

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

BRUNO EDU ARENDARCHUCK

**AVALIAÇÃO DA TIXOCONFORMAÇÃO E DESGASTE ABRASIVO DO
COMPÓSITO A380/NbC OBTIDO PELO MÉTODO *STIR CASTING***

PONTA GROSSA

2022

BRUNO EDU ARENDARCHUCK

**AVALIAÇÃO DA TIXOCONFORMAÇÃO E DESGASTE ABRASIVO DO
COMPÓSITO A380/NbC OBTIDO PELO MÉTODO *STIR CASTING***

**EVALUATION OF TIXOFORMATION AND ABRASIVE WEAR OF THE A380/NbC
COMPOSITE OBTAINED BY THE STIR CASTING METHOD**

Dissertação apresentada como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientador: Luciano Augusto Lourençato.

Coorientador: Hipolito Domingo Carvajal Fals.

PONTA GROSSA

2022



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

Esta licença permite compartilhamento, remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, mesmo para fins comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.



**Ministério da Educação
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Campus Ponta Grossa**



BRUNO EDU ARENDARCHUCK

AVALIAÇÃO DA TIXOCONFORMAÇÃO E DESGASTE ABRASIVO DO COMPÓSITO A380/NBC OBTIDO PELO MÉTODO STIR CASTING

Trabalho de pesquisa de mestrado apresentado como requisito para obtenção do título de Mestre Em Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Área de concentração: Fabricação Mecânica E Materiais.

Data de aprovação: 29 de Junho de 2022

Dr. Luciano Augusto Lourencato, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Dr. Eugenio Jose Zoqui, Doutorado - Universidade Estadual de Campinas (Unicamp)

Dr. Hipolito Domingo Carvajal Fals, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Dr. Ivanir Luiz De Oliveira, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Documento gerado pelo Sistema Acadêmico da UTFPR a partir dos dados da Ata de Defesa em 29/06/2022.

Dedico este trabalho à Deus e minha família,
pela proteção e apoio.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, e acima de tudo e todos, gostaria de agradecer à Deus pela minha vida, família e todas as situações que aconteceram comigo.

Agradeço a meu pai Nicolai, minha mãe Patrícia, meu irmão Gabriel e minha irmã Amanda, primos(as) e a todos da minha família pelo apoio absoluto, sustento e suporte durante esta jornada.

Agradeço aos professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, que de alguma forma me auxiliariam neste caminho, em especial ao meu orientador Prof. Dr. Luciano Augusto Lourençato e o coorientador Prof. Dr. Hipolito Domingo Carvajal Fals. Assim como a todos da UTFPR Campus Ponta Grossa que de alguma forma estiveram presentes, professores e técnicos em nome de Eriel e esposa Simone, e a instituição por disponibilizar sua estrutura para realização de minha pesquisa.

Agradeço ao José Roberto de Campos, pelo auxílio de desenvolvimento e na construção integral do sistema de *stir casting*, e em várias melhorias e dispositivos necessários para a realização do processo de obtenção do compósito.

Agradeço a todos os meus colegas de laboratório e pesquisa que sempre estiveram presentes, nos momentos alegres e difíceis, assim como todos os outros que estiveram presentes nesta caminhada.

Agradeço a CBMM pela atenção e disponibilização do NbC, material imprescindível na concepção dos compósitos obtidos. Agradeço ao Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais – CMCM da UTFPR Campus Curitiba, pelas análises de DRX. Agradeço a Centro de Caracterização Multiusuário (C2MMA) – UTFPR Campus Ponta Grossa.

Este sucinto texto não comporta a enormidade de pessoas que fizeram parte da minha vida. Desta forma peço desculpas a qualquer um que não esteja citado aqui, mas agradeço a todos que direta ou indiretamente estiveram junto comigo nesta caminhada, todos foram muito importantes para mim.

Agradeço a CAPES pelo fomento em auxílio financeiro para a realização da minha dissertação com código de financiamento 001. Fundação Araucária pelo auxílio em fomento.

RESUMO

As atuais demandas de engenharia necessitam de materiais que apresentem propriedades específicas, que geralmente não são atendidas com uso de materiais convencionais. Esta condição leva a necessidade do desenvolvimento de novos materiais, onde se destacam os materiais compósitos de matriz metálica. A inserção de partículas cerâmicas na matriz de alumínio contribui para aprimoramento das propriedades mecânicas, assim buscando-se a melhoria na resistência ao desgaste. Na formulação de peças complexas, a partir de compósitos, busca-se a obtenção de uma microestrutura mais refinada com baixo nível de porosidade, quando se comparada com uma oriunda do processo convencional de fundição. Por estes motivos, a utilização da técnica tixoconformação, ou seja, o processamento do material em estado semissólido, vem ganhando importância. Contudo, o estudo de aplicação desta técnica no processo de transformação de materiais compósitos ainda é pouco estudada. Deste modo, esta dissertação tem como objetivo explorar a obtenção, caracterização e aplicação da tixoconformação do compósito com a matriz da liga de alumínio A380 reforçada com carbonetos de nióbio (NbC). A liga A380 e o NbC foram adotados ao constatar a falta de pesquisas como compósitos. Desenvolveu-se uma metodologia baseada na técnica de fundição por agitação denominada *stir casting*, para a obtenção do compósito em 4 diferentes condições. Inicialmente, obteve-se uma liga sem reforço para ser utilizada como base de comparação, e 3 outras contendo respectivamente 5 %, 10 % e 15 % em massa de NbC. Visando a obtenção da estrutura não dendrítica adicionou-se liga refinadora Al-5Ti-1B. A temperatura do tratamento térmico de globularização foi estabelecida como 562 °C sob o tempo de 90s em todas as amostras, com o propósito de se obter 60 % de fração sólida. Sob esta condição de globularização, posteriormente os compósitos foram submetidos ao processo de tixoconformação. As imagens obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia ótica (MO), auxiliaram nas análises de distribuição do NbC e caracterização metalográfica. A técnica de análise via difração de Raio X (DRX) possibilitou determinar as fases formadas nos materiais. Quanto a obtenção do material, os resultados mostraram que a metodologia empregada resultou em compósitos com uma baixa porosidade e boa eficiência na distribuição do NbC. Para verificar a integridade do material foram realizadas medições quanto a sua porosidade e densidade, executadas antes e posteriormente ao emprego da tixoconformação. Obteve-se uma redução na porosidade após o emprego da tixoconformação, assim aumentando a densidade. Observou-se que a adição de 10 % de NbC promoveu uma redução de 62 % no tamanho de grão, se comparada com a liga sem reforço. Este refinamento microestrutural, resultou na melhoria dos valores de dureza Rockwell B (HRB) obtidos. Houve um aumento de 55 % na dureza após a inserção de 10 % de NbC, quando se comparado com a liga sem reforço. A respeito da avaliação desgaste abrasivo realizado com base na norma ASTM G65, os resultados mostraram uma redução significativa no desgaste abrasivo após a inserção progressiva do NbC, principalmente após a tixoconformação.

