

# Evolução microestrutural da liga de magnésio MRI 230D submetida a diferentes rotas de processamento em estado semissólido: SIMA e Reofundição

Igor Zimpel<sup>1\*</sup>   
Caroline Almeida Santos Fraga<sup>1</sup>  
Sergio Luiz Telles Bartex<sup>2</sup>  
Vinicius Karlinski de Barcellos<sup>1</sup>

## Resumo

O processamento em estado semissólido visa obter uma microestrutura com grãos globulares, refinados e com propriedades isotrópicas, que tende a apresentar melhores propriedades mecânicas que a morfologia bruta de fusão. A liga de magnésio MRI 230D (Mg–Al<sub>6,45</sub>–Ca<sub>2,25</sub>–Mn<sub>0,27</sub>–Sr<sub>0,25</sub>–Sn<sub>0,84</sub>), de alta resistência à fluência, foi submetida a diferentes rotas de processamento em estado semissólido, SIMA (*Strain Induced Melt Activation*) e Reofundição, com o objetivo de avaliar a influência dos processos na microestrutura da liga. Para a rota SIMA a liga foi previamente laminada, em passe único com deformação de 8%, na temperatura de 250 °C. Posteriormente, a liga foi tratada termicamente nas temperaturas de 540 °C e 570 °C, nos tempos de 40 e 60 minutos. Na reofundição o material foi fundido a 660 °C e lentamente resfriado até a temperatura de processamento (595 °C), e então agitado mecanicamente. Os tempos de agitação variaram de 0 (sem agitação), 1, 2, 4 e 8 minutos. Os resfriamentos, em ambos os processos, foram realizados por imersão em água (25 °C). As amostras foram analisadas por microscopia óptica e eletrônica para avaliação da microestrutura, assim como analisadas termicamente. Os resultados mostraram a formação de grãos com maior fator de forma no processo SIMA além de uma morfologia mais grosseira e homogênea do que pelo processo de reofundição.

**Palavras-chave:** Ligas de magnésio; MRI 230D; Semissólido; Microestrutura globular.

## Microstructural evolution of the magnesium alloy MRI 230D submitted to different processing routes in a semisolid state: SIMA and Rheocast

## Abstract

Processing in a semisolid state aims to obtain a microstructure with globular, refined grains and isotropic properties, which tends to present better mechanical properties than as cast morphology. The magnesium alloy MRI 230D (Mg–Al<sub>6.45</sub>–Ca<sub>2.25</sub>–Mn<sub>0.27</sub>–Sr<sub>0.25</sub>–Sn<sub>0.84</sub>) was submitted to different processing routes in a semi-solid state, SIMA (*Strain Induced Melt Activation*) and Rheocasting, to evaluate the influence of these processes on the alloy microstructure. For the SIMA route, the alloy was previously laminated, in single pass with 8% deformation, at the temperature of 250 °C. Subsequently, it was heat treated at different temperatures (540 °C and 570 °C) over 40 and 60 minutes. In the rheocasting process, the material was melted at 660 °C and slowly cooled down to the processing temperature (595 °C) and then mechanically stirred. The mechanical stirring times varied from 0 (without stirring), 1, 2, 4 and 8 minutes. Cooling was performed by immersion in water (25 °C) in both processes. The samples were analyzed by optical and electronic microscopy to evaluate the microstructure, as well as thermally analyzed. The results showed that the SIMA process reach a superior shape factor, in addition to a coarser and homogeneous morphology than rheocasting.

**Keywords:** Magnesium alloys; MRI 230D; Semisolid; Globular microstructure.

<sup>1</sup>Laboratório de Fundição, LAFUN, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS, Porto Alegre, RS Brasil.

<sup>2</sup>Centro Universitário Ritter dos Reis, UNIRITTER, Porto Alegre, RS, Brasil.

\*Autor correspondente: ig\_zi@hotmail.com



## 1 Introdução

As ligas de magnésio possuem diversas vantagens como uma excelente relação peso/resistência, alta capacidade de reciclagem, baixa densidade, entre outras. Com base nessas características, nos últimos anos, as pesquisas sobre desenvolvimento de ligas de magnésio para aplicação industrial têm aumentado significativamente, substituindo materiais como aço, alumínio e plásticos estruturais. Entretanto, propriedades como ductilidade e tenacidade são geralmente inferiores às das ligas de alumínio, além disso, a aplicação das ligas de magnésio é limitada devido à sua baixa resistência à fluência [1]. A adição de elementos de liga, como Al, Ca e elementos terras raras (*mischmetal*), mostraram-se eficazes na melhoria do desempenho mecânico de ligas de Mg em altas temperaturas. Porém, os problemas de baixa tenacidade e ductilidade ainda permanecem. O processamento em estado semissólido torna-se uma possível solução para o problema, a alteração da morfologia bruta de fusão obtida na solidificação para uma microestrutura mais homogênea com alto fator de forma, traz resultados benéficos nas propriedades das ligas de Mg [2,3].

Existem diversos processamentos em estado semissólido, entre eles a rota de processamento SIMA que envolve deformação e posterior tratamento em estado semissólido, sendo a deformação a força motriz para a globularização da microestrutura. A deformação deve ser realizada acima da temperatura de recristalização da liga. Os principais parâmetros do processo são: grau e temperatura de deformação, fração sólida, tempo e temperatura do tratamento isotérmico e a taxa de resfriamento. No processo, o material bruto de fusão é conformado mecanicamente. Em seguida, é aquecido até uma temperatura dentro do intervalo de solidificação (estado semissólido) e tratado isotermicamente. Posteriormente o material é resfriado rapidamente para o congelamento da microestrutura formada. A fusão parcial do material no estado semissólido favorece a modificação morfológica da estrutura primária dendrítica em estruturas globulares. O comportamento de crescimento dos grãos, no tratamento isotérmico, é explicado pelo modelo de Ostwald Ripening, no qual apresenta o mecanismo de coalescência de estruturas esféricas, onde os glóbulos maiores crescem às custas dos menores devido à menor energia de superfície [4,5].

