



ESTUDOS DE INCLUSÕES EM LIGAS DE MAGNÉSIO

Matheus Andrade Pinto Ferreira¹ - ferreira.matheusa@ime.eb.br

Eduardo de Sousa Lima² - sousalima@ime.eb.br

Hellen Karina Pereira Alkimim³ - hellen.karina@ime.eb.br

Wellington Bruno Silva de Jesus⁴ - wellingtonjesus.eng@gmail.com

¹ Instituto Militar de Engenharia - Rio de Janeiro, RJ, Brasil

² Instituto Militar de Engenharia - Rio de Janeiro, RJ, Brasil

³ Instituto Militar de Engenharia - Rio de Janeiro, RJ, Brasil

⁴ Instituto Militar de Engenharia - Rio de Janeiro, RJ, Brasil

Resumo. Nos tempos recentes, o desenfreado avanço tecnológico destacou um dilema na sociedade contemporânea: como combinar alta resistência específica com baixa densidade para criar utensílios essenciais, como espaçonaves, artigos esportivos e eletrônicos. Nesse viés, o estudo visa melhorar produtos e processos existentes envolvendo as ligas AM50 e AM60, contribuindo para o avanço das formas de caracterização e aperfeiçoamento dessas. A metodologia utilizada incluiu a caracterização das ligas de magnésio por meio de identificação de defeitos por microscopia óptica e eletrônica; e desenvolvimento de técnicas de preparação metalográfica, sendo elas, lixamento e polimento dos corpos de provas utilizados. Nos resultados obtidos, a utilização de abrasivo de diamante foi um sucesso no polimento da amostra em detrimento dos abrasivos à base de alumina. Foi possível determinar a composição química das inclusões presentes nas ligas estudadas bem como o cálculo de diversas características dessas inclusões, como: contagem de partículas e tamanho médio das partículas.

Palavras-Chaves: AM50, AM60, ligas de magnésio, caracterização, preparação metalográfica

1. INTRODUÇÃO

A redução do consumo de combustível dos veículos da atualidade, sejam eles terrestres ou aéreos, é a principal preocupação da indústria automobilística e aeronáutica. Os principais veículos produzidos no mundo têm em sua composição ligas metálicas à base de alumínio, um metal cuja densidade é uma das menores da tabela periódica e que é capaz de atender os requisitos dessas indústrias.

Entretanto, recentemente, ligas de magnésio tem sido fortes candidatas a substituir as ligas de alumínio utilizadas devido ao fato da primeira conseguir reduzir 35% do peso do veículo (densidade do magnésio vale 1,74 gramas por centímetro cúbico enquanto a densidade do alumínio tem o valor de 2,7 gramas por centímetro cúbico) Além disso, as ligas de magnésio exibem boa capacidade de amortecimento, alta resistência ao impacto e alta relação resistência/peso. Ademais, esses materiais são recicláveis, diminuindo assim o seu impacto no meio ambiente.

Em contrapartida, as ligas de magnésio de um ponto de vista metalográfico podem ser consideradas pouco otimizadas, com baixa ductilidade e dureza em temperatura ambiente, por possuir pouca resistência mecânica e fluência limitada sob altas temperaturas apresentar elevada reatividade química. Tais aspectos negativos podem ser potencializados ainda mais se a liga em questão tiver uma grande quantidade de inclusões, sejam elas não-metálicas ou intermetálicas.

As inclusões presentes em seus componentes produzidos por fundição podem ser categorizadas em dois grandes grupos:

(i) inclusões não metálicas: incluem óxidos/nitretos de sódio, magnésio e potássio. Cloretos à base de alumínio, carbonetos de cálcio, sulfetos à base de magnésio (MgS), fluoretos (MgF_2) e sulfatos ($MgSO_4$). Os óxidos são os compostos não metálicos mais predominantes inclusões, seguidas de nitretos.

(ii) inclusões intermetálicas: incluem fases intermetálicas, que precipitam durante remoção de ferro. Quase todas as inclusões intermetálicas contém ferro.

Ambos os tipos de inclusão são potencialmente prejudiciais às propriedades das ligas, e, em particular resistência à tração, alongamento e resistência à corrosão.