Palavras-chave: compósito; tixoconformação; *stir casting*; carbeto de nióbio; desgaste abrasivo.

ABSTRACT

Current engineering demands require materials with specific properties, which are generally not met with conventional materials. This condition leads to the need for the development of new materials in which metallic matrix composite materials stand out. The insertion of ceramic particles in the aluminum matrix contributes to improving mechanical properties, thus seeking to improve wear resistance. In the formulation of complex parts from composites, the aim is to obtain a more refined microstructure with a low level of porosity when compared to one originating from the conventional casting process. For these reasons, the use of the thixoforming technique, that is, the processing of the material in a semi-solid state has been gaining importance. However, the study of the application of this technique in the transformation process of composite materials is still poorly studied. Thus, this dissertation aims to explore the obtaining, characterization, and application of the thixoforming of the composite with the matrix of aluminum alloy A380 reinforced with niobium carbides (NbC). Alloy A380 and NbC were adopted due to the lack of research on composites. A methodology based on the stir casting technique called stir casting was developed to obtain the composite under 4 different conditions. Initially, an alloy without reinforcement was obtained to be used as a basis for comparison, and 3 others contained 5%, 10% and 15% by mass of NbC. In order to obtain a non-dendritic structure, Al-5Ti-1B refiner alloy was added. The temperature of the globularization heat treatment was established as 562 °C under a time of 90 s in all samples in order to obtain 60% solid fraction. Under this globularization condition, later the composites were submitted to the thixoforming process. The images obtained by scanning electron microscopy (SEM) and optical microscopy (OM) helped in the analysis of NbC distribution and metallographic characterization. The technique of analysis via X-ray diffraction (XRD) made it possible to determine the phases formed in the materials. As for obtaining the material, the results showed that the methodology used resulted in composites with a low porosity and good efficiency in the distribution of NbC. To verify the integrity of the material, measurements were performed regarding its porosity and density, performed before and after the use of thixoforming. A reduction in porosity was obtained after the use of thixoforming, thus increasing the density. It was observed that the addition of 10% of NbC promoted a reduction of 62% in the grain size, if compared to the alloy without reinforcement. This microstructural refinement resulted in the improvement of the Rockwell B hardness values (HRB) obtained. There was a 55% increase in hardness after the insertion of 10% NbC, when compared to the unreinforced alloy. Regarding the evaluation of abrasive wear carried out based on the ASTM G65 standard, the results showed a significant reduction in abrasive wear after the progressive insertion of NbC, mainly after thixoforming.

Keywords: composite; thixoforming; stir casting; niobium carbide; abrasive wear.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Imagem microscopica das dendritas formadas na liga Al 9 % Si	26
Figura 2 - Imagens de microscopia ótica da liga A380 em estado natural (A) com modificação do Si eutético pela adição de 200ppm de Sr (B).....	27
Figura 3 - Esquema de processamento semissólido	31
Figura 4 - Apresentação esquemática da evolução para a formação de glóbulos (A), micrografica ótica sob luz polarizada da liga Al-Si refinada em estado como fundida (B), e após processo de globularização (C).....	38
Figura 5 - Classificação dos tipos de compósitos por meio dos reforços.....	43
Figura 6 - Representação de uma gota sobre uma superfície sólida	46
Figura 7 - Representação esquemática da interação entre a frente de solidificação e das partículas por meio de rejeição (A) e engolfamento (B).....	47
Figura 8 - Modos de desgaste abrasivo	51
Figura 9 - Modos de interações comumente encontrados entre partículas no desgaste abrasivo	52
Figura 10 - Esquema simplificado do equipamento de ensaio de desgaste ASTM G65	54
Figura 11 – Imagem de MEV do compósito Al-NbC.....	56
Figura 12 – Fluxograma das atividades desenvolvidas neste trabalho.....	58
Figura 13 – Representação esquemática dos modos de obtenção de amostras nas condições como fundida, globularizada e tixoconformada	67
Figura 14 - (A) Imagem de MEV elétrons secundários do pó de NbC com ampliação de 20000x (B) mapa de distribuição EDS do elemento Nb da imagem A (C) EDS do elemento C da imagem A (D) EDS do elemento Ta da imagem A (E) mapa dos elementos presentes em porcentagem em massa	77
Figura 15 – Imagens de microscopia ótica mostrando as fases, poros e o NbC dos materiais (A) Al ₁₀ NbC (B) Al ₅ NbC (C) Al ₁₀ NbC e (D) Al ₁₅ NbC com ampliação de 200x.....	79
Figura 16 - Liga Al ₇ Si com modificação de 0.01 % em massa de Sr (A) e amostra Al ₁₀ NbC com adição de 0,025 % em massa de Sr (B)	81
Figura 17 - (A) Imagem de MEV elétrons retroespalhados com aumento de 500x mostrando as diferentes fases presentes na ligas (B) mapa EDS da	

imagem A do elemento Al (C) mapa EDS da imagem do elemento Si (D) mapa EDS da imagem A do elemento Cu (E) mapa EDS da imagem A do elemento Fe (F) mapa EDS da imagem A do elemento Nb (H) mapa EDS da imagem do elemento Zn	83
Figura 18 - Imagens de MEV elétrons retroespalhados mostrando a microestrutura dos materiais fundidos, com as diferentes quantidades de reforço todos com ampliação de 500x (A) Al₀NbC (B) Al₅NbC (C) Al₁₀NbC (D) Al₁₅NbC	85
Figura 19 – Imagens de MEV elétrons retroespalhados com aumento de 100x com respectivos espectros de EDS e análises químicas pontuais das 3 condições de reforço (A) Al₅NbC (B) Al₁₀NbC (C) Al₁₅NbC.....	86
Figura 20 – Imagens de MEV elétrons retroespalhados (A) amostra com 5 % (Al₅NbC) de reforço aumento de 100x (B) incrustação de NbC na matriz aumento de 1000x (C) detalhe para as partículas de NbC e sua organização em pequenos aglomerados com aumento de 5000x.....	88
Figura 21 – Imagem de MEV elétrons retroespalhados (A) detalhe de partículas de NbC com aumento de 5000x e seus respectivos EDSs de Nb (B) Nb e Ti (C)	90
Figura 22 - Imagens por MO das amostras globularizadas nas frações de 0 %, 5 %, 10 % e 15 % em massa de NbC sem ataque eletrolítico (A) (B) (C) (D) e com ataque (E) (F) (G) (H)	96
Figura 23 - Disposição das linhas de contagem utilizadas na determinação do tamanho de grão por meio da técnica dos interceptos de Heyn	97
Figura 24 – Imagens por MO das amostras globularizadas nas frações de 0 %, 5 %, 10 % e 15 % em massa de NbC sem ataque eletrolítico (A) (B) (C) (D) e com ataque (E) (F) (G) (H)	102
Figura 25 - Imagens de MEV elétrons retroespalhados mostrando a microestrutura dos materiais tixotomados com as diferentes quantidades de reforço todos com ampliação de 500x (A) Al₀NbC (B) Al₅NbC (C) Al₁₀NbC (D) Al₁₅NbC com mapas de EDS mostrando a distribuição do Nb.....	106
Figura 26 - Imagens de EDS dos mapas de Si nas amostras Al₅NbC fundida (A) e tixotomada (B) e Al₁₀NbC fundida (C) e tixotomada (D)	107
Figura 27 - Perfil tridimensional de desgaste das amostras (A) Al₀NbC (B) Al₅NbC (C) Al₁₀NbC (D) Al₁₅NbC no estado como fundida após o ensaio de	

