetálico Al-Si-Fe é formado na liga e remete a possível presença da fase β -Al₅FeSi. Hernandez-Sandoval, et al.(2014) também observaram a formação de Al-Si-Ti-Zr sugerindo como fórmula (Al,Si)₃ (Ti,Zr), porém Kasprzak, et al. (2014) encontraram outra formulação para um intermetálico de mesma composição, Al₁₃Si₂TiZr. Logo para que se possam identificar as fases formadas na liga estudada seria necessário o auxílio de técnicas como difração de Raios-X.

Além dos intermetálicos citados acima, as Figura 26 (A) e (B) e Figura 27 (B), (D) e (E) ainda apresentam intermetálicos de composições diferentes. Na Figura 26 (A) e (B) apresentam fases típicas da liga já discutidas anteriormente. Já a Figura 27 (B) apresenta a formação de um intermetálico espesso de morfologia retangular e com composição Al-Si-Cu-Ce-La, em (D) apresenta a composição típica da fase Al₈FeMg₃Si₆, também já discutida na subseção 5.1.1. E por ultimo em (D) é observa a formação de Al-Si-Cu-Mg-Ce-Ti.

5.2.2. Análise diferencial térmica- DSC- na liga 355CZ bruta de fusão

O ensaio de análise diferencial térmica, DSC, foi realizado na liga 355 com adição de cério e zircônio na condição de como fundida. O gráfico apresentado pelo ensaio, Figura 28, indica em quais temperaturas as reações de fusão ocorreram. Existem diferentes temperaturas de fusão devido aos intermetálicos formados entre os elementos presentes na liga (SAMUEL, 1998).

A Tabela 11 apresenta as temperaturas dos picos identificados na Figura 28(B), a menor temperatura encontrada foi 505°C para o pico 1, esta temperatura corrobora com o indicado por Ceschini, et al., 2014, onde foi encontrado o valor de 502°C para liga 355 sem adição de outros elementos de liga. SAMUEL, 1998, e Sokolowski, et al., 1995, realizaram os ensaios para a liga 319, Al-Si-Cu, e identificaram que para essa temperatura ocorria a fusão de fases ricas em cobre e magnésio como $Al_5Mg_8Si_6Cu_2$ e Al_2Cu . Essa baixa temperatura de fusão dos intermetálicos provoca a fusão incipiente quando a liga é solubilizada em temperaturas iguais ou superiores a 505°C, como é o caso da liga estudada (Mrówka-Nowotnik, Sieniawski, 2011; Ceschini, et al., 2014; Sokolowski, et al., 1995).

Outro ponto que chama atenção é o pico 2, a temperatura desse pico é 538°C e fica muito próxima a maior temperatura de solubilização prevista para este trabalho que é de 530°C. Mediante o exposto, foram escolhidos para teste dois patamares de solubilização, que tem o intuito de elevar as temperaturas de pico para que a solubilização possa atingir temperaturas maiores sem causar prejuízo microestrutural para a liga.

5.2.3. Solubilização

Há um consenso na literatura sobre a solubilização com patamares de elevação de temperatura para as ligas fundidas de alumínio, principalmente, quando as ligas têm alto teor de cobre e magnésio (Gauthier, et al., 1995; Sokolowski, et al., 1995; SAMUEL, 1998). Os intermetálicos formados com o Cu e o Mg possuem baixo ponto de fusão e quando parcialmente fundidos degradam a microestrutura e também contribuem com o aumento de porosidade (Gauthier, et al., 1995; SAMUEL, 1998).

Partindo desse princípio e com base nos dados obtidos nos ensaios da subseção 4.3 foram definidos os patamares. Para o Patamar 1 foi utilizado como referência o trabalho de Ceschini, et al., 2014. Assim, o Patamar 1 foi definido por uma solubilização a 490°C por 2,5h. Já para o Patamar 2 optou-se pela utilização de duas temperaturas, a primeira 412°C por 1h seguida por 2h a 490°C. O Patamar 2 foi definido com base nos parâmetros estudados por Sokolowski et al. (1995) e pelos utilizados em escala industrial.

As amostras solubilizadas com os parâmetros dos Patamares 1 e 2 foram submetidas novamente ao ensaio de DSC para verificar as temperaturas de fusão

que seriam encontradas. A Figura 29 apresenta o gráfico da análise para a amostra solubilizada com o Patamar 1, é possível perceber que ainda há picos a temperaturas menores do que 560°C. Em contraponto, na Figura 30 a presença do primeiro pico ocorre na temperatura de 568°C- a Figura 30 é o resultado da análise da amostra solubilizada no Patamar 2. É importante salientar que o fato de o Patamar 2 ter o primeiro pico registrado em uma temperatura mais elevada influencia para sua escolha, pois segundo Samuel, et al., 2018, a fusão de fases ricas em Ce e La ocorre entre a faixa de 540°C-552°C. Então, quanto mais longe desta faixa o patamar de solubilização elevar o resultado, menor será o risco de ocorrência da fusão incipiente.

Pode-se concluir que os resultados apontam o Patamar 2 como mais eficiente na difusão dos elementos, pois a ausência de picos anteriores a 568°C demonstra que houve a dissolução dos intermetálicos com ponto de fusão menor que essa temperatura (Ceschini, et al.,2014; Mrówka-Nowotnik, Sieniawski, 2011). Os resultados obtidos levaram a escolha do Patamar 2 para ser utilizado como base das solubilizações das amostras da liga AA 355 com adição de Ce e Zr, 355CZ.

Depois de escolhidas às temperaturas do patamar, foram definidas as condições de solubilização testadas na liga 355CZ. Cada condição de solubilização iniciou na temperatura de 412°C, após uma hora a temperatura foi elevada a 490°C e após duas horas foi elevada a temperatura final de solubilização. As temperaturas finais de solubilização para a liga 355CZ foram 525°C, 530°C e 535°C, suas amostras foram nomeadas como 355CZ-S1, 355CZ-S2 e 355CZ-S3, respectivamente. O tratamento de solubilização da liga 355CZ teve duração de 7 horas.