A reofundição é outra forma de processamento em estado semissólido. No processo é aplicado uma agitação diretamente no material em estado semissólido, tendo como finalidade cisalhar a fração sólida presente, formando uma microestrutura globular envolta pelo líquido remanescente. Os principais parâmetros de processo são: tempo de agitação, taxa de resfriamento, tipo de agitação, fração sólida e velocidade de agitação. A variação de cada

um desses parâmetros afeta diretamente a microestrutura resultante [6]. A formação de estruturas globulares ocorre devido às tensões de cisalhamento causadas pela agitação, assim como o fluxo de soluto, que ocorre devido à diferença de solubilidade entre o sólido e o líquido, e devido à forma globular ser a morfologia de menor energia livre no sistema. A agitação é essencial para a formação de uma estrutura esférica e, se for interrompida, a globularização também é interrompida, o que leva a novas formações dendríticas a partir dos glóbulos formados, sendo necessário um resfriamento rápido posterior ao processamento. O modelo de Ostwald Ripening também é proposto para explicar o comportamento de crescimento da região globular. É um processo que não envolve deformação ou tratamento térmico em estado semissólido, sendo a globularização promovida diretamente na solidificação do material. A reofundição é um processo de baixo custo, no entanto, requer mão de obra qualificada e um controle rígido do processo [7].

A liga de magnésio MRI 230D foi desenvolvida para fundição sob pressão com aplicação em altas temperaturas, apresentando boa resistência mecânica e à corrosão, alta resistência à fluência e baixo custo. Por outro lado, a liga MRI 230D apresenta baixa tenacidade e ductilidade quando comparado com outras ligas comerciais de magnésio.

Os principais elementos de liga são Al, Ca, Sr e Sn. Além disso, uma baixa porcentagem de Mn é adicionada a fim de aumentar a resistência à corrosão [1,8,9]. Portanto, havendo poucos estudos sobre o tratamento em estado semissólido em ligas de Mg resistentes em altas temperaturas, este trabalho tem por objetivo comparar a microestrutura da liga de Mg MRI 230D quando submetida a diferentes processamentos em estado semissólido, os processos SIMA e a reofundição.

## 2 Materiais e métodos

A liga de magnésio MRI 230D utilizada no experimento foi fornecida pela empresa RIMA Industrial S/A. A composição química nominal da liga, analisada por ICP-AES (Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Acoplado Indutivamente), fornecida pela empresa é apresentada na Tabela 1.

### 2.1 SIMA

Para o experimento o lingote da liga foi seccionado em 12 amostras com dimensões de 125x12x55 mm. Para a laminação foi utilizado um laminador Demag com potência de 49kW e rotação de 27 rpm, em passe único, com 8% de

**Tabela 1.** Composição química nominal da liga MRI 230D (% em massa)

Al	Ca	Sr	Sn	Mn	Mg
6,45	2,25	0,25	0,84	0,27	Balanco

deformação. O grau de deformação foi calculado conforme a Equação 1.

$$(h_0 - h_1) / h_0 \times 100 \quad (1)$$

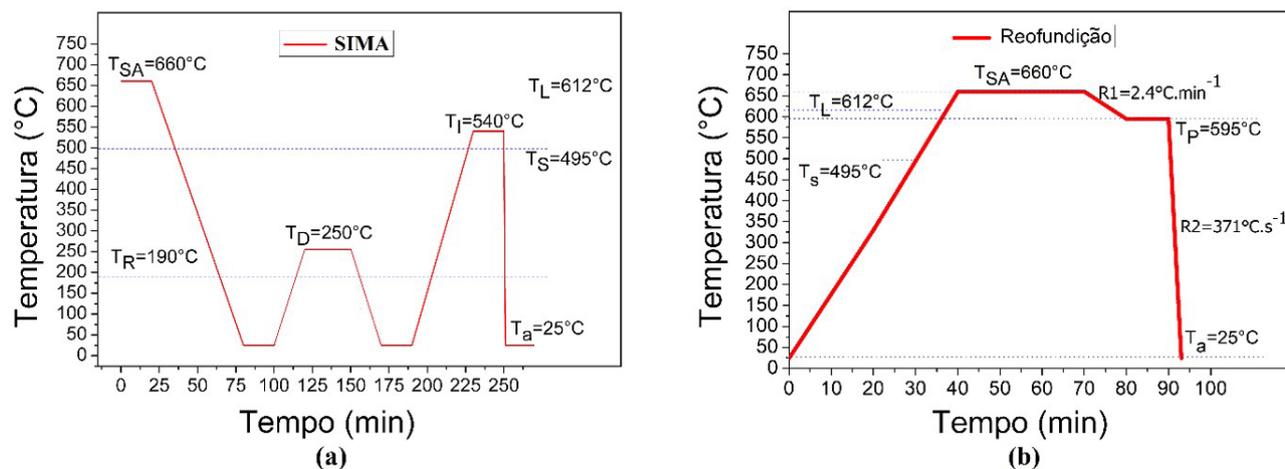
Onde  $h_0$  é a espessura de entrada do material,  $h_1$  é a espessura de saída do material. Para o aquecimento das amostras foi utilizado um forno resistivo do tipo mufla, marca Hevi Duty modelo 0771-A, com potência de 2,5kW. A Figura 1a apresenta as condições em que foi realizado o experimento SIMA. As amostras foram pré-aquecidas por 30 minutos a uma temperatura de 250 °C, acima da temperatura de recristalização da liga ( $\approx 190$  °C), em forno mufla e, posteriormente, laminadas. Para a realização do tratamento térmico, o material foi seccionado em amostras de 20x10x10 mm e submetido ao tratamento isotérmico em 4 diferentes condições, nas temperaturas de 540 °C e de 570 °C com os tempos de 40 e 60 minutos. Para evitar a oxidação explosiva do magnésio, o material foi isolado da atmosfera do forno com papel-alumínio. Para o controle da temperatura acoplou-se um termopar do tipo K no núcleo das amostras. O resfriamento foi realizado por imersão na água (25 °C).