Este estudo tem por objetivo desenvolver técnicas de preparação metalográfica de ligas de magnésio e caracterizá-las por meio da quantificação de fases por difração de raios X, e quantificação de defeitos por microscopia óptica e eletrônica.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Neste trabalho foram utilizadas 6 amostras de cada tipo de liga utilizada (AM50 e AM60), cujas composições, obtenção e propriedades e aplicações estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1- Ligas de Magnésio

Designação da liga	Composição	Processamento	Propriedades básicas e aplicações
AM60	92,95% - Magnésio 6% - Alumínio 0,35% - Manganês 0,50% - Zinco 0,20% - Silício	Fundição sob alta pressão	Baixa densidade, boa ductilidade, condutividade térmica e resistência à corrosão. Utilizada em assento de automóveis, quadros, direção, roda, instrumento painel e suportes,
AM50	94,40% - Magnésio 5% - Alumínio 0,25% - Manganês 0,20% - Zinco 0,15% - Silício	Fundição	Boa resistência, ductilidade, propriedades de absorção de energia

Tabela 1 - Características das ligas de magnésio M50 e M60

Liga	Propriedades Mecânicas	Propriedades Físicas
AM 50	Resistência à tração: 210 MPa Limite de escoamento: 125 MPa (18 ksi) Alongamento: 10% em 50mm Resistência ao escoamento à compressão: 113 MPa Dureza. Temperamento F: 60HB Razão de Poisson: 0,35 Módulo elástico. Tensão, 45 GPa	Densidade. $1,77 \text{ g/cm}^3$ a 20°C Calor específico. 1,02 KJ/ kg.K Calor latente de fusão. 370 KJ/kg Condutividade térmica. Temperatura F: 65 W/m K
AM 60	Resistência à tração: 225 MPa Limite de escoamento: 130 MPa Alongamento: 8% em 50mm Resistência ao escoamento à compressão: 130 MPa Dureza. Temperamento F: 63 HB Razão de Poisson: 0,35 Módulo elástico. Tensão, 45 GPa	Densidade. $1,8 \text{ g/cm}^3$ a 20°C Calor específico. 1,0 KJ/kg.K Calor latente de fusão. 370 KJ/kg Condutividade térmica. Temperatura F: 61 W/m.K

Tabela 2 - Propriedades físicas e mecânicas das ligas AM50 e AM60

Para a coleta do material, foi utilizado um lingote das ligas empregadas. Com isso, foi feito um corte no meio da barra metálica de aproximadamente 25 mm de espessura, tal como identificado na Figura 1.



Figura 1 - Localização da região onde foram realizados os cortes no lingote para a criação das amostras

2.2 Metalografia

Lixamento

Um total de 12 amostras, sendo 6 de cada liga (AM50 e AM60), foram preparadas metalograficamente. O lixamento das amostras se deu com a utilização das seguintes lixas: 100, 220, 400, 600, 800, 1200, 1500, 2000 mesh.

Tal processo consistiu em apoiar suavemente a superfície da liga de magnésio na lixa enquanto ela gira com uma velocidade angular constante. Durante o processo houve a utilização de água para evitar possíveis atritos entre os objetos. Ao verificar que os arranhões da lixa estão todos em um único sentido, troca-se a lixa e a direção no qual a amostra está apoiada nessa.

Para a realização da atividade, foi utilizado uma politriz/lixadeira metalográfica AROPOL VV da marca AROTEC.

Polimento

Após concluído o lixamento, utilizando-se da mesma politriz, faz-se o polimento da liga, no qual foram utilizados 3 panos (6, 3 e 1 μm , nesta ordem). Preliminarmente foi utilizado alumina como abrasivo e álcool isopropílico nos tecidos para a realização da atividade que depois foi substituída por pasta de diamante (polycrystalline diamond compounds da marca ALIED) como abrasivo e álcool isopropílico.

Analogamente ao lixamento, ao passar pasta de diamante e encharcar o pano com álcool, a superfície da amostra é apoiada suavemente no tecido até as ranhuras diminuírem.

2.3 Métodos de Caracterização

Caracterização por Microscopia Óptica/Cálculo de Partículas

A contagem de partículas foi realizada a partir de imagens obtidas no microscópio óptico modelo BX53M da Olympus e posteriormente preparadas por meio do programa ImageJ

Figura 2 - Imagem do campo de visão com ampliação 200X no software ImageJ para contagem de partículas

As contagens de partículas são utilizadas para caracterizar as propriedades dos metais e avaliar a qualidade dos metais ou processos de preparação metalográfica. Entre elas, temos:

(i)Densidade de Partículas: é uma medida da quantidade de determinado tipo de característica, como inclusões ou fases secundárias, presente em uma amostra.