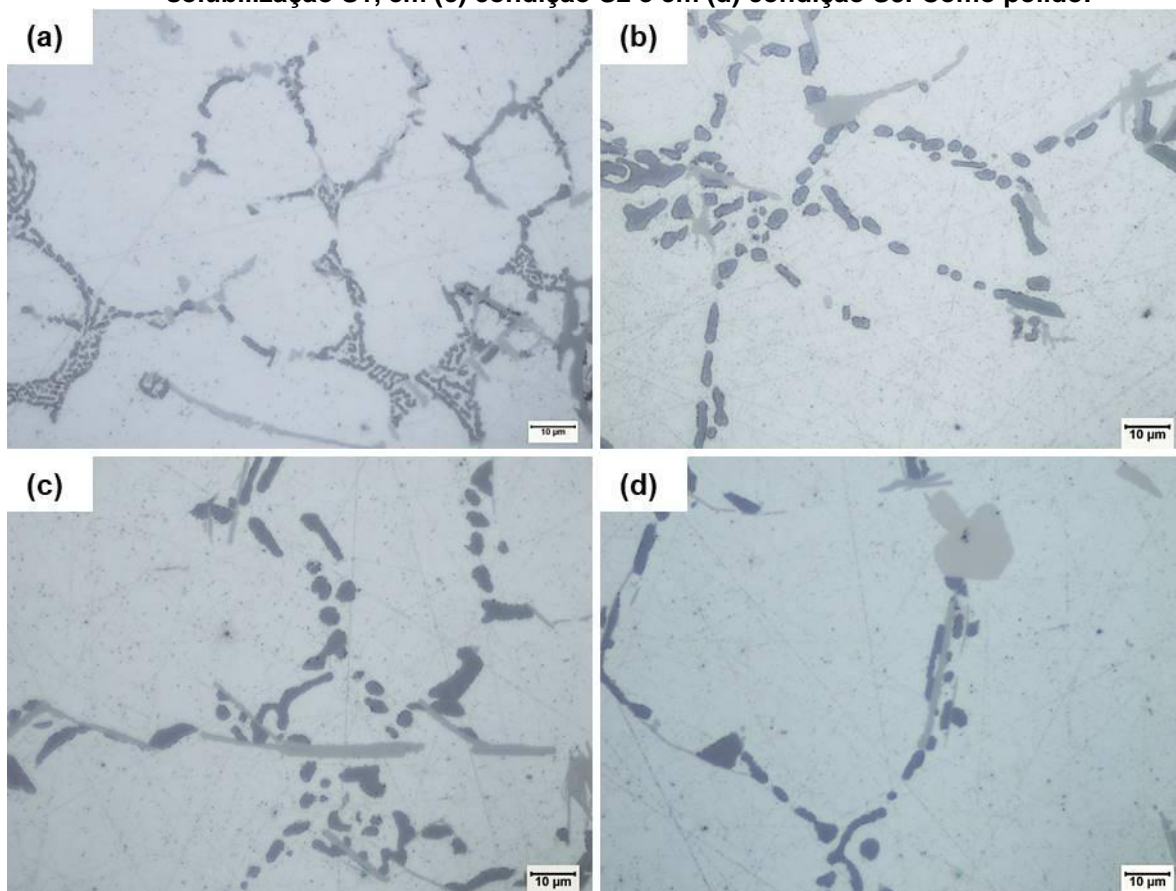
Então, para avaliar os resultados da solubilização foram realizados os ensaios de dureza, análise metalográfica e microscopia eletrônica de varredura. A Tabela 12 apresenta a média de dureza obtida para cada amostra, o menor valor foi registrado para a amostra 355CZ-S3 com 58,5HBW. A variação entre os valores encontrados pode ter ocorrido devido à diferença na temperatura de solubilização, visto que a exposição a temperaturas mais altas facilita a difusão dos elementos e dissolução de fases ricas em Cu e Mg (Sjölander, Seifeddine, 2011; Samuel, et al.,2018). Na avaliação de dureza também é preciso destacar que a porcentagem de redução ocorrida após a solubilização é maior entre as amostras da liga 355CZ do que entre as amostras da liga 355N. Para a liga 355CZ a redução de dureza do estado bruto de fusão para a amostra solubilizada chegou a 31%, no caso da solubilização a

535°C. Em contraponto, a variação de dureza entre a amostra bruta de fusão e a solubilizada da liga 355N foi de apenas 7%.

No entanto, mesmo que a dureza tenha variado entre as diferentes temperaturas de solubilização, a microestrutura não apresentou grandes variações entre as condições estudadas. Quando comparadas as microestruturas das amostras solubilizadas da Tabela 13, seção 4.3.2, com as Figuras 23 e 25, seção 4.1, da condição bruta de fusão das ligas, é possível perceber que ocorreu a homogeneização aparente dos elementos de liga. Ainda é possível notar que entre as microestruturas das amostras solubilizadas não há diferenças microestruturais. As diferenças microestruturais das ligas estudadas se mantiveram as mesmas após a solubilização, ou seja, os precipitados aciculares presentes nas amostras da liga 355CZ continuam presentes mesmo após as diferentes temperaturas do tratamento térmico. Os achados corroboram com os de diversos autores que analisaram diferentes ligas de Al-Si-Mg-Cu (Farkoosh, Pekguleryuz, 2015; Mohamed, et al., 2012; Sjölander, Seifeddine, 2010).

As microestruturas apresentam característica de material fundido, com dendritas de alumínio primário cercadas de partículas de Si eutético e intermetálicos. Sjölander e Seifeddine, 2010, citaram em seu trabalho que a solubilização provoca a esferoidização das partículas do eutético de Si, esse fenômeno também foi observado nesse trabalho. Da mesma forma como na liga 355N, as amostras da liga 355CZ submetidas à solubilização também apresentaram o Si eutético com morfologia mais esférica do que na condição bruta de fusão. A Figura 63 apresenta em (a) a liga 355CZ bruta de fusão, em (b) a condição de solubilização S1, em (c) a condição S2 e em (d) a S3. Além da globularização das partículas citadas anteriormente não foram encontradas outras diferenças microestruturais provocadas pela solubilização.

Figura 63 Microestrutura da liga 355CZ bruta de fusão em (a), em (b) na condição de solubilização S1, em (c) condição S2 e em (d) condição S3. Como polido.



A investigação da composição dos intermetálicos que continuaram presentes após a solubilização, Figura 32, indicou que não houve dissolução completa de nenhuma fase presente na condição bruta de fusão.