Sendo a deformação um dos principais parâmetros do processo, foram avaliados diferentes graus de deformação da liga MRI 230D, 4% e 8%. O objetivo da deformação é introduzir no material uma quantidade crítica de energia, sob forma de discordâncias, para que ocorra recristalização durante o aquecimento, obtendo-se grãos globulares e refinados [6,11]. A baixa deformabilidade plástica das ligas de magnésio deve-se a sua estrutura hexagonal compacta que possui baixo número de sistemas de deslizamento, o que representa um fator limitante quando o objetivo é um elevado grau de deformação. O tratamento térmico subsequente representa o aspecto mais importante no controle da microestrutura, nesta etapa ocorre a recristalização e a

refusão parcial do material. Parâmetros como a temperatura e o grau de deformação são fatores críticos para o controle da microestrutura resultante. A fração sólida também é um dos principais parâmetros, sendo recomendado valores entre 50% e 90% [5,12]. Neste trabalho foram comparadas diferentes frações sólidas nos tratamentos isotérmicos, aproximadamente 55% (570 °C) e 70% (540 °C), a fim de avaliar sua influência na microestrutura.

## 2.2 Reofundição

Para o experimento os lingotes de magnésio foram fundidos em forno de resistivo (4kW), com atmosfera protetora de argônio (5 L.min<sup>-1</sup>). O forno utilizado consiste em um cadinho de aço inoxidável SAE 420 com dimensões de 240 x 118 mm (altura e diâmetro). A tampa do forno tem acesso ao sistema de injeção de argônio, assim como acesso para os tubos de coleta das amostras e os termopares. A agitação mecânica foi realizada através de um rotor acoplado a uma ferramenta de agitação (pá retangular com duas lâminas) com as dimensões 110 x 25 x 3 mm. O agitador foi pré-aquecido a 595 °C e acoplado a um motor elétrico (3/4 HP), a velocidade nominal de agitação foi ajustada em 950 rpm. A fração sólida recomendada por diversos autores varia entre 10% e 50% [7,13]. Neste experimento a fração sólida foi fixada em 25% (595 °C). Para avaliação do comportamento da liga MRI 230D em diferentes tempos de agitação, as amostras foram coletadas nos seguintes tempos: 0, 1, 2, 4 e 8 minutos. O tempo de agitação de 0-minuto significa que a pasta de magnésio não foi agitada. As amostras foram coletadas com tubos de aço, pré-aquecidos a 595 °C, com o diâmetro interno de 6 mm, espessura de parede de 1,2 mm e comprimento de 400 mm. Os tubos foram acoplados a uma bomba de vácuo (550 W) para coleta da pasta reofundida. As amostras coletadas foram imediatamente imersas em água (25 °C). Para cada experimento (0, 1, 2, 4 e 8 min) foram coletadas



**Figura 1.** Ciclo térmico aplicado. (a) SIMA:  $T_{SA}$  – Temperatura de superaquecimento,  $T_R$  – Temperatura de recristalização aproximada,  $T_D$  – Temperatura de deformação,  $T_I$  – Temperatura do tratamento isotérmico,  $T_a$  – Temperatura ambiente. (b) Reofundição:  $T_L$  e  $T_S$  – Temperaturas *Solidus* e *Liquidus*,  $T_{SA}$  – Temperatura de superaquecimento,  $T_P$  – Temperatura de processamento,  $T_a$  – temperatura ambiente, R1 e R2 – Taxas de resfriamento. Fonte: Adaptado de Zimpel [10].

4 amostras, totalizando 20, posteriormente utilizadas para análise microestrutural.

Em cada experimento foram utilizados dois termopares: um posicionado no interior do forno e outro no banho de magnésio fundido. O ciclo térmico utilizado é mostrado na Figura 1b.

A velocidade de agitação (950 rpm) e o tipo de agitação (mecânica) foram mantidos iguais.

### 2.3 Análise térmica e microestrutural

Após o resfriamento, as amostras foram seccionadas transversal e longitudinalmente para a análise metalográfica. O ataque químico foi realizado com Nital 1% por 3 segundos. As amostras foram analisadas em microscópio óptico modelo BX60M-OLYMPUS e em microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo XL30-PHILIPS, acoplado a um espectrômetro de energia dispersiva (EDS). O software ImageJ versão 1.51n foi usado para analisar as imagens.

As temperaturas *Liquidus* ( $T_L$ ) e *Solidus* ( $T_S$ ) foram obtidas através do método CA-CCTA (*Computer-aided Cooling Curve Thermal Analysis*), uma técnica de análise térmica que relaciona as mudanças térmicas na curva de resfriamento às transformações de fase. A correlação entre os pontos de inflexão da curva de resfriamento e sua derivada permite um melhor entendimento das transformações e reações observadas na solidificação do material com o auxílio de termopares [14]. O material foi resfriado no interior do forno para a obtenção da curva de resfriamento lento. A medição das temperaturas foi realizada utilizando termopares tipo K (1,6 mm de diâmetro e limite de erro de  $\pm 0,75\%$ ) com bainha de aço inoxidável e 1 m de comprimento, utilizando o sistema National Instruments (10 Hz) com o auxílio do software LabView 8.2.