(ii)Diâmetro médio de Partícula: é a medida estatística que representa o tamanho médio das partículas da amostra. Pode influenciar as propriedades mecânicas e resistência à corrosão do material.

(iii)Fração Areal: é a medida da proporção da área ocupada por uma determinada característica (inclusões por exemplo). Tal grandeza é útil para determinar a quantidade de fases diferentes na liga ou para avaliar a extensão de transformações microestruturais.

Seja a seguir algumas informações que foram calculadas com base nas figuras:

Área total (S_{total})

$$S_{total} = n \times S$$

n: número de imagens analisadas para cada liga

S: Valor da área de cada campo

S_{total} : Valor da área total analisada

Contagem de partículas para cada lingote (N)

$$N = \frac{\#}{S_{total}}$$

#: Contagem total de partículas

S_{total} : Valor da área total analisada

N: Contagem de partículas para cada lingote

Tamanho Médio das partículas (D)

$$D = \frac{\text{Soma das Partículas}}{\#}$$

#: Contagem total de partículas

D: Tamanho médio das partículas

Fração de Área (A)

$$A = (\text{área da superfície da partícula média}) \times N$$

N: Contagem de partículas

A: Fração de Área

Caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) / EDS

A caracterização morfológica da superfície das amostras das ligas foi realizada utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura com Fonte de Emissão de Campo (MEV-FEG) (Field Emission Gun FEI Quanta FEG 250, Hilesboro, Oregon USA) para verificar as partículas e possíveis imperfeições nas amostras. Os parâmetros de caracterização foram estabelecidos a uma tensão de 10kv e a uma distância de trabalho de 10 mm. A espectroscopia de energia dispersiva (EDS) acoplada com o MEV foi utilizada para identificação das inclusões presentes nos corpos de prova e quantificar qualitativamente.

3. RESULTADOS

3.1 LIXAMENTO

O processo de lixamento das amostras se mostrou eficiente, visto que ao término da aplicação da última lixa, o corpo de prova se mostrou dentro dos padrões das que a literatura aponta.

3.2 POLIMENTO

Foram utilizados um total de quatro métodos para polir as ligas de magnésio: utilização de solução de diamante e sílica coloidal, com abrasivo de alumina, com abrasivo de pasta de diamante de 1 μm e com abrasivo de pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm . Os três primeiros métodos citados não foram capazes de atender as expectativas criadas com o polimento das amostras, apenas a última se mostrou eficaz em realizar tal tarefa.

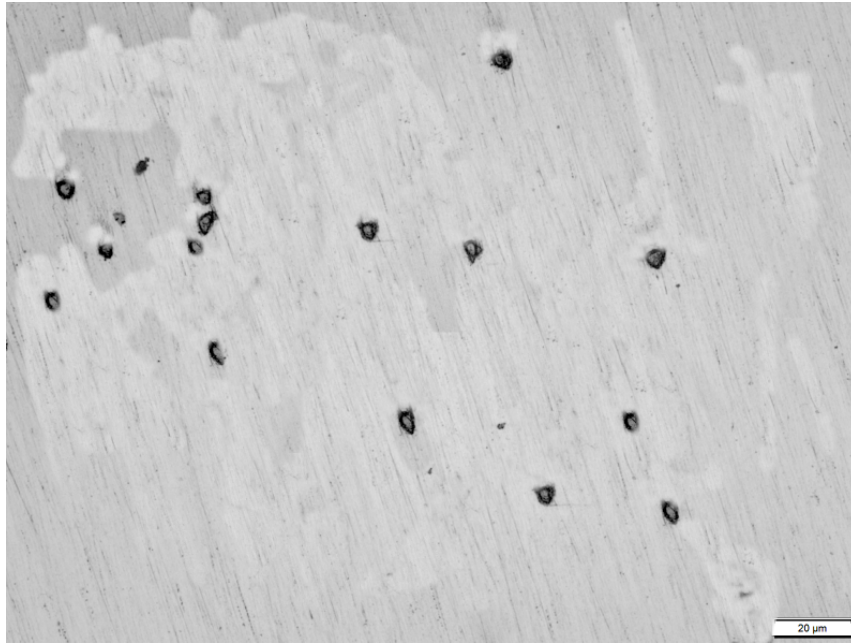


Figura 2 - Imagem do campo de visão com ampliação 200X no software ImageJ para contagem de partículas após o polimento

Observando a imagem 2, é possível perceber nitidamente as inclusões presentes na superfície da amostra, reafirmando assim, a tese de que o lixamento e polimento realizado foi um sucesso.