5.2.4. Envelhecimento artificial

Os resultados obtidos a partir do envelhecimento artificial das diferentes condições de solubilização foram documentados na Figura 33. A Figura apresenta a curva de dureza obtida pelo tempo de ensaio, as curvas de mesma temperatura de envelhecimento foram sobrepostas para que se avalie a influência da temperatura de solubilização no tratamento térmico.

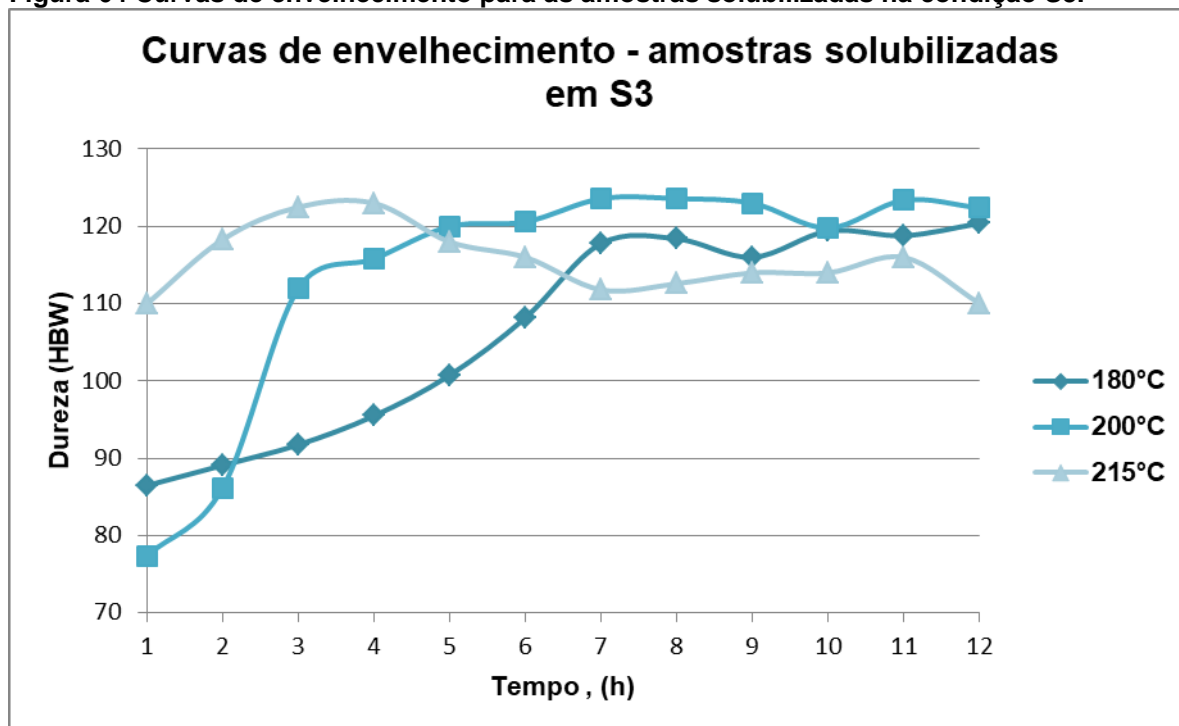
As curvas resultantes do envelhecimento a 180°C, E1, apresentam tendência de crescimento de dureza semelhante, observando que as curvas E1S2 e E1S3 estão com valores acima da E1S1, elas mantêm um comportamento muito semelhante e a partir de 11h de tratamento alcançam um valor médio de dureza de 120HBW, sendo

esse o maior valor desta temperatura de envelhecimento. O segundo conjunto de curvas da Figura 33 representa o envelhecimento a 200°C, E2. O aumento da temperatura de tratamento provocou uma modificação nas curvas, agora a curva correspondente à solubilização S3, E2S3, obteve um desempenho melhor que as outras condições. Além de se manter com valores acima das outras ela ainda obteve o maior valor de dureza do ensaio, 124HBW, em 7 horas, se mantendo estável até o tempo final de tratamento. As curvas E2S1 e E2S2 também obtiveram valores de dureza mais estáveis do que na temperatura de envelhecimento anteriores e atingiram o pico de dureza de 118HBW em 8h e 120HBW em 7h, respectivamente. Uma característica em comum entre as curvas E1 e E2 é que não houve declínio na dureza durante as 12h de tratamento térmico. Contudo não é possível observar essa tendência na curva E3, envelhecimento a 215°C, a curva formada apresenta declínio acentuado e na última hora de tratamento o valor de dureza cai para o mesmo observado na primeira hora. O decaimento das propriedades ocorre porque os precipitados responsáveis pelo endurecimento começam a coalescer mais rapidamente do que em temperaturas mais baixas (BROOKS, 1982). O coalescimento ocorre devido ao aumento da difusão dos elementos provocada pela elevação da temperatura. A temperatura acelera a formação das zonas de Guinier-Preston e faz com que os picos de dureza sejam alcançados em tempos menores, destacando que temperaturas muito elevadas provocam intensa deterioração das propriedades muitas vezes nem chegando a alcançar valores de dureza próximos aos vistos em temperaturas de até 300°C (Shaha, et al., 2016). Esse comportamento é facilmente identificado quando se observa a curva de dureza E3, os picos de dureza foram alcançados em 9, 6 e 3 horas. E3S1 e E3S2 tiveram o mesmo valor para o pico de dureza, 120HBW, diferindo no tempo para obtenção que para a primeira foi de 9 horas e para a segunda foi de 6 horas. Já a curva E3S3 obteve seu maior valor de dureza com apenas 3 horas de tratamento chegando a 123HBW.

As curvas obtidas no envelhecimento da condição de solubilização S3 obtiveram os maiores valores de dureza quando submetidas a temperaturas maiores. Esse comportamento pode ter ocorrido devido a maior eficiência da solubilização, já que o envelhecimento obtém melhores resultados quando há uma maior quantidade de soluto em solução sólida (Sjölander e Seifeddine, 2010). Após esse comportamento ser observado outro fator a ser analisado é o desempenho das curvas S3 com relação às diferentes temperaturas de envelhecimento. A Figura 64 apresenta as

curvas das diferentes temperaturas de envelhecimento para a condição de solubilização S3. É possível observar que o envelhecimento a 200°C, E2, proporcionou uma curva com valores de dureza mais constantes, porém a curva de 215°C conseguiu alcançar um valor de dureza elevado em um tempo de 3 horas.