O cálculo da fração sólida em função da temperatura foi realizado por meio da Equação Scheil (1942), que considera a mistura completa no líquido e ausência de difusão no sólido:

$$f_s = 1 - (TS - TP) / (TS - TL)^{1/k-1} \quad (2)$$

Onde  $f_s$  representa a fração sólida ( $0 < f_s < 1$ ),  $T_L$  a temperatura *Liquidus* (612 °C),  $T_S$  a temperatura de fusão do Mg puro (650 °C),  $T_p$  a temperatura de processamento (595 °C) e  $k$  o coeficiente de partição (0,27). O coeficiente de partição foi calculado a partir do diagrama de fases Mg-Al [6,13,15].

O fator de forma (SF) é um importante parâmetro microestrutural possuindo relação direta com as propriedades mecânicas dos materiais [16,17]. Dessa forma o fator de forma foi utilizado para avaliar os glóbulos mais significativos, dado por:

$$SF = (4\pi A) / p^2 \quad (3)$$

Onde SF é o fator de forma, A a área e p o perímetro da fase primária  $\alpha$ -Mg.

Os efeitos da taxa de resfriamento na microestrutura interglobular remanescente foram analisados por meio da

medição do espaçamento dendrítico secundário (SDAS), comumente utilizado para avaliar o refinamento da microestrutura [18,19]. Foi medido através interceptação linear, que é baseado no comprimento médio entre os braços adjacentes, representado por:

$$SDAS = L / (n - 1) \quad (4)$$

Onde L é a distância centro a centro do espaçamento do braço dendrítico secundário e n é o número de ramos.

## 3 Resultados e discussão

### 3.1 Análise térmica

A Figura 2a mostra a curva de resfriamento da amostra resfriada lentamente. As linhas tracejadas vermelhas indicam as temperaturas de cada ponto de inflexão. Pode-se observar que a solidificação começa a 612 °C ( $T_1$ ), com mais três transformações de fase a 604 °C ( $T_1$ ), 528 °C ( $T_2$ ) e 499 °C ( $T_3$ ). Finalmente, em 495 °C ( $T_3$ ), a solidificação termina. Janz (2008) e outros autores [8,9,20], investigaram as transformações de fase da liga MRI 230D. A solidificação inicia com a formação de uma fase intermetálica do sistema Al-Mn. Em seguida, forma-se a matriz de magnésio ( $\alpha$ -Mg), em temperaturas ligeiramente acima de 600 °C. Por volta de  $T_2$ , as fases do sistema Al-Ca-Sr começam a se formar. Por último, formam-se as fases intermetálicas dos sistemas Al-Mn e Mg-Sn, em aproximadamente  $T_3$ , resultantes da saturação de Sn e Mn no líquido. A solidificação termina em cerca de 500 °C. Na Figura 2(c) e (d), são mostrados os resultados obtidos na análise de EDS. Combinando análise térmica, MEV, EDS e resultados da literatura as fases são provavelmente as seguintes: a fase primária  $\alpha$ -Mg; as fases  $Al_2Ca$  e  $(Mg, Al)_2Ca$ , que exibem estrutura fina e alongada; a fase  $Al_4Sr$ , com morfologia lamelar refinada; a fase  $Al_xMn_y$ , precipitado facetado ao longo da região interglobular e na fase primária  $\alpha$ -Mg, sendo provavelmente as fases  $Al_8Mn_5$ ,  $Al_{11}Mn_4$  ou  $Al_4Mn$ ; e por último, a fase  $Ca_{2-x}Mg_xSn$ , com forma irregular dispersa na região interglobular. As temperaturas encontradas foram semelhantes à literatura. Pequenas discrepâncias nas temperaturas podem ser devido à precisão dos termopares ou diferenças na composição química. Na Figura 2b é mostrado a microscopia óptica da amostra bruta de fusão.

### 3.2 SIMA

Na rota SIMA a deformação é aplicada acima da temperatura de recristalização do material. A força cisalhante aplicada no material (laminação) promove a quebra ou a deformação da microestrutura dendrítica bruta de fusão, apresentada na Figura 2 (b) e (c). Em temperaturas acima do ponto de recristalização há reorganização das discordâncias e novos contornos de grão são formados. No estado

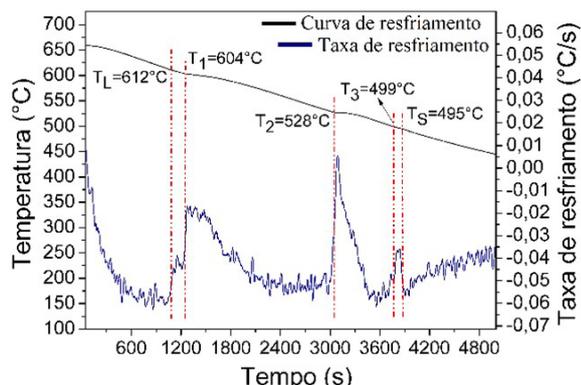
semissólido, à medida que o tempo de retenção aumenta, a tendência é que haja penetração do líquido entre os braços dendríticos fragmentados, ativando a globularização dos grãos. O coalescimento ocorre quando os grãos adjacentes se unem devido à menor energia superficial, o que pode levar à formação de grãos maiores e irregulares [5,21]. Os diferentes graus de deformação avaliados mostraram que para 4%, não houve uma globularização satisfatória, entretanto, com 8% de deformação, a globularização foi satisfatória. As microestruturas obtidas são apresentadas na Figura 3.