3.3 Microanálises / Metalografia Quantitativa

Mediante a análise dos dados extraídos de uma tabela do Microsoft Excel, utilizando o software ImageJ, foi possível efetuar cálculos relacionados à contagem de partículas por lingote (N), ao tamanho médio das partículas (D) e à fração de área (A). Inicialmente, determinou-se a área total analisada para cada liga:

$$S_{total} = 60 \times 0,03729 = 2,2374 \text{ mm}^2$$

A contagem total de partículas (#) para a liga AM50 foi de 105 enquanto para a AM60 foi de 127.

Com esses dados é possível fazer o cálculo da contagem de partículas para um lingote (N):

$$\text{Para AM50: } N_1 = \frac{105}{2,2374} = 46,93 \text{ partículas/mm}^2$$

$$\text{Para AM60: } N_2 = \frac{127}{2,2374} = 56,76 \text{ partículas/mm}^2$$

O tamanho médio das partículas (D) pode ser calculado como a divisão entre a soma das partículas e a contagem total de partículas.

$$\text{Para AM50: } D_1 = \frac{582,9371}{105} = 5,6 \mu m$$

$$\text{Para AM60: } D_2 = \frac{678,1380}{127} = 5,3 \mu m$$

A fração de área (A) foi determinada como a razão entre a área de superfície média das partículas e a contagem de partículas (N), com uma correção de fator de 1/1000 devido à necessidade de converter o tamanho médio das partículas para milímetros:

$$\text{Para AM50: } A_1 = \frac{\pi \left(\frac{5,6}{1000} \right)^2}{4} \times 46,93 = 0,11\% \text{ de área ocupada}$$

$$\text{Para AM60: } A_2 = \frac{\pi \left(\frac{5,3}{1000} \right)^2}{4} \times 56,76 = 0,12\% \text{ de área ocupada}$$

3.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

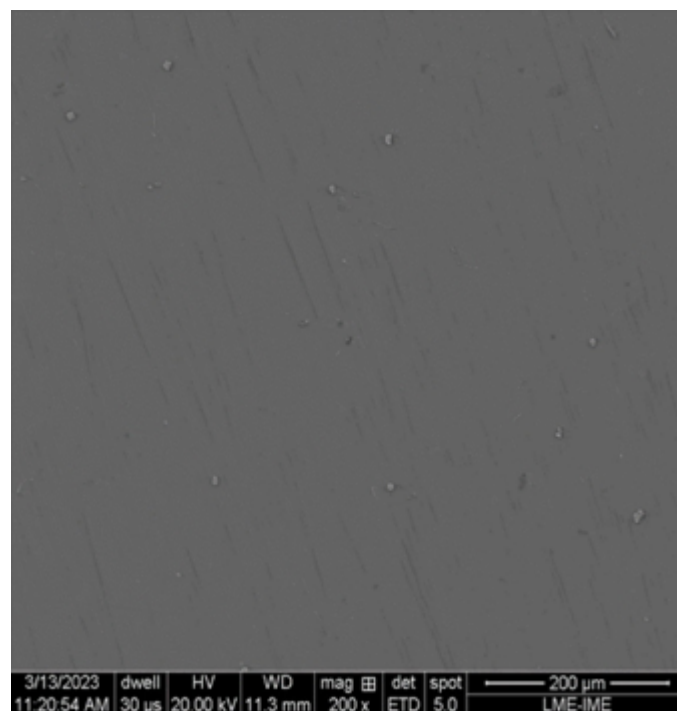


Figura 3 - Micrografia do MEV com ampliação de 200X de uma amostra AM50

Ao analisar a Figura 3, é possível observar que a superfície da amostra exibe uma textura unidirecional, com todas as características concentradas em uma única direção. Essa configuração facilita a identificação das inclusões, tornando-as pontos de destaque de fácil visualização. Considerando esse contexto, a aplicação do Espectroscópio de Energia

Dispersiva (EDS) em conjunto com a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) se revela uma tarefa substancialmente menos desafiadora.