Figura 64 Curvas de envelhecimento para as amostras solubilizadas na condição S3.



Quando se pensa na aplicação do material em escala industrial, é importante avaliar os tratamentos térmicos e propriedades mecânicas obtidas em condições que influenciem positivamente a linha de produção. Além de ter um tempo de tratamento mais curto o envelhecimento da condição E3 ainda permite que a liga seja aplicada em ambientes que atinjam temperaturas próximas a 215°C. O tratamento da liga convencional discutido na subseção 5.1 permite que um componente fabricado nessas condições trabalhe próximo a 180°C.

No momento em que se comparam os resultados de envelhecimento para a liga sem modificação com os obtidos pela liga 355CZ, é possível observar que mesmo quando tratadas em temperaturas iguais a liga modificada apresenta maiores valores de dureza. Para 8h de envelhecimento a liga normal obteve o valor de 109HBW, já a liga modificada alcançou 118HBW na condição E1S3 um aumento de quase 10%. Xiao, et al.(2003) também observaram o mesmo percentual de aumento de dureza quando fizeram adições combinadas de Ce e Zr em uma liga Al-Cu-Mg-

Ag, os autores concluíram que a adição desses elementos em percentuais iguais causam uma melhora da resposta no envelhecimento artificial.

As influências da adição de Ce e Zr na liga AA 355.0 são ainda mais interessantes quando se analisa o ganho de temperatura de trabalho e o ganho de dureza. O valor de dureza atingido pela liga 355CZ na condição de tratamento E3S3 foi de 123HBW indicando o mesmo ganho de dureza discutido acima, entretanto nessa condição há uma elevação da temperatura em 20% da temperatura habitual. Logo a adição dos elementos Ce e Zr e o conjunto de parâmetros utilizados para tratar E3S3 produziram aumento de dureza, aumento na temperatura a que a liga pode ser exposta e um tempo de tratamento térmico menor do que os habitualmente utilizados. As melhoras observadas são atribuídas a formação de compostos Al_3X (Lee e Chen, 2005) e $Al_{11}X_3$ (Orlando, et al.,2018), esses precipitados seriam responsáveis pelo endurecimento da liga por serem estáveis a temperaturas mais altas.

A análise microestrutural das amostras envelhecidas no pico de dureza, Tabela 14(b) a (d), não trouxe novas diferenças e nem morfologias tanto na comparação entre as condições de envelhecimento como na comparação entre amostra solubilizada e envelhecida. Os espectros de dispersão de energia encontrados para os intermetálicos presentes, Figura 36, também apontaram que não houve mudança de composição, dissolução ou qualquer nova composição senão as que já foram discutidas nas subseções 5.1.1, 5.2.1 e 5.2.2.

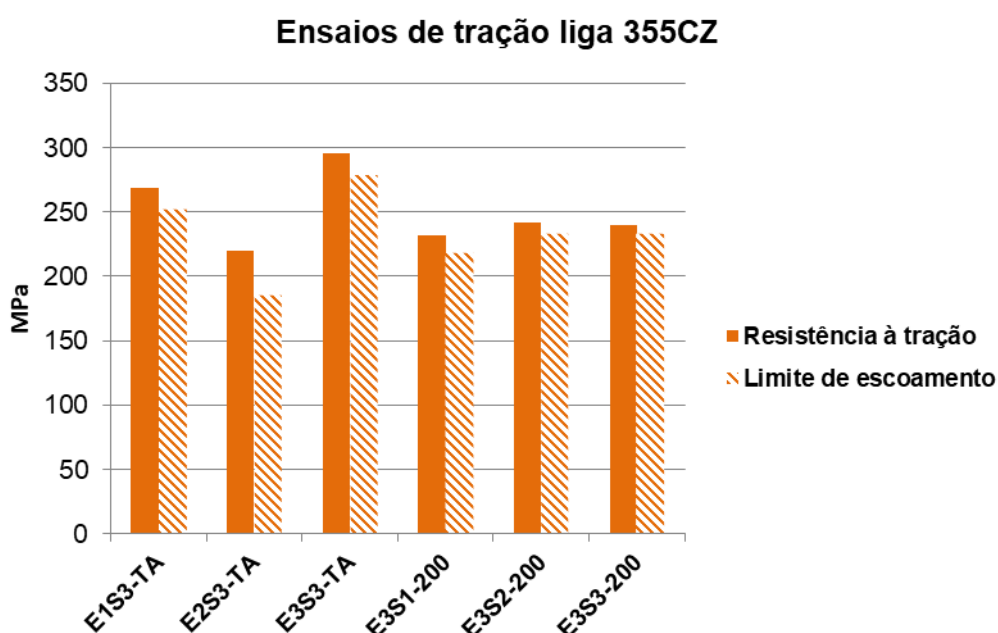
5.2.5. Ensaio de tração

O envelhecimento da liga 355CZ discutido na subseção anterior indicou que quando foi utilizada a solubilização na condição S3 as curvas e o pico de dureza alcançaram valores adequados para a aplicação no tratamento de componentes submetidos à alta temperatura. Então baseado nessa premissa, foram realizados os ensaios de tração em corpos de prova envelhecidos nas condições E1S3, E2S3 e E3S3. O parâmetro que se difere é a temperatura de envelhecimento, mantendo a mesma temperatura de solubilização. Os ensaios de tração foram realizados em temperatura ambiente, TA, e a 200°C os resultados estão nas Tabelas 16 a 18 e 20 a 22.

A Figura 65 apresenta os valores médios obtidos nos ensaios de tração da liga 355CZ. Observando o gráfico de barras é possível perceber que os valores das propriedades mecânicas do ensaio a temperatura ambiente possuem uma oscilação de comportamento. E1S3-TA obteve valores maiores do que E2S3-TA, em contraponto E3S3-TA obteve os maiores valores para a condição TA. Os resultados do ensaio de tração reafirmam o melhor desempenho da liga na condição E3S3.