desgaste por abrasão em roda de borracha com perfil linear da superfície obtido na região central da amostra no eixo "Y"	118
Figura 28 - Perfil tridimensional de desgaste das amostras (A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC tixoconformadas e após o ensaio de desgaste por abrasão em roda de borracha com perfil linear da superfície obtido na região central da amostra no eixo "Y"	120
Figura 29 – Imagens de MEV elétrons secundários das quatro condições como fundido A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC após o processo de desgaste, avaliando os mecanismos presentes, todas com aumento de 500x	122
Figura 30 - Imagens de MEV elétrons secundários das quatro condições tixoconformadas A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC após o processo de desgaste, avaliando os mecanismos presentes, todas com aumento de 500x.	123

LISTA DE FOTOGRAFIAS

Fotografia 1 - (A) Forno de indução GRION e cadinho acoplado, (B) estufa TYFSF WGL-230B, (C) lingoteiras de aço.....	61
Fotografia 2 - Mecanismo de agitação acoplado ao forno de indução	63
Fotografia 3 - Bobina acoplada ao forno de indução utilizada para globularização das amostras (A) e prensa com sistema de aquecimento da matriz (B).....	65
Fotografia 4 - Equipamento utilizado para realização do ataque eletrolítico nas amostras	69
Fotografia 5 - Evolução da marca provocada pelo ensaio de desgaste abrasivo na amostra Al₁₅NbC fundida (A) e tixoconformada (B) nos tempos de 0 min, 10 min, 20 min e 30 min de ensaio.....	111

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Diagrama Ternário Al-Si-Cu mostrando a projeção das temperaturas <i>liquidus</i> conforme as concentrações do elementos Al, Si e Cu	23
Gráfico 2 - Diagrama ternário Al-Si-Fe mostrando a projeção das temperaturas <i>liquidus</i> conforme as concentrações dos elementos Al, Si e Fe.	24
Gráfico 3 - Transformação semissólida liga A380 produzido pelo <i>Thermo – Calc</i>®.....	25
Gráfico 4 - Transformação esperada de líquido para sólido com base na temperatura e fração líquida	36
Gráfico 5 - Intervalo de processamento semissólido das ligas Al-Si	37
Gráfico 6 - Distribuição granulométrica do pó de NbC por meio do programa ImageJ	78
Gráfico 7 - Difrátograma dos compósitos Al0NbC, Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC na condição como fundida	93
Gráfico 8 - Tamanho de grão (μm) das amostras na condição como fundida obtido por meio da técnica de interceptos de Heyn.....	99
Gráfico 9 - Comparação dos valores de dureza Rockwell B dos compósitos antes e após o processo de tixotomização.....	110
Gráfico 10 - Variação na perda volumétrica nas 4 condições (Al0NbC, Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC) na condição como fundida e tixotomizada (tixo) testadas no ensaio de desgaste por abrasão nos 3 períodos de tempo (10, 20 e 30 min).....	113

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Rotas de obtenção de estruturas não dendríticas	32
Quadro 2 - Principais métodos de fabricação de compósitos em estado líquido	40
Quadro 3 - Principais métodos de fabricação de compósitos em estado sólido	41
Quadro 4 - Principais métodos de fabricação de compósitos em estado gasoso	42
Quadro 5 - Reforços utilizados na concepção de compósitos de matriz metálica	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química em porcentagem em massa da liga A380 segundo a norma ASTM B85 (2018).....	21
Tabela 2 - Composição química da liga A380 em porcentagem em massa com Al em balanço	59
Tabela 3 - Configuração dos compósitos elaborados em porcentagem em massa	60
Tabela 4 - Parâmetros da análise por DRX dos compósitos.	70
Tabela 5 - Parâmetros utilizados no ensaio de abrasão ASTM G65	73
Tabela 6 - Comparação dos valores de densidade teórica real e porosidade das quatro amostras, na condição como fundida	91
Tabela 7 - Comparação dos valores de densidade teórica real e porosidade das quatro amostras, na condição tixoconformada.....	100
Tabela 8 – Valores médios de DCS, GS razão DCS/GS, fator de forma e índice RQI das amostras globularizadas (média± desvio padrão)	103
Tabela 9 - Comparação da taxa de desgaste (mm³/min) das quatro amostras ao longo dos tempos de ensaio com a média final na condição como fundida e tixoconformada	116

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	<i>Aluminum Association</i> (Associação do alumínio)
AMC	“Aluminum matrix composite” (Compósito de matriz de alumínio)
ASTM	<i>American Society for Testing Materials</i>
ABAL	Associação Brasileira do Alumínio
BSE	<i>Backscattered electrons</i> (Detecção de elétrons retroespalhados)
CETEM	Centro de Transformação de Materiais
C2MMA	Centro de Caracterização Multiusuário UTFPR Ponta Grossa
CMCM	Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais UTFPR Curitiba
CVD	<i>Chemical vapor deposition</i> (Deposição química de vapor)
Al0NbC	Compósito da liga A380 sem reforço de NbC
Al5NbC	Compósito da liga A380 com 5 % em massa de NbC
Al10NbC	Compósito da liga A380 com 10 % em massa de NbC
Al15NbC	Compósito da liga A380 com 15 % em massa de NbC
CS	<i>Cooling slope</i> (Rampa de resfriamento)
DRX	Difração de Raio X
DSC	<i>Differential scanning calorimetry</i> (Calorimetria diferencial exploratória)
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X
FSP	<i>Friction stir processing</i> (Processamento por fricção agitação)
HEBM	<i>High energy ball milling</i> (Moagem de alta energia)
HRB	<i>Hardness Rockwell B</i> (Dureza Rockwell B)
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
MIT	Instituto de Tecnologia de Massachusettes
MMC	<i>Metal matrix composite</i> (Compósitos de matriz metálica)
MPa	Mega pascal
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MO	Microscopia ótica
ISO	Organização Internacional de Normalização
PVD	<i>Physical Vapor Deposition</i> (Deposição física de vapor)
RPM	Rotações por minuto
SE	<i>Secondary electrons</i> (Detecção de elétrons secundários)
SSM	<i>Semi-solid material</i> (Material Semissólido)
SSMP	<i>Semi-solid material processing</i> (Processamento de material semissólido)
SIMA	<i>Strain-induced melt activated process</i> (Deformação induzida por processamento a quente)
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná

LISTA DE SÍMBOLOS

ϑ	Adimensional
NbC	Carbeto de nióbio
D_S	Coefficiente de difusão em massa do soluto no sólido
K	Coefficiente de partição
C_0	Concentração global
C_l	Concentração do soluto no líquido
C_s	Concentração do soluto no sólido
ρ_f	Densidade do reforço do compósito
ρ_m	Densidade da matriz do compósito
ρ_s	Densidade real do material
ρ_t	Densidade teórica do material
λ_2^2	Espaçamento do braço dendrítico secundário
Al- α	Fase alumínio alfa
Cu- Θ	Fase cobre teta
Fe- α	Fase ferro alfa
Fe- β	Fase ferro beta
V_m	Fração da matriz do compósito
V_f	Fração do reforço do compósito
F_s	Fração sólida
φ	Fração sólida em volume
m_l	Massa de líquido deslocado
m_s	Massa seca dos materiais
μm	Micrômetro
P	Porosidade
T_f	Temperatura de fusão do elemento puro preponderante
T_{liq}	Temperatura <i>liquidus</i>
T	Temperatura de trabalho
μ_0	Viscosidade aparente
μ_c	Viscosidade efetiva

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	Objetivos	19
1.1.1	Objetivo geral	19
1.1.2	Objetivos específicos.....	19
1.2	Justificativa.....	20
2	REFERENCIAL TEÓRICO.....	21
2.1	Liga de alumínio A380.....	21
2.1.1	Solidificação da liga A380	25
2.1.2	Refinamento de grão	27
2.2	Processamento de materiais semissólidos (SSM)	29
2.2.1	Características do processamento semissólido.....	29
2.2.2	Rotas de obtenção de estruturas não dendríticas	32
2.2.3	Métodos de determinação da fração sólida.....	33
2.2.4	Parâmetros dos SSM	36
2.2.5	Refinamento químico de grão.....	38
2.3	Processos utilizados de fabricação dos materiais compósitos de matriz metálica.....	39
2.3.1	Fabricação em estado líquido.....	39
2.3.2	Fabricação em estado sólido.....	41
2.3.3	Fabricação em estado gasoso.....	42
2.4	Tipos de reforço dos materiais compósitos matriz metálica.....	42
2.5	Distribuição das partículas de reforços em compósitos	45
2.5.1	Interação entre as partículas de reforço e a matriz	45
2.5.2	Interação entre a frente de solidificação e as partículas de reforço.....	47
2.6	Processamento em estado semissólido de materiais compósitos....	48
2.7	Desgaste.....	50
2.7.1	Desgaste abrasivo.....	50
2.7.2	Ensaio de desgaste por três corpos	53
2.8	Caracterização de materiais compósitos de matriz alumínio	54
2.8.1	Microestrutura e distribuição dos reforços.....	55
2.8.2	Propriedades mecânicas dos compósitos de alumínio.....	56

3	METODOLOGIA	58
3.1	Produção dos compósitos	59
3.1.1	Preparação da carga de fusão	59
3.1.2	Fusão dos materiais	60
3.2	Determinação da fração sólida	63
3.3	Tratamento de globularização	64
3.4	Execução da tixoconformação	66
3.5	Caracterização do compósito	66
3.5.1	Análise metalográfica	67
3.5.2	Difração de raio X.....	70
3.5.3	Determinação do tamanho de grãos	70
3.5.4	Ensaio de dureza.....	71
3.5.5	Determinação da densidade.....	72
3.5.6	Ensaio de desgaste	73
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	76
4.1	Caracterização do pó de NbC utilizado como reforço	76
4.2	Caracterização morfológica e microestrutural do compósito	78
4.2.1	Análise da densidade e porosidade na condição como fundida	90
4.2.2	Difração de raio X.....	92
4.2.3	Influência microestrutural do processo aplicado de stir casting e inserção do NbC.....	94
4.3	Avaliação dos parâmetros do processo de tixoconformação dos compósitos A380/NbC	99
4.3.1	Análise da densidade e porosidade após a tixoconformação.....	99
4.3.2	Influência do NbC na globularização da liga A380	101
4.3.3	Alterações morfológicas e microestruturais após a tixoconformação	104
4.4	Análise comparativa da dureza dos compósitos antes e posteriormente ao emprego da tixoconformação	108
4.5	Ensaio de desgaste abrasivo	111
5	CONCLUSÕES	126
	REFERÊNCIAS	129

1 INTRODUÇÃO

Os fenômenos de desgaste são alguns dos principais problemas encontrados na busca por redução de custo e aumento de produtividade dos mais diversos setores da economia. O desgaste abrasivo é um dos mais comumente encontrados, sua severidade está ligada ao meio e ao material de contato. A busca por desenvolvimento de materiais que minimizem os efeitos abrasivos, e estejam alinhados as demandas da engenharia, são alguns dos atuais focos de pesquisa (RIBEIRO, 2020).

Os materiais tradicionais tem alcançado seu limite nas atuais demandas de propriedades físicas e químicas. Entretanto uma nova geração de materiais como: ligas de alta entropia, compósitos e nano materiais apresentam superiores propriedades em relação as ligas convencionais e tem estado em foco de estudo. O principal benefício do uso de ligas de alumínio em compósitos, reside no fato que várias propriedades mecânicas e tribológicas podem ser adaptadas pela inserção de reforços em adequadas quantidades (KHALKHO; CHEVURI; DAGARAPU, 2022).

Os materiais compósitos são formados por uma fase matriz, seja ela cerâmica, polimérica ou metálica com elementos reforçantes em seu interior. Os Compósitos de Matriz Metálica (MMC, do inglês, *metal matrix composite*), são obtidos a partir da combinação de ligas metálicas utilizadas como matriz e reforços cerâmicos.