A Figura 3 apresenta a evolução microestrutural para as isoterma de 540 °C e 570 °C da rota de processamento SIMA nos tempos de 40 e 60 minutos. O tempo de 20 minutos também foi analisado, porém não foi suficiente para promover

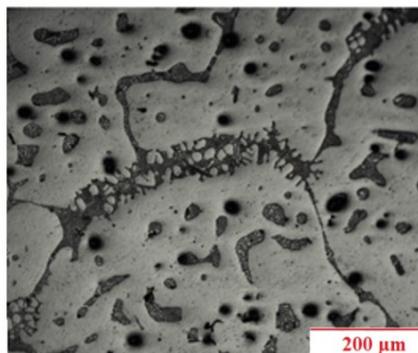
a globularização da microestrutura. Nota-se que as amostras apresentaram uma microestrutura globular e homogênea, porém sem diferenças significativas no fator de forma. As amostras processadas em 570 °C, devido às maiores taxas de difusão entre sólido e líquido, exibiram grãos mais grosseiros em relação a isoterma de 540 °C.

### 3.3 Reofundição

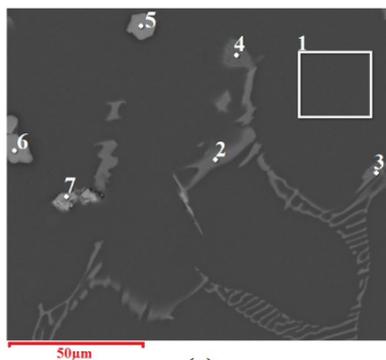
Para verificar a influência do processamento em estado semissólido na liga MRI 230D, foram comparadas diferentes etapas do processamento por reofundição. A Figura 4 mostra a evolução morfológica das amostras de 6 mm de diâmetro submetidas a diferentes condições



(a)



(b)

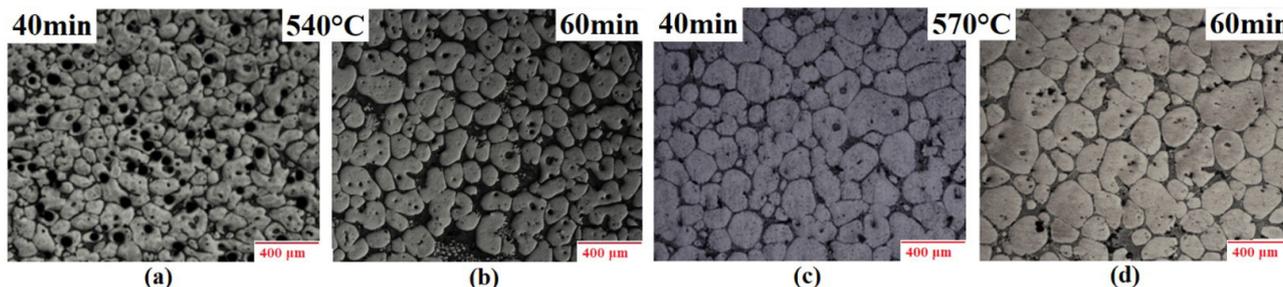


(c)

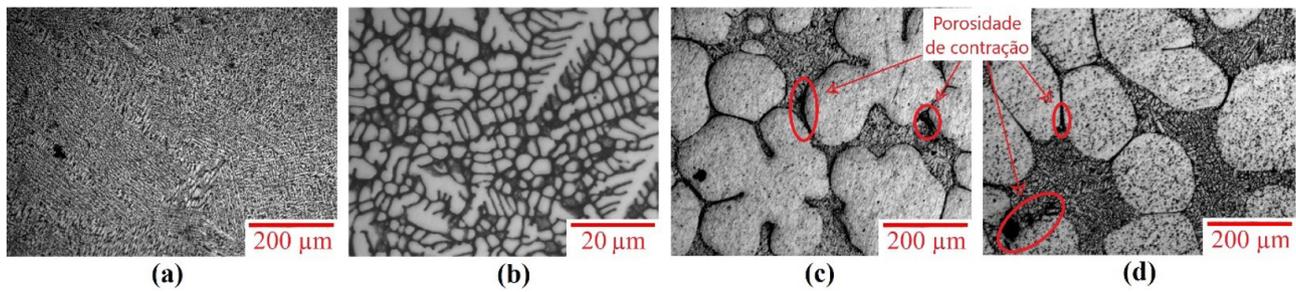
Resultados qualitativos do EDS (%)							
	Mg	Al	Ca	Mn	Sr	Sn	Fase esperada
1	100.00						$\alpha$ -Mg
2	24.74	48.21	27.05				$\text{Al}_2\text{Ca}$ $(\text{Mg, Al})_2\text{Ca}$
3	36.54	40.12	23.33				
4	60.91	22.87	2.73		13.50		$\text{Al}_4\text{Sr}$
5		41.22		58.78			$\text{Al}_x\text{Mn}_y$
6		42.03		57.97			
7	30.78		12.95			56.27	$\text{Ca}_{2-x}\text{Mg}_x\text{Sn}$

(d)