Além de levar em conta os valores de resistência a tração, RT, e limite de escoamento, LE, também é possível analisar a redução de área obtida nos ensaios. Segundo Dieter (1981) ela é o parâmetro mais sensível à estrutura, com isso é útil para que se detectem mudanças quantitativas no material atribuídas a ductilidade. E1S3 obteve uma redução média de área de 0,83%, sendo que o valor encontrado na maioria dos corpos de prova foi 0,17% indicando que a ductilidade da liga estava baixa quando comparada às outras condições. E2S3 apresentou 1,20% de redução de área e E3S3 1,08%. O maior valor de RT e LE foi obtido nos corpos de prova E3S3 atingindo 295MPa e 279MPa respectivamente. Na resistência a tração o valor foi 5MPa maior que o encontrado para a liga normal e quando se compara o limite de escoamento, a liga 355CZ-E3S3 atingiu um valor 10% maior.

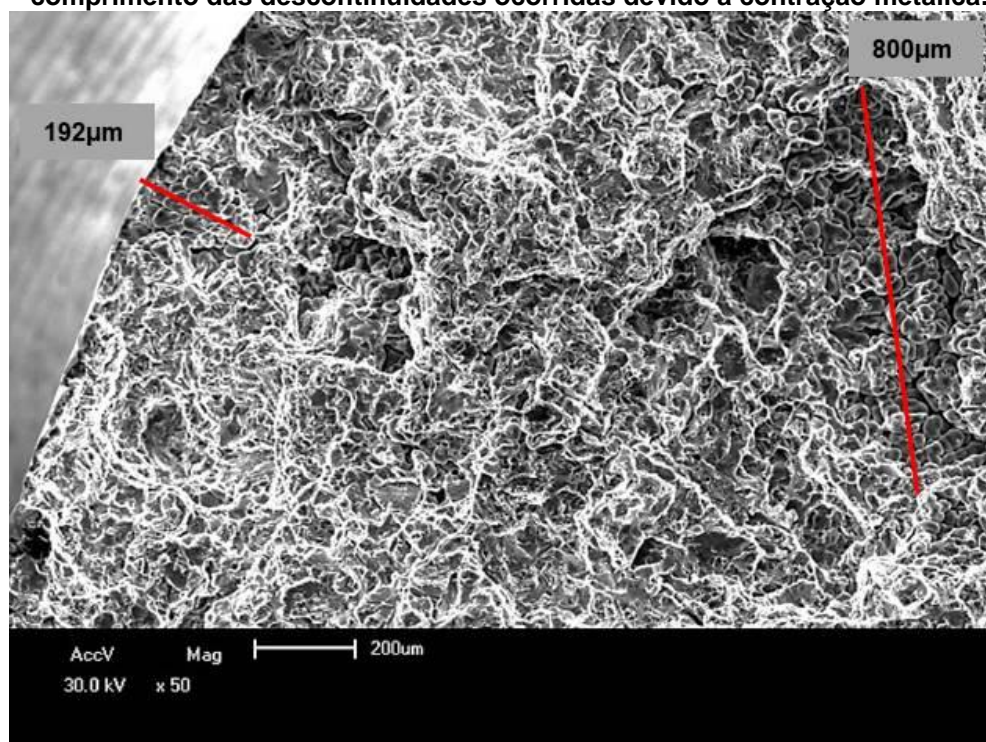
Figura 65 Resultados obtidos com os ensaios de tração da liga 355CZ envelhecidos nas condições E1S3, E2S3 e E3S3.



Ainda na Figura 65, é possível perceber que o ensaio a 200°C apresentou valores mais equilibrados para as propriedades analisadas. Apenas LE de E1S3-

200, 218MPa, apresentou valor inferior aos outros, visto que E2S3-200 atingiu 233MPa e E3S3-200 233MPa. Como a condição E1S3 é envelhecida a 180°C já era esperado que suas propriedades obtivessem valores mais baixos haja vista que um material exposto a uma temperatura maior do que a que foi realizado o tratamento térmico tende a deteriorar suas propriedades devido a menor força presente nas ligações atômicas e ao superenvelhecimento dos precipitados (Sjölander, Seifeddine, 2010; Saha, et al., 2016; Kaufman e Roy, 2004). Novamente o valor de redução de área da condição E3S3, Tabela 22, obteve o melhor conjunto de resultados, mesmo apresentando dois corpos de prova com valor de 0,5%. Pode-se dizer que esses dados estão comprometidos, pois foi realizada a análise da superfície de fratura do CP-355CZ-E3T-2 e constatou-se que havia a presença de descontinuidades em uma proporção muito grande para o diâmetro do corpo de prova produzido. A necessidade de utilizar corpos de prova com as medidas reduzidas indicadas pela norma ASTM E8M podem ter resultado em valores subestimados das propriedades da liga. Como se pode observar na Figura 66, uma das regiões afetadas pelo defeito possui comprimento de 800µm. O defeito aparente na Figura 66 decorre da contração do metal na solidificação, criando espaços não preenchidos dentro do componente (WARMUZEK,2004).

Figura 66 Imagem em MEV da superfície de fratura do CP-355CZ-E3T-2. As linhas indicam o comprimento das descontinuidades ocorridas devido à contração metálica.



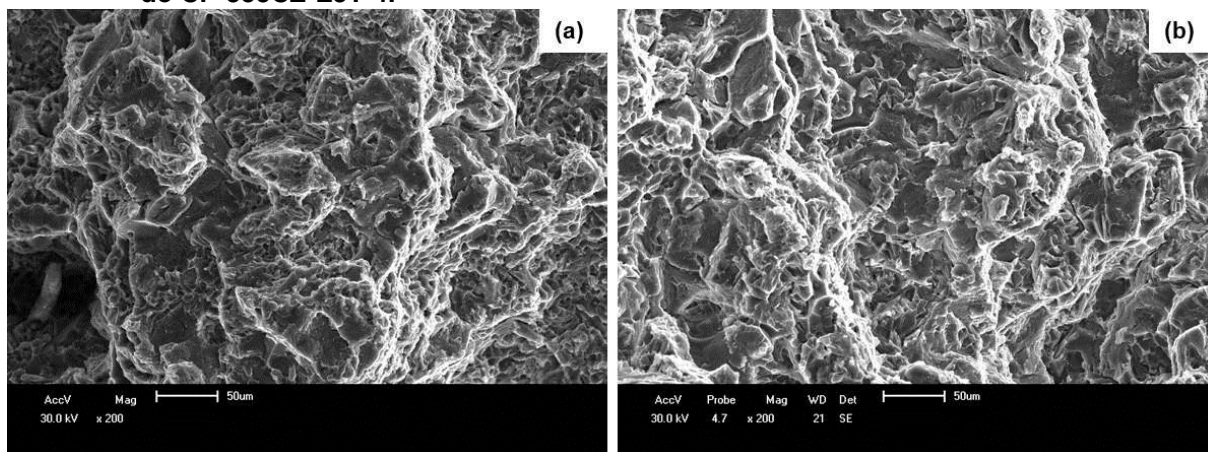
Já o defeito da Figura 67 indica a presença de gases na solidificação que ao tentar escapar geram cavidades como a indicada pela seta. A densidade de descontinuidades é grande em relação aos 6 mm de diâmetro do corpo de prova.