O grande interesse na área de compósitos é verificado com muitos estudos relacionados na área, como os revisados por Ramanathan; Krishnan e Muraliraja (2019), devido à capacidade de unir propriedades desejadas de mais de um tipo de material. Estas pesquisas apresentam como foco a aprimoração da temperatura limite de trabalho e resistência a abrasão, algo muito desejado pelas indústrias aeronáutica, militar e automobilística, indicando o uso de materiais com baixo peso específico e elevada resistência na constituição da matriz.

Comumente há duas rotas de obter os compósitos, por meio de técnicas de processamento com fase líquida e fase sólida. Por meio da fase sólida a técnica de metalurgia do pó é a mais utilizada devido sua capacidade de distribuir uniformemente os reforços. Contudo apresenta alguns empecilhos para produção industrial como: limitação de tamanho e processamento de peça com geometria complexa em larga escala (LONG *et al.*, 2014). Em razão da crescente demanda por MMCs, o foco dos estudos tem-se voltado para o desenvolvimento e aprimoramento de novas técnicas de produção de compósitos em estado líquido, como é o caso do processo de fundição

com agitação *stir casting*. Alguns dos maiores desafios na produção de compósitos são: o alto custo de produção de algumas técnicas, distribuição não homogênea das partículas e limitações dimensionais do processo. Esta é uma das técnicas via líquida mais econômicas e industrialmente visadas em razão da possibilidade da produção grandes componentes e em larga escala. Recebe destaque entre as demais como sendo uma das mais econômicas simples. Desta forma analisando que a relação de custo-benefício do processo é essencial para a viabilidade de utilização. (GONZAGA; PASSOS; GOMES, 2020; SOLTANI *et al.*, 2017). Segundo Kasilingam; Narayanan e Vijayram (2016) esta metodologia tem se mostrado promissora na produção de compósitos com excelentes propriedades mecânicas, além de oferecer um manejo de produção de baixo custo e larga escala.

Na constituição da fase matriz, as ligas de alumínio multicomponente, têm obtido grande relevância na formulação de compósitos. No meio científico, são encontradas diversas pesquisas relacionadas ao aprimoramento de parâmetros do processo, adotando as ligas já testadas (A356, AA7075, AA6061) por diversos autores conforme avaliado no trabalho de Arunkumar *et al.* (2020), ou na aplicação de diferentes reforços à matriz.

A liga de alumínio A380 é de forma corrente usada em processo de fundição sob pressão (*die casting*) (CAO *et al.*, 2019), tendo também alguns empregos no processo de tixoconformação (FERREIRA, 2017) , e de forma isolada, em fundição com agitação (do inglês, *stir casting*) (KOLAHDOOZ, 2019).

Na constituição de peças a partir de MMCs, destaca-se o processamento semissólido de materiais (SSMP, do inglês, *semi solid material processing*). O elemento principal desta técnica é a formação da estrutura globular em contraponto as típicas estruturas dendríticas de fundição, o que é denominado de comportamento tixotrópico (KUMAR *et al.*, 2015). Diversas formas podem ser utilizadas para a obtenção da pasta tixotrópica, como a agitação eletromagnética, porém destaca-se o refino químico de grão. Uma técnica baseada na nucleação heterogênea, aprimorada na supressão do crescimento dendrítico, alcançando uma estrutura fina e equiaxial, ideal para obtenção da estrutura com características tixotrópicas após o processo de globularização (KUMAR; GHOSE; MANDAL, 2019). Esta característica promove uma redução da tensão necessária para a deformação do material consequentemente um aumento da vida útil do molde. Dentre as vantagens em relação a outros métodos são citadas: a capacidade de produção de formas complexas em um menor número de

etapas, além da grande precisão dimensional e principalmente baixo nível de porosidade (HU *et al.*, 2020).

Neste processo, em comparação com o material fundido a redução de porosidade é um dos responsáveis pelo incremento nas propriedades mecânicas e tribológicas dos compósitos. Um aumento da dureza e diminuição do coeficiente de fricção, estão entre alguns dos principais resultados relacionados a importância do processo de tixoconformação (RAHMAN *et al.*, 2020). De forma que, o processo de tixoconformação, com suas vantagens, seja empregado na formulação da peça final com as características adequadas a sua utilização.

Em relação a estes pontos, este trabalho tem por foco, uma rota exploratória de obtenção e avaliação das características microestruturais e desgaste abrasivo do compósito tixoconformado da liga A380 reforçada com carbeto de nióbio (NbC), obtido pelo método *stir casting*.

1.1 Objetivos

A seguir apresentam-se os objetivos geral e específicos desta pesquisa.

1.1.1 Objetivo geral

Avaliar a influência da adição do NbC na liga A380 na constituição do compósito tixoconformado obtido pela técnica *stir casting*, na resistência ao desgaste abrasivo e comportamento microestrutural.

1.1.2 Objetivos específicos

- Estabelecer os parâmetros de processo para a obtenção do compósito de matriz metálica pela técnica *stir casting* com a liga A380, reforçada com carbeto de nióbio (NbC).

- Investigar características físicas, mecânicas e microestruturais dos compósitos A380/NbC em diferentes concentrações de reforço.

- Analisar o comportamento dos compósitos fundidos e tixoconformados no desgaste abrasivo em função dos parâmetros de processo e aspectos microestruturais.

1.2 Justificativa

Entre os diversos materiais utilizados, os compósitos se apresentam como o elo de ligação, pois carregam consigo as notáveis características desejadas de suas respectivas classes. Entretanto, composições e características destes materiais ainda estão em estudo e desenvolvimento, resultando em um processamento ainda não consolidado na aplicação industrial em larga escala. Em razão disto, pesquisas acerca de suas propriedades e técnicas de manufatura, tornam-se de suma importância para a evolução desta linha de materiais.

Os reforços de NbC são materiais que estão em estudo para aplicação nas mais diversas áreas da indústria. Além deste fato, o Brasil possui uma das maiores jazidas de nióbio (Nb) de mundo. Concentrando 98% da reserva global do material, informação de grande relevância para um processo futuro de produção em larga escala. A utilização destes materiais como reforços tem sua importância destacada devido à suas propriedades em meio às outras possibilidades.

O processo de *stir casting* é uma das técnicas de manufatura líquida de produção dos compósitos, se destacando pelo ótimo desempenho das partículas em relação à matriz e baixo custo de processamento. Fatores essenciais que tornam a tecnologia como uma das melhores opções, na elaboração de materiais compósitos de matriz de alumínio.