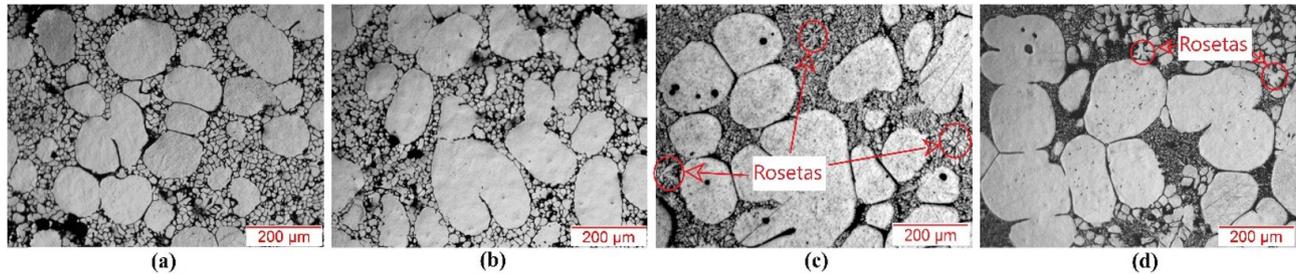
**Figura 2.** (a) Análise térmica, correlação entre a curva de resfriamento e a taxa de resfriamento.  $T_L$ ,  $T_S$ ,  $T_1$ ,  $T_2$  e  $T_3$  – Temperaturas de transformações de fase. Fonte: Zimpel et al. [10]. (b) Microscopia óptica. (c) MEV: 1, 2, 3, 4, 5, 6 e 7 - fases analisadas no EDS. (d) EDS.



**Figura 3.** Micrografias das amostras processadas pela rota SIMA. (a) 540 °C por 40 minutos; (b) 540 °C por 60 minutos; (c) 570 °C por 40 minutos; (d) 570 °C por 60 minutos.



**Figura 4.** Diferentes etapas do processamento em estado semissólido. (a) e (b) amostra bruta de fusão em diferentes ampliações; (c) Amostra não processada; (d) amostra processada por 1 minuto.

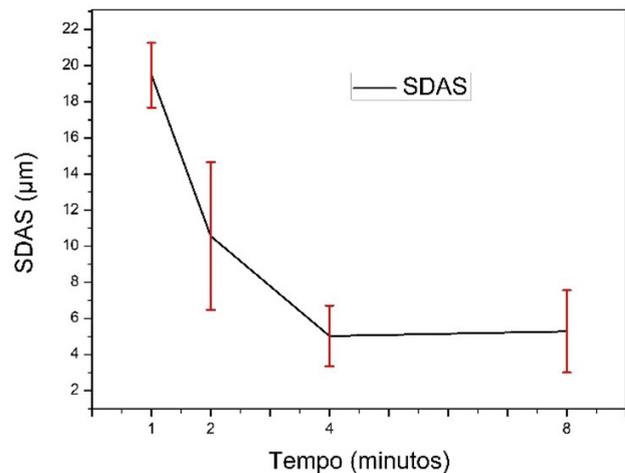


**Figura 5.** Micrografias das amostras de 6 mm processadas a 595 °C, mostrando a evolução da fase esférica em diferentes tempos de agitação. (A) 1 minuto; (B) 2 minutos; (C) 4 minutos e (D) 8 minutos.

experimentais. Figura 4 (a) e (b) correspondem a amostras não processadas (sem agitação mecânica) com 0% de fração sólida e resfriadas rapidamente; imagens em diferentes ampliações. Na Figura 4(c), a amostra não processada com fração sólida de 25%. E por último, Figura 4d, a amostra reofundida agitada por 2 minutos.

A amostra não processada, Figura 4(a) e (b), apresentou uma microestrutura dendrítica refinada. A amostra semissólida não agitada, Figura 4c, exibiu uma microestrutura  $\alpha$ -Mg primária dendrítica irregular e grosseira, assim como uma microestrutura dendrítica refinada na região remanescente, originada da alta taxa de resfriamento em que o material foi submetido após o processamento no estado semissólido. A amostra processada por 2 minutos, Figura 4d, apresentou uma fase primária  $\alpha$ -Mg mais regular tendendo a uma morfologia globular, bem como uma microestrutura refinada na região remanescente, de morfologia dendrítica. Também se observou porosidades de contração, formada devido à maior viscosidade do semissólido e a diferença na contração volumétrica entre as fases sólida e líquida durante a solidificação [6,13].

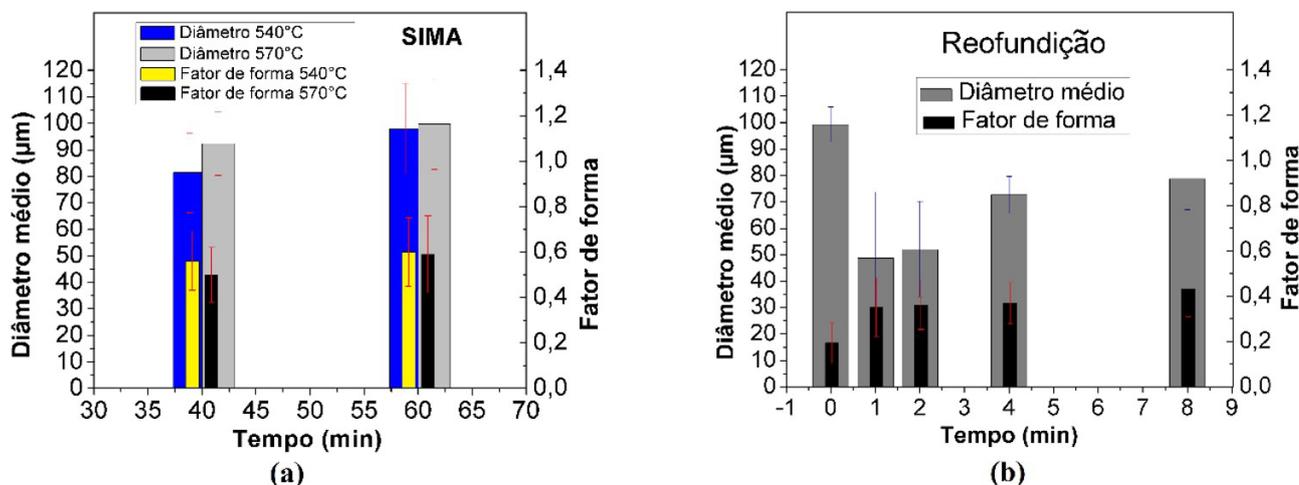
Os efeitos do tempo de agitação foram avaliados agitando-se a liga em diferentes tempos, 1, 2, 4 e 8 minutos. A Figura 5 mostra a evolução microestrutural das amostras processadas a 595 °C nos diferentes tempos de agitação. Pode-se notar que, nos maiores tempos de agitação, os glóbulos tornaram-se mais grosseiros. Em relação à região interglobular remanescente, foram observadas morfologias globulares refinadas, dendritas refinadas e estruturas do tipo rosetas. O líquido submetido a altas taxas de resfriamento leva a uma alta taxa de nucleação e uma estrutura refinada. Devido a não uniformidade da agitação mecânica, algumas