Os dados analisados levam a conclusão que a liga 355CZ após o tratamento térmico E3S3 obteve um desempenho 10% maior do que a liga 355N para o ensaio a temperatura ambiente e 7% maior para o ensaio a 200°C.

Após a análise dos dados obtidos no ensaio de tração, a superfície e o perfil de fratura foram investigados. A microestrutura do perfil de fratura do ensaio TA, Figura 41, e do ensaio 200, Figura 50, indicou que a linha de fratura acompanha a morfologia da microestrutura dendrítica, indicando que os intermetálicos tem grande influência no mecanismo de fratura. Vários autores como Farfoosh e Pegguleryuz (2015) citaram que a morfologia e a densidade dos intermetálicos são fragilizantes no alumínio fundido. Também foi observada a presença de trincas secundárias nos intermetálicos, Figuras 41 e 50. A análise química qualitativa realizada via eds, Figuras 42 e 51, indicou que os intermetálicos mais próximos a superfície de fratura têm em sua composição Fe, Zr, Ti, Ce e La. A presença desses elementos indica que a fratura está ocorrendo ou sendo facilitada devido a elevada dureza que esses compostos possuem.

Subsequentemente, a análise da superfície de fratura, Figuras 43 a 45, 52 e 53, indicou que há múltiplos mecanismos de fratura envolvidos na falha. A fratura é celular, apresentando regiões dúcteis e frágeis, o que representa uma característica das fraturas nas ligas de Al-Si fundidas (Saha, et al., 2016; Mohamed, et al., 2013). Nos planos de clivagem foram encontrados aos elementos Fe, Ti, Zr, Ce e La, contudo a presença de Fe é latente indicando que ele possui uma ação deletéria que pode ser associada a forma acicular dos intermetálicos por ele formados. É possível observar que os elementos que mais influenciam no comportamento frágil das fraturas são os formadores de fases duras, o que difere a liga normal da 355CZ é que na segunda o Zr e o Ce também compõem essas fases responsáveis pelos planos de clivagem. A temperatura de ensaio de tração não modificou os mecanismos de fratura na liga 355CZ, assim como o ocorrido na liga normal. Os dois ensaios produziram fraturas transcristalinas que podem ser observadas na Figura 67, as fraturas quando comparadas com as da Figura 59 indicam que a liga 355CZ esta mais refinada do que a 355N, o aspecto mais grosseiro da fratura da liga normal pode ter sido influenciado pelo Si eutético (Mousavi, et al., 2012).

Figura 67 Imagens em MEV da superfície de fratura dos corpos de prova CP-355CZ-E3-3, (a), e do CP-355CZ-E3T-4.



6. CONCLUSÕES

Os ensaios realizados nas ligas propostas pelo trabalho, AA 355.0 comercial e AA 355 com adição de terras raras e zircônio, foram analisados sob o pressuposto na literatura e foram destacadas na lista abaixo as conclusões que se puderam encontrar.

- A liga AA 355.0 com adição de Ce e Zr quando solubilizada em patamares de elevação de temperatura de 412°C por 1h + 490°C por 2h+ 535°C por 4h e envelhecida na temperatura de 215°C, parâmetros indicados nesse trabalho como a condição E3S3, alcança propriedades mecânicas superiores ao da liga normal. Além do aumento nas propriedades, como é envelhecida a 215°C proporciona um aumento na temperatura de trabalho da liga de 20%. Esse aumento de resistência em alta temperatura é extremamente importante, pois as ligas de alumínio podem expandir suas aplicações.
- A adição de Ce e Zr tornou a estrutura do Si eutético mais refinada do que na liga normal aumentando a dureza da liga tanto na condição bruta de fusão quanto no envelhecimento.
- Ocorreu a formação de intermetálicos com composição Al-Si-Mg-Zr, Al-Si-Cu-Ce-La, Al-Si-Ti-Cu-Zr e também foi encontrado o Zr e o Ti em fases ricas em Fe.
- O aumento da temperatura final de solubilização para 535°C produziu curvas de envelhecimento com valores maiores e menor tempo para atingir o pico de dureza do que quando utilizadas as temperaturas de 525°C e 530°C.
- Os intermetálicos presentes nas ligas na condição bruta de fusão não foram dissolvidos pela solubilização e não modificaram sua composição após o envelhecimento.
- Os intermetálicos que tem em sua composição Fe, Ti, Zr e Ce influenciam na fragilização da liga, pois são responsáveis pela fratura por clivagem.

7. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Com o propósito de dar continuidade ao trabalho que vem sendo realizado no aprimoramento do tratamento térmico de ligas fundidas de alumínio com adição de terras raras e zircônio, são propostas as seguintes sugestões para trabalhos futuros:

- Avaliação da influência da porosidade da liga modificada nas propriedades mecânicas .
- Identificação dos intermetálicos formados a partir do ensaio de difração de Raios-X.
- Avaliação densidade de precipitados presentes na estrutura cristalina devido à adição de terras raras e zircônio via microscopia eletrônica de transmissão.
- Avaliação das propriedades pelo ensaio de fluência, para o caso de expandir a aplicação da liga.

8. BIBLIOGRAFIA

Aguirre-De La Torre, E. et al. Mechanical properties of the A356 aluminum alloy modified with La/Ce. **Journal of Rare Earths**, v. 31, n. 8, p. 811-816, 2013.

Alyaldin, L. et al. Effect of additives and heat treatment on the tensile properties of 354 alloy at 25° C and 250° C. **Materials Science and Engineering: A**, v. 708, p. 77-90, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook. v2. **Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials**. American Society for Metals, 1990.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E8/E8M. **Standard test methods for tension testing of metallic materials**. ASTM international, 2013.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM E21-09 **Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials**, 2009.