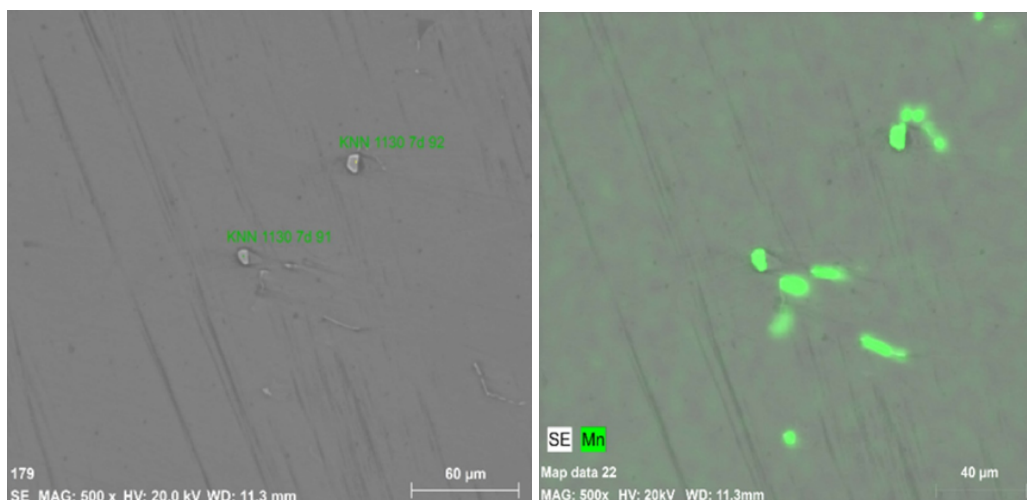


Figura 4 e 5 - Utilização do EDS acoplado no MEV para detectar as partículas de Manganês na superfície das amostras

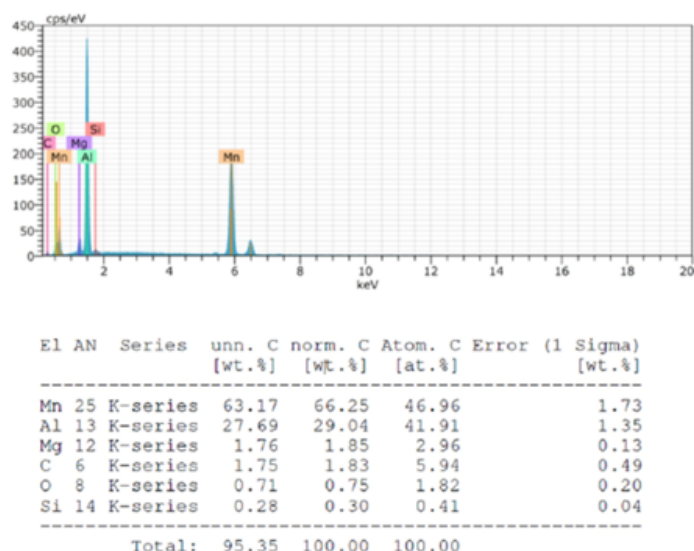


Figura 6 - EDS da composição química das inclusões presentes na liga

As Figuras 4 e 5 evidenciam a detecção das inclusões por meio da Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), viabilizando a realização do mapeamento da composição química. Concomitantemente, a Figura 6 ilustra que tais inclusões são constituídas, em peso, por aproximadamente 66% de manganês e 0,75% de oxigênio. Esses achados substanciam de forma concludente que as inclusões localizadas na superfície da amostra são predominantemente de natureza intermetálica.

4. DISCUSSÕES

Neste estudo, foram realizados diversos procedimentos de preparação metalográfica em amostras de material, visando à investigação de inclusões intermetálicas na superfície das mesmas. Os resultados obtidos nas etapas de preparação desempenharam um papel crítico no estabelecimento do caminho para a subsequente realização de ensaios mecânicos.