**Figura 6.** Espaçamento dendrítico secundário da região interglobular remanescente nos diferentes tempos de agitação, 1, 2, 4 e 8 minutos.

pequenas partículas sólidas podem formar estruturas semelhantes a rosetas, que também foram observadas por outros autores [9,22]. Para tempos de agitação mais longos os glóbulos menores, projetados na região líquida remanescente, acabam incorporados pelos glóbulos maiores durante o processamento, refinando a região interglobular remanescente. Ao mesmo tempo, algumas partículas se refundem no líquido superaquecido [15].

Para uma análise mais aprofundada dos efeitos do tempo de agitação, foram medidos os espaçamentos dendríticos (SDAS) da região interglobular remanescente, comparando-se os diferentes tempos de agitação, 1, 2, 4 e 8 minutos. A Figura 6 apresentam os resultados.



**Figura 7.** Resultados do fator de forma e diâmetro médio de grão da fase primária  $\alpha$ -Mg nas amostras processadas nos diferentes processamentos e parâmetros: (a) SIMA; (b) Reofundição.

Os resultados mostram que, nos tempos de agitação mais longos, 4 e 8 minutos, a região interglobular remanescente torna-se mais refinada, variando aproximadamente 75% em relação ao primeiro minuto de agitação, com o SDAS de  $19,46 \mu\text{m} \pm 1,79$  na amostra de 1 min e  $5,28 \mu\text{m} \pm 2,28$  na amostra de 8 min. Mostrando que o tempo de agitação influencia não apenas a fase primária  $\alpha$ -Mg, mas também a região interglobular.

### 3.4 Fator de forma e tamanho médio de grão

Visando uma melhor avaliação dos resultados microestruturais observados, o fator de forma e o diâmetro médio dos grãos da fase globular foram calculados nas diferentes rotas de processamentos. Os resultados são apresentados na Figura 7.

Nas amostras de  $570^\circ\text{C}$ , para a rota SIMA, à medida que o tempo de retenção na isoterma aumenta, os grãos apresentam um pequeno aumento no fator de forma. Em relação às amostras de  $540^\circ\text{C}$ , pode-se observar que não houve diferença significativa no fator de forma. Os diâmetros médios das partículas apresentaram um comportamento similar nas isotermas, maior tempo ou temperatura, maior o diâmetro médio. Apesar da isoterma de  $570^\circ\text{C}$  ter exibido uma mudança sutil, é possível perceber um aumento em ambos os processos.

No processo SIMA, a evolução microestrutural é resultante da refusão parcial que ocorre no material deformado acima da sua temperatura de recristalização. A recristalização e o refino da microestrutura não dendrítica ocorre através do processo de penetração do líquido nos contornos de grão. No estado semissólido, o líquido intermetálico com alta energia infiltra através dos contornos de grão desenvolvendo partículas sólidas com morfologia globular [4,5,23]. Com o aumento da temperatura, há um aumento na taxa de difusão entre o sólido e o líquido, formando partículas mais grosseiras [22].

Na reofundição, o fator de forma das amostras apresentou uma tendência de aumento para maiores tempos de agitação. O diâmetro médio de grão da fase globular primária também foi medido (Figura 7b). Os resultados mostraram que o diâmetro médio dos grãos diminuiu inicialmente, nas amostras de 1 minuto de agitação em relação à condição de não agitado. Em seguida tende a aumentar com o tempo de agitação. O comportamento inicial está de acordo com o modelo de cisalhamento dendrítico, onde a estrutura irregular e grosseira da fase primária  $\alpha$ -Mg (fração sólida) é cisalhada devido as tensões geradas na agitação mecânica. Bem como o comportamento subsequente em que os glóbulos maiores cresceram às custas dos menores devido à sua menor energia de superfície, formando glóbulos maiores e mais esféricos com aumento do tempo de processamento [13,15,17].

## 4 Conclusões

Os experimentos realizados se mostraram eficazes na globularização da microestrutura bruta de fusão da liga de magnésio MRI 230D. Com os melhores resultados, na rota SIMA, para as amostras processadas a  $540^\circ\text{C}$  por 40 minutos, bem como nos maiores tempos de agitação da reofundição.

A rota SIMA alterou significativamente a morfologia dos grãos formados. Mesmo levando um tempo maior de processamento, em comparação a reofundição, a rota SIMA não exige um controle tão rígido do processo, além de formar uma microestrutura mais homogênea com maior fator de forma da fase primária  $\alpha$ -Mg.