ASTM, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E10-18. **Standard Test Method for Brinell Hardness of Metallic Materials**. ASTM International, 2012.

Baradaranl, B.; Raiszadeh, R. Precipitation hardening of cast Zr-containing A356 aluminium alloy. **Materials & Design**, v. 32, n. 2, p. 935-940, 2011.

BEVILAQUA, William Lemos. **Caracterização microestrutural e mecânica da liga 354.0 com adições de cério e zircônio**. 2016. Dissertação (Mestrado em engenharia) Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, Porto alegre, 2016.

BROOKS, Charlie R.; **Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys**. Ohio: American Society for metals, 1982.

Avalle, M. et al. **Casting defects and fatigue strength of a die cast aluminium alloy: a comparison between standard specimens and production components**. International journal of Fatigue, v. 24, n. 1, p. 1-9, 2002.

Ceschini, Lorella et al. **Microstructure, tensile and fatigue properties of the Al–10% Si–2% Cu alloy with different Fe and Mn content cast under controlled conditions**. Journal of Materials Processing Technology, v. 209, n. 15-16, p. 5669-5679, 2009.

Ceschini, L. et al. **Heat treatment response and influence of overaging on mechanical properties of C355 cast aluminum alloy**. La Metallurgia Italiana, v. 5, p. 11-17, 2014.

Ceschini, Lorella et al. **Effect of microstructure and overaging on the tensile behavior at room and elevated temperature of C355-T6 cast aluminum alloy**. Materials & design, v. 83, p. 626-634, 2015.

Ceschini, Lorella et al. **Room and high temperature fatigue behaviour of the A354 and C355 (Al–Si–Cu–Mg) alloys: Role of microstructure and heat treatment**. Materials Science and Engineering: A, v. 653, p. 129-138, 2016.

Chang, Joonyeon; MOON, Inge; CHOI, Chongsool. **Refinement of cast microstructure of hypereutectic Al-Si alloys through the addition of rare earth metals**. Journal of materials science, v. 33, n. 20, p. 5015-5023, 1998.

Chaubey, A K. et al. **Effect of cerium addition on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy**. Transactions of the Indian Institute of Metals, v. 62, n. 6, p. 539–543, 2009

Chen, Zhong-wei et al. **Eutectic modification of A356 alloy with Li addition through DSC and Miedema model**. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 22, n. 1, p. 42-46, 2012.

DIETER, GEORGE E. *Metalurgia Mecânica*, 2ª edição. Ed Guanabara, Rio de Janeiro, 1981.

Dinnis, Cameron M.; Taylor, John A.; Dahle, Arne K. **As-cast morphology of iron-intermetallics in Al-Si foundry alloys**. *Scripta materialia*, v. 53, n. 8, p. 955-958, 2005.

DO LEE, Choong. **Effect of T6 heat treatment on the defect susceptibility of fatigue properties to microporosity variations in a low-pressure die-cast A356 alloy**. *Materials Science and Engineering: A*, v. 559, p. 496-505, 2013.

Elahi, M. Amne; SHABESTARI, S. G. **Effect of various melt and heat treatment conditions on impact toughness of A356 aluminum alloy**. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 26, n. 4, p. 956-965, 2016.

Elgallad, E. M. et al. **Effects of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of AA2618 DC cast alloy**. *Materials & Design*, v. 61, p. 133-140, 2014.

Farkoosh, A. R.; Pegguleryuz, M. Enhanced mechanical properties of an Al-Si-Cu-Mg alloy at 300 C: effects of Mg and the Q-precipitate phase. *Materials Science and Engineering: A*, v. 621, p. 277-286, 2015.

Garza-elizondo, G. H. et al. **Effect of Ni, Mn, Sc, and Zr addition on the tensile properties of 354-type alloys at ambient temperature**. *International Journal of Metalcasting*, v. 11, n. 3, p. 396-412, 2017.

Govindaraju, H. K. et al. **Evaluation of mechanical properties of as-cast Al-Zn-Ce alloy**. *Materials and Design*, v. 31, p. S24-S29, 2010.

Gauthier, J.; Louchez, P. R.; Samuel, F. H. **Heat treatment of 319.2 aluminium automotive alloy Part 1, Solution heat treatment**. *Cast Metals*, v. 8, n. 2, p. 91-106, 1995.

HANDBOOK, A. S. M. **Heat treating, vol. 4**. ASM International, Materials Park, OH, v. 860, 1991.

HANDBOOK, A. S. M. **Alloy phase diagrams**. ASM international, v. 3, p. 2.319, 1992.

Hernandez-Sandoval, J. et al. **The ambient and high temperature deformation behavior of Al-Si-Cu-Mg alloy with minor Ti, Zr, Ni additions**. *Materials & Design*, v. 58, p. 89-101, 2014.

HU, Zhaohua et al. **Phase equilibria in the Al-Zr-Ce system at 773 K**. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 491, n. 1-2, p. 200-202, 2010.

JONATHAN, A L. **Cast aluminum alloy for high temperature applications**. *Automotive Alloys*, v. 1, 2003.

Kasprzak, Wojciech; Amirkhiz, Babak Shalchi; Niewczas, Marek. **Structure and properties of cast Al-Si based alloy with Zr-V-Ti additions and its evaluation of high temperature performance**. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 595, p. 67-79, 2014.

Kaufman, John Gilbert; ROOY, Elwin L. **Aluminum alloy castings: properties, processes, and applications**. Asm International, 2004.

Lee, Jonathan A.; Chen, Po-Shou. **High strength aluminum alloy for high temperature applications**. U.S. Patent n. 6,918,970, 19 jul. 2005.

Lin, Y.; Zheng, Z. Q.; LI, S. C. **Effect of solution treatment on microstructures and mechanical properties of 2099 Al-Li alloy**. *archives of civil and mechanical engineering*, v. 14, n. 1, p. 61-71, 2014.

Long, H. C. et al. **The negative effect of solution treatment on the age hardening of A356 alloy**. *Materials Science and Engineering: A*, v. 566, p. 112-118, 2013.