A tixoconformação é um processo de conformação mecânica com o material no estado semissólido (pastoso), com alteração de características mecânicas e metalúrgicas, o qual possui diversas vantagens relatadas em pesquisas, se comparado com outros processos. A utilização da técnica de refino químico de grão seguida do tratamento de globularização, se mostra como uma das mais viáveis em razão da facilidade de uso para obtenção do material tixotrópico. Suas aplicações ainda não são extremamente difundidas, em razão de ser um processo teoricamente recente. Além disso, conforme observado na literatura consultada, não se encontra muitos relatos de estudos com a utilização de compósitos matriz de alumínio tixoconformados. Desta forma, uma busca experimental com esta técnica se mostra de suma importância para desenvolvimento de novos materiais.

Para caracterização do material, técnicas de análise morfológica e microestrutural aplicadas em conjunto com a avaliação de propriedades físicas, fornecem um eficaz estudo sobre o comportamento dos compósitos tixoconformados.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

A seguir será apresentado o estado da arte referente às características das ligas de alumínio, suas microestruturas e evolução das fases, com destaque para o processamento semissólido, e concepção dos compósitos de matriz metálica, além de alguns princípios e metodologias para a compreensão dos fenômenos ocorridos no processamento semissólido de compósitos.

2.1 Liga de alumínio A380

As ligas de alumínio são regularmente especificadas segundo a AA (*Aluminum Association*), em função da sua composição química. A classificação ocorre em ligas para trabalho mecânico, com quatro dígitos e ligas fundidas, com três dígitos numéricos (HERNANDEZ; RAMÍREZ; MACKAY, 2017).

A principal diferença entre as duas separações é a quantidade de silício (Si) presente. A maior concentração deste elemento em ligas para fundição, está relacionada com o fato de o Si proporcionar um baixo coeficiente de expansão térmica e principalmente uma melhora significativa na fluidez da liga. Estas ligas são separadas em 3 grandes categorias em função da porcentagem em massa de Si, sendo hipoeutéticas (0 % a 10 %), eutéticas (11 % a 13 %) e hipereutéticas (14 % a 20 %) (FERREIRA, 2016).

Dentro destes critérios, uma das ligas que atende de forma satisfatória os atuais requisitos de processamento industrial é a A380. A liga de alumínio A380, é classificada com uma liga multicomponente hipoeutética. Sua composição química, segundo a norma ASTM B85 (2018) pode ser vista na Tabela 1. Na fundição é uma das ligas mais utilizadas, oferecendo uma das melhores combinações de propriedades do material e facilidade de produção (NAFISI; GHOMASHCHI, 2016).

Tabela 1 - Composição química em porcentagem em massa da liga A380 segundo a norma ASTM B85 (2018)

Liga	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Sn	Outros
A380	7,5	0,0	3,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	9,5	2,0	4,0	0,5	0,1	3,0	0,5	0,3	0,18

Fonte: ASTM (2018)

O Si presente em maior quantidade nestas ligas, é considerado uma das adições mais importantes em questão de melhoria das propriedades mecânicas com destaque para a tensão de escoamento e a tensão última de resistência. Além disso: melhora da capacidade e manejo do fundido com aumento considerável da fluidez, redução da contração térmica e aumento da dureza e resistência ao desgaste (FANG, 2018).

Além das vantagens obtidas em relação ao processamento de alumínio, outros elementos presentes na liga também proporcionam alterações nas propriedades e nas estruturas formadas na solidificação. A adição do Cu, contribui para o fortalecimento de união dos componentes da liga e aumento da dureza. Além disso, promove o endurecimento por precipitação, e favorece a melhora da resistência mecânica da liga. Fenômeno que por sua vez facilita a formação de cavaco, melhorando a usinabilidade da liga (FERREIRA, 2017).

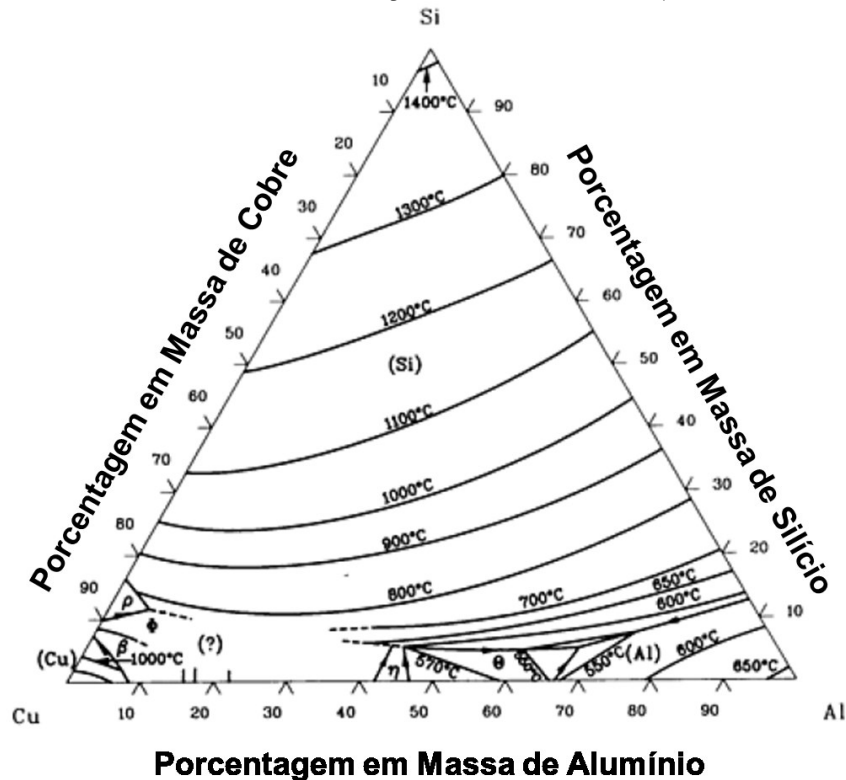
A inserção do elemento Zn também provoca alterações na liga de Al. Em grandes quantidades tende a atuar como elemento endurecedor, apesar de apresentar problemas de corrosão sob tensão, conforme aponta Ferreira (2017). A utilização de outros elementos juntamente com o Zn tem sido uma alternativa, por exemplo a adição de Mg aprimora o potencial de resistência da liga Al com Zn. No caso da corrosão sob tensão, uma das principais medidas adotadas é ajustar a relação de Zn-Mg para próximo de 3:1 (DAVIS, 2001).