A reofundição mostrou-se menos eficaz na globularização e homogeneização da microestrutura, mesmo nos maiores tempos de agitação. No entanto, apesar do fator de forma obtido ser menor, a microestrutura resultante se mostrou mais refinada, apresentando um diâmetro médio, da fase primária  $\alpha$ -Mg, menor. Além

disso, na reofundição a fração sólida utilizada foi menor que na rota SIMA, gerando uma microestrutura com maior percentual da região interglobular remanescente

e, conseqüentemente, mais refinada. É um processo que resulta em uma microestrutura mais refinada, entretanto, exige um controle rígido do processo.

## Referências

- 1 Mo N, Tan Q, Bermingham M, Huang Y. Current development of creep-resistant magnesium cast alloys: a review. *Materials & Design*. 2018;125:422-442.
- 2 Guo H, Zhang A, Hu B, Ding Y, Liu X. Refining microstructure of AZ91 magnesium alloy by introducing limited angular oscillation during initial stage of solidification. *Materials Science and Engineering A*. 2012;532:221-229.
- 3 Yang X, Hou H, Zhao Y, Yang L, Han P. First-principles investigation of the structural, electronic and elastic properties of Al<sub>2</sub>Ca and Al<sub>4</sub>Sr phases in Mg-Al-Ca(Sr) alloy. *Journal of Wuhan University of Technology, Materials Science*. 2014;29:1049-1056.
- 4 Mohammed MN, Omar MZ, Salleh MS, Alhawari KS, Kapranos P. Semisolid metal processing techniques for nondendritic feedstock production. *The Scientific World Journal*. 2013;2013:1-16.
- 5 Jiang J, Wang Y, Xiao G, Nie X. Comparison of microstructural evolution of 7075 aluminium alloy fabricated by SIMA and RAP. *Journal of Processing Technology*. 2016;230:361-372.
- 6 Bartex SLT, Schaeffer L, De Barcellos VK. Morphological evolution of Mg-Al-La-Ca alloy induced by a mechanical stirring process. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2019;28:3878-3886.
- 7 Zhang L, Wu G, Wang S, Ding W. Effect of cooling condition on microstructure of semi-solid AZ91 slurry produced via ultrasonic vibration process. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2012;22(10):2357-2363.
- 8 Terbush JR. Creep deformation in Mg-Al-Ca-based alloys [thesis]. Ann Arbor: University of Michigan; 2010.
- 9 Rzychoń T. Quantitative procedure for evaluation of microstructure of cast Mg-Al-Ca-Sr magnesium alloy. *Archives of Foundry Engineering*. 2010;10:139-142.
- 10 Zimpel I, Bartex SLT, De Barcellos VK. Effects of stirring time and cooling rate on the rheocast microstructure and mechanical properties of magnesium alloy MRI 230D. *Materials Research*. 2021;24(3):e20200482.
- 11 Yang X, Zhu Y, Miura H, Sakai T. Static recrystallization behavior of hot-deformed magnesium alloy AZ31 during isothermal annealing. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2010;20(7):1269-1274.
- 12 Bolouri A, Shahmiri M, Cheshmeh ENH. Microstructural evolution during semisolid state strain induced melt activation process of aluminum 7075 alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2010;20:1663-1671.
- 13 Yim CD, Shin KS. Changes in microstructure and hardness of rheocast AZ91HP magnesium alloy with stirring conditions. *Materials Science and Engineering A*. 2005;395:226-232.
- 14 Gibbs JW, Mendez F. Solid fraction measurement using equation-based cooling curve analysis. *Scripta Materialia*. 2008;58:699-702.
- 15 Fan Z. Semisolid metal processing. *International Materials Reviews*. 2002;47:49-85.
- 16 Zhang Y, Wu G, Liu W, Zhang L, Pang S, Ding W. Effects of processing parameters on microstructure of semi-solid slurry of AZ91D magnesium alloy prepared by gas bubbling. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2015;25:2181-2187.
- 17 Mehr NF, Aashuri H. The effects of annular electromagnetic stirring parameters on microstructure evolution of rheocast AZ91 magnesium alloy. *Journal of Materials Research and Technology*. 2019;8:2300-2308.
- 18 Reisi M, Niroumand B. Growth of primary particles during secondary cooling of a rheocast alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2009;475:643-647.
- 19 Flemings MC. Coarsening in solidification processing. *Materials Transactions*. 2005;46(5):895-900.
- 20 Janz A, Gröbner J, Schmid-Fetzer R. Thermodynamics and Constitution of Mg-Al-Ca-Sr-Mn Alloys: Part II. Procedure for Multicomponent Key Sample Selection and Application to the Mg-Al-Ca-Sr and Mg-Al-Ca-Sr-Mn Systems. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. 2008;30(2):157-175.
- 21 Wang, C, Mei, H, Li, R. Microstructure evolution and grain coarsening behaviour during partial remelting of cyclic extrusion compression formed AZ61 magnesium alloy. *Acta Metallurgica Sinica*. 2013;26(2):149-156.

- 22 Chen Y, Zhang L, Liu W, Wu G, Ding W. Preparation of Mg–Nd–Zn–(Zr) alloys semisolid slurry by electromagnetic stirring. *Materials & Design*. 2016b;95:398-409.
- 23 Chen T, Jiang X, Huang H, Ma Y, Li Y, Hao, Y. Semisolid microstructure of AZ91D magnesium alloy refined by MgCO<sub>3</sub>. *Inter Metalcast* 2. 2012;6:43-54.

Recebido em: 06 Maio 2021

Aceito em: 24 Set. 2021