Inicialmente, foram empregados três métodos distintos de polimento, com o objetivo de atingir uma superfície adequada para análise metalográfica. No entanto, esses métodos iniciais revelaram-se ineficazes na obtenção de uma preparação adequada das amostras. A presença de irregularidades superficiais, arranhões e inclusões residuais impossibilitou uma análise precisa das inclusões intermetálicas desejadas. Foi somente com a aplicação do quarto método de polimento que obtivemos resultados satisfatórios na preparação metalográfica das amostras.

Além disso, a análise microestrutural das amostras preparadas com o quarto método de polimento revelou a presença de inclusões intermetálicas contendo manganês (Mn). Essa descoberta é fundamental, pois sugere uma correlação entre a presença de manganês e as propriedades mecânicas das amostras em estudo. A investigação adicional dessas inclusões e sua influência nas propriedades mecânicas será de grande relevância para compreender melhor o comportamento do material em questão.

Portanto, os resultados deste estudo destacam a importância crítica da preparação metalográfica adequada das amostras como um pré-requisito essencial para a realização de ensaios mecânicos significativos. Além disso, a identificação das inclusões contendo manganês lança luz sobre possíveis mecanismos que podem afetar o desempenho mecânico do material em análise. Este trabalho estabelece uma base sólida para investigações futuras que visam aprofundar nossa compreensão das propriedades mecânicas e da microestrutura desses materiais.

5. CONCLUSÃO

Com base na avaliação dos resultados, é evidente que os procedimentos empregados na preparação metalográfica demonstraram êxito substancial, tanto no que tange ao processo de lixamento quanto ao de polimento, o que contribuiu significativamente para facilitar a análise das partículas presentes nas ligas utilizando os princípios da metalografia quantitativa. Subsequentemente, constatou-se a presença de inclusões intermetálicas à base de manganês nos corpos de prova.

Agradecimentos

O autor Matheus Andrade Pinto Ferreira agradece ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq o suporte financeiro recebido por meio do Programa Institucional de Bolsas de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (PIBITI).

O autor Dr Eduardo de Sousa Lima agradece ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq o suporte financeiro recebido por meio da Bolsa de Produtividade em Pesquisa (PQ-2)

REFERÊNCIAS

SONG, Jiang; SHE, Jia; CHEN, D'Olun; Pan, Fusheng. Latest research advances on magnesium and magnesium alloys worldwide. **Journal of magnesium and alloys**, v.8, n.1, p. 1-41, 2020

GANGULY, Sourav; SARKAR, Smarajit; MONDAL, A. Enhancement of Tensile Properties of AZ91–Ca–Sb Magnesium Alloy with SiC Nanoparticles Additions. **Metals and Materials International**, v.27, p302-323, 2021

SIN, S.; ELSAYED, A.; RAVINDRAN, C. Inclusion in magnesium and its alloys: a review. **International Materials Reviews**, v. 58, n.7, p. 419-436, 2013.

ASGARI, A.; SEDIGHI, M.; KRAJNIK, P. Magnesium alloy-silicon carbide composite fabrication using chips waste. **Journal of cleaner production**, v.232, p. 1187-1194, 2019

MYALSKA, J; MYALSKA, A.; GODZIERZ, M; WRZEŚNIEWSKI, P. Magnesium Matrix Composite with Open-Celled Carbon Foams Obtained by Powder Metallurgy. **Archives of metallurgy and materials**, v.63, n.2, 2018.

CALLISTER, W.D., 2007, “Materials Science and Engineering: An Introduction”. John Wiley & Sons, Inc., 7ed. New York.

APÊNDICE A

INCLUSION STUDIES IN MAGNESIUM ALLOYS

Summary. *In recent times, unbridled technological advancement has highlighted a dilemma in contemporary society: how to combine high specific strength with low density to create essential utensils such as spacecraft, sporting goods and electronics. In this bias, the study aims to improve existing products and processes involving the AM50 and AM60 alloys, contributing to the advancement of forms of characterization and improvement of these. The methodology used included the characterization of magnesium alloys through the identification of defects by optical and electron microscopy; and development of metallographic preparation techniques, namely, sanding and polishing of the specimens used. In the results obtained, the use of diamond abrasive was successful in polishing the sample to the detriment of alumina-based abrasives. It was possible to determine the chemical composition of the inclusions present in the studied alloys as well as the calculation of several characteristics of these inclusions, such as: particle count and average particle size.*

Keywords: AM50, AM60, magnesium alloys, characterization, metallographic preparation