Kaufman e Rooy (2004) comentam que o Zn, em valores de até 3 % em massa, pode ser encontrado mais comumente em ligas oriundas de reciclagem. Os autores também relatam que a presença do Mg, juntamente com o Zn, possui a propriedade de envelhecer naturalmente dentro de 20 a 30 dias, em temperatura ambiente após a fundição. Fato muito útil em razão de algumas necessidades industriais. A adição do Mg também promove um destaque na resistência à corrosão. Fato importante para seu uso em ambientes marinhos e no setor alimentício.

A adição do Cu é feita geralmente em teores superiores 4,5 %, quando o foco é a resistência mecânica, mas também provoca um benéfico aumento do intervalo de solidificação. Contudo O Cu torna a liga mais suscetível a presença de poros. Desta forma, para se alcançar uma relação adequada de propriedades mecânicas e defeitos, o teor de Cu geralmente é restrito a valores entre 2 % e 4,5 % em massa (FERRARINI, 2005).

No Gráfico 1, é mostrado o diagrama ternário Al-Si-Cu. Ao decorrer da solidificação desta classe de ligas, as principais formações de fases encontradas são intermetálicas além do silício eutético e estruturas complexas. Em relação as microestruturas finais de solidificação do Cu na liga, encontra-se a formação majoritária da fase θ -Al₂Cu, decorrente das concentrações dos elementos Al, Si e Cu na liga (HERNANDEZ; RAMÍREZ; MACKAY, 2017).

Gráfico 1 - Diagrama Ternário Al-Si-Cu mostrando a projeção das temperaturas *liquidus* conforme as concentrações do elementos Al, Si e Cu

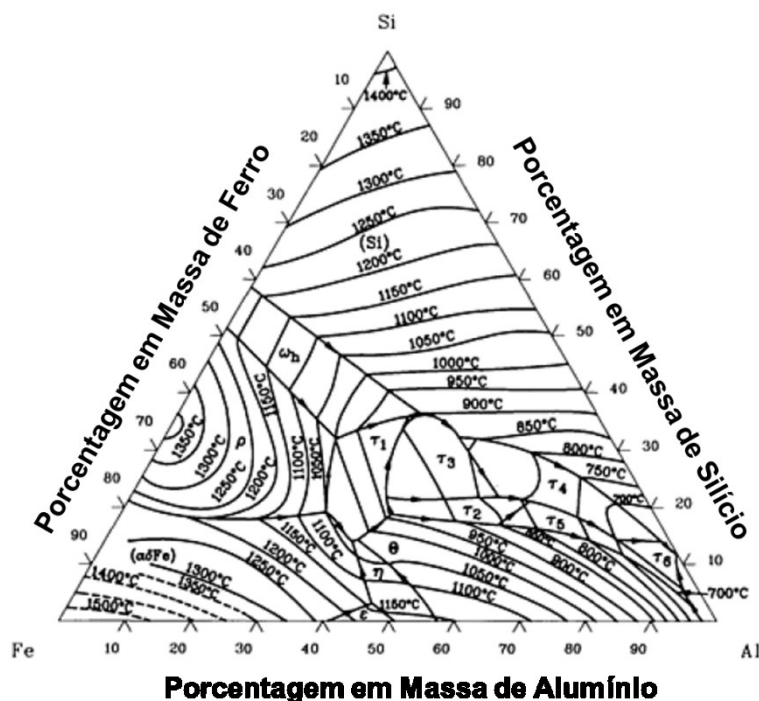


Fonte: Adaptado de Baker (1992)

O ferro, um dos elementos de liga mais estudados dentro das ligas de alumínio, é demarcado como sendo um dos principais elementos que são rotulados como impurezas em ligas de alumínio, remanescente do processo de refino da bauxita e fusão. Em fundição sob pressão (*die casting*), o ferro atua para impedir a soldagem ou colagem nas paredes do molde, sendo acompanhado por uma diminuição da ductilidade (DAVIS, 2001). Contudo, segundo Duarte (2014), reduz a fundibilidade em razão do aumento da temperatura de fusão, atua também na formação de fases juntamente com Mg e Cr, chamados de *sludge* (lama no fundo do cadinho).

No caso da inserção do Fe nas ligas Al-Si, Taylor (2004) e Kuchariková *et al.* (2021) discutem em seus trabalhos uma ampla análise sobre como o Fe entra nas ligas de Al. A maneira que o Fe leva a formação das fases intermetálicas complexas durante a solidificação, avaliando sua interferência nas propriedades mecânicas. Os autores mencionam que em ligas Al-Si, duas fases são predominantemente formadas $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ (conhecida como fase ferro alfa ou Fe- α) e Al_5FeSi (conhecida como fase ferro beta ou Fe- β). Se Mg também estiver presente com Si, uma alternativa chamada fase pi ou π pode se formar, $\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$. Outra fase comum que se forma quando Mn está presente com Si é $\text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2$, também conhecida como fase Fe- α . Esta fase tende a se formar preferencialmente à outra fase α quando o manganês (Mn) estiver presente.

Gráfico 2 - Diagrama ternário Al-Si-Fe mostrando a projeção das temperaturas liquidus conforme as concentrações dos elementos Al, Si e Fe.



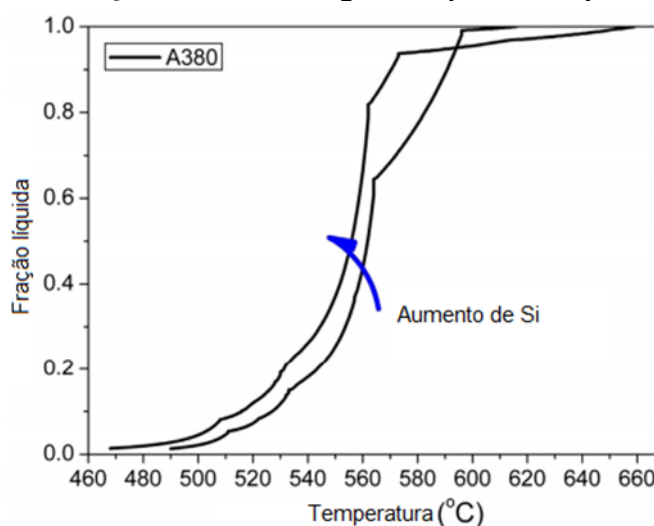
Fonte: Adaptado de Baker (1992)

O Mn que em algumas ligas pode ser visto como impureza, e em outras situações, ser adicionado em baixas quantidades para auxiliar na alteração da morfologia de uma fase rica em Fe. O Mn atua na formação de estrutura cúbica Fe- α $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$. Além de que em conjunto com Si, melhora as propriedades de fadiga da liga. No caso da pequena quantidade de Mn, e com base na análise do diagrama

ternário Al-Si-Fe mostrado no Gráfico 2, as fases de Fe presentes da liga A380 podem ser previstas. Espera-se principalmente a maior presença da fase Fe- β , que se apresenta caracteristicamente na forma plaquetária (em três dimensões) prejudicial às características mecânicas da liga. Porém, quando observadas em uma imagem ou fotografia bidimensional, as plaquetas aparecem como acículas (KUCHARIKOVÁ *et al.*, 2021).

Esta grande quantidade de elementos presentes na liga A380, também altera os valores necessários ao processo de tixoconformação. A alta carga de elementos como Fe, Si, Cu e Ni é evidenciada pela posição do joelho eutético mostrado no Gráfico 3, que ocorre em aproximadamente 60 % - 80 % de fração líquida (ZOQUI, 2014).

Gráfico 3 - Transformação semissólida liga A380 produzido pelo Thermo – Calc®



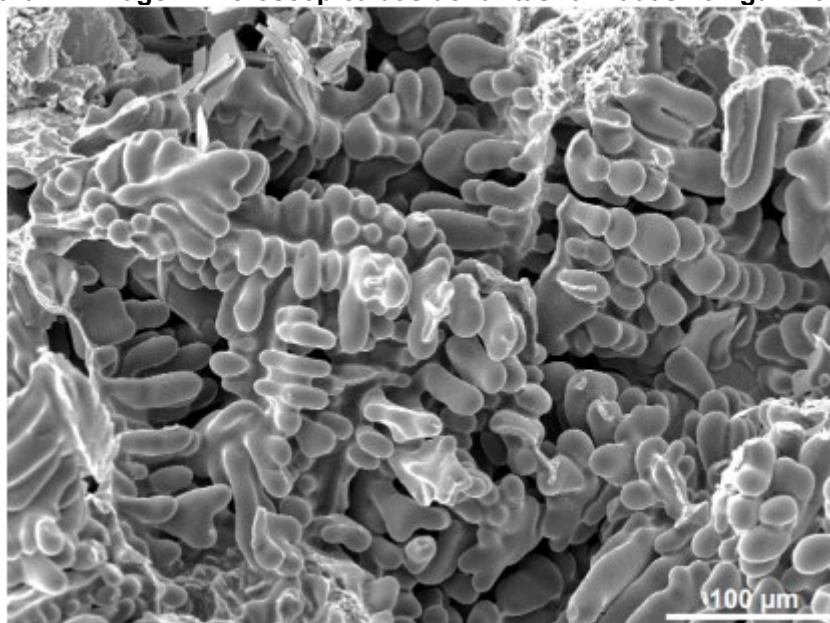
Fonte: Zoqui (2014)

2.1.1 Solidificação da liga A380

A solidificação das ligas Al-Si hipoeutéticas, onde está inserida a liga A380, geralmente iniciam com a nucleação de uma fase primária Al- α , com estrutura cúbica de face centrada (CFC), que cresce em forma de dendritas, mostradas na Figura 1. Nesta fase o Si se apresenta em solução sólida em concentração de até 1,65 % em massa. Em razão da baixa solubilidade do Si na fase anterior, este é rejeitado para o líquido interdendrítico, até que seja alcançada a composição do eutético Al-Si (FERRARINI, 2005).

Uma análise das estruturas dendríticas permite, a quantificação dos espaços entre os braços primários, secundários e terciários das dendritas. Este dado tem grande importância, haja visto que de acordo com o ponto de vista tecnológico, estas medidas exercem forte influência nas propriedades mecânicas dos componentes fundidos. De modo geral, é considerado que quanto menor estes espaços, mais aperfeiçoadas serão as propriedades deste material (KURZ; FISCHER, 1998).

Figura 1 – Imagem microscopica das dendritas formadas na liga Al 9 % Si



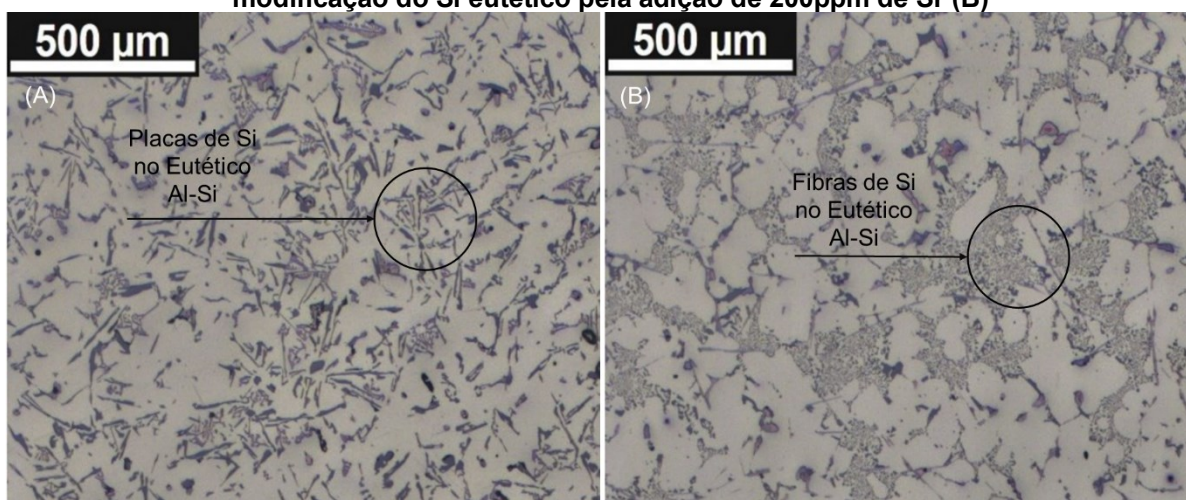
Fonte: Malavazi (2013)

A formação morfológica do Si na fase eutética, é apresentada geralmente na forma de placas multifacetadas conforme visto na Figura 2 (A), com o crescimento preferencial em certas direções cristalográficas, devido a formação de planos de maclas e “arestas reentrantes”. Esta morfologia apresenta efeitos deletérios nas propriedades mecânicas da liga, a partir de tensões internas que apresentam trincas devido à alta dureza e fragilidade destas formações (FERREIRA, 2016).

A modificação desta fase eutética é um processo geralmente aplicado para alteração da morfologia do Si eutético, em uma condição fibrosa focando no aprimoramento das propriedades mecânicas das ligas Al-Si. Dois mecanismos são mais utilizados para promover a modificação eutética: a partir de tratamentos térmicos de solubilização e com a inserção de elementos químicos (GURSOY; TIMELLI, 2020). Na Figura 2 (B), é possível ver a morfologia fibrosa apresentada após a inserção de 200 ppm de Sr como elemento modificador.

O funcionamento do mecanismo de alteração por tratamento térmicos