Massari, Stefania; Ruberti, Marcello. **Rare earth elements as critical raw materials: Focus on international markets and future strategies**. Resources Policy, v. 38, n. 1, p. 36-43, 2013

Menargues, S. et al. **New short T6 heat treatments for aluminium silicon alloys obtained by semisolid forming**. Materials Science and Engineering: A, v. 621, p. 236-242, 2015

Miller, W. S. et al. **Recent development in aluminium alloys for the automotive industry**. Materials Science and Engineering: A, v. 280, n. 1, p. 37-49, 2000.

Mohamed, A. M. A. et al. **Influence of Mg and solution heat treatment on the occurrence of incipient melting in Al–Si–Cu–Mg cast alloys**. Materials Science and Engineering: A, v. 543, p. 22-34, 2012.

Mahmoud, M. G.; Elgallad, E. M.; Ibrahim M. F.; Samuel F. H. **Effect of rare earth metals on porosity formation in A356 alloy**. International Journal of Metalcasting, v. 12, n. 2, p. 251-265, 2018.

Mrówka-Nowotnik, G.; Sieniawski, J. **Microstructure and mechanical properties of C355. 0 cast aluminium alloy**. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, v. 47, n. 2, p. 85-94, 2011.

Mousavi, G. S.; Emamy, M.; Rassizadehghani, J. **The effect of mischmetal and heat treatment on the microstructure and tensile properties of A357 Al–Si casting alloy**. Materials Science and Engineering: A, v. 556, p. 573-581, 2012.

Orlando, R. I. O. S. et al. **Castable high-temperature Ce-modified Al alloys**. U.S. Patent n. 9,963,770, 8 maio 2018.

Ouellet, P.; Samuel, F. H. **Effect of Mg on the ageing behaviour of Al–Si–Cu 319 type aluminium casting alloys**. Journal of Materials Science, v. 34, n. 19, p. 4671-4697, 1999.

Prukkanon, Wattanachai; Srisukhumbowornchal, Nakorn; Limmaneevichitr, Chaowalit. **Modification of hypoeutectic Al–Si alloys with scandium**. Journal of Alloys and Compounds, v. 477, n. 1-2, p. 454-460, 2009.

Rometsch, Paul A.; Zhang, Yong; KNIGHT, Steven. **Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys—Some recent developments**. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 24, n. 7, p. 2003-2017, 2014.

Shaha, S. K. et al. **Ageing characteristics and high-temperature tensile properties of Al–Si–Cu–Mg alloys with micro-additions of Cr, Ti, V and Zr**. Materials Science and Engineering: A, v. 652, p. 353-364, 2016.

Samuel, A. M. et al. **Rare Earth Metal-Based Intermetallics Formation in Al–Cu–Mg and Al–Si–Cu–Mg Alloys: A Metallographic Study**. Advances in Materials Science and Engineering, v. 2018, 2018.

SAMUEL, F. H. **Incipient melting of Al₅Mg₈Si₆Cu₂ and Al₂Cu intermetallics in unmodified and strontium-modified Al–Si–Cu–Mg (319) alloys during solution heat treatment**. Journal of Materials Science, v. 33, n. 9, p. 2283-2297, 1998.

SANTOS, Washington Luis Reis et al. **Efeito de teores de Zr sobre as propriedades mecânicas e elétricas de ligas Al–Cu–Si aplicadas na elaboração de ligas para Tx e Dx de energia elétrica**. 2010. Dissertação (Mestrado em engenharia) Programa de Pós-Graduação em Engenharia mecânica, UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ, Belém, 2010.

Sokolowski, Jerry H. et al. **The removal of copper-phase segregation and the subsequent improvement in mechanical properties of cast 319 aluminium alloys by a two-stage solution heat treatment**. Journal of Materials Processing Technology, v. 53, n. 1-2, p. 385-392, 1995.

Sjölander, Emma; Seifeddine, Salem. **The heat treatment of Al–Si–Cu–Mg casting alloys**. Journal of Materials Processing Technology, v. 210, n. 10, p. 1249-1259, 2010.

TAYLOR, John A. **Iron-containing intermetallic phases in Al-Si based casting alloys**. Procedia Materials Science, v. 1, p. 19-33, 2012.

Tash, M. et al. **Effect of metallurgical parameters on the hardness and microstructural characterization of as-cast and heat-treated 356 and 319 aluminum alloys**. Materials Science and Engineering: A, v. 443, n. 1-2, p. 185-201, 2007.

Tolley, A.; Radmilovic, V.; Dahmen, U. **Segregation in Al₃(Sc, Zr) precipitates in Al–Sc–Zr alloys**. Scripta materialia, v. 52, n. 7, p. 621-625, 2005.

Totten, G. E.; Mackenzie, S. **Handbook of Aluminum; Volume 1: Physical Metallurgy and Processes**. 1st Editio ed. New York: CRC Press, 2003.

VANDER VOORT, George F. et al. ASM handbook. **Metallography and microstructures**, v. 9, p. 44073-0002, 2004.

Wang, Wen-tao et al. **Influences of Ce addition on the microstructures and mechanical properties of 2519A aluminum alloy plate**. Journal of alloys and Compounds, v. 491, n. 1-2, p. 366-371, 2010.

WARMUZEK, Malgorzata (Ed.). **Aluminum-silicon casting alloys: an atlas of microfractographs**. ASM international, 2004.

Xiao, D. H. et al. **Effect of rare earth Ce addition on the microstructure and mechanical properties of an Al–Cu–Mg–Ag alloy**. Journal of Alloys and Compounds, v. 352, n. 1-2, p. 84-88, 2003.

Xu, Cong; Zheng, Ruixiao et al. **The synergic effects of Sc and Zr on the microstructure and mechanical properties of Al–Si–Mg alloy**. Materials & Design, v. 88, p. 485-492, 2015.

Xu, Cong et al. **The effect of scandium addition on microstructure and mechanical properties of Al–Si–Mg alloy: A multi-refinement modifier**. Materials Characterization, v. 110, p. 160-169, 2015.

ZHANHENG, C.H.E.N. **Global rare earth resources and scenarios of future rare earth industry**. Journal of rare earths, v. 29, n. 1, p. 1-6, 2011.

ZHAO, Hua (Ed.). **Advanced direct injection combustion engine technologies and development: diesel engines**. Elsevier, 2009.

Zhu, Man et al. **Effects of T6 heat treatment on the microstructure, tensile properties, and fracture behavior of the modified A356 alloys**. Materials & Design (1980-2015), v. 36, p. 243-249, 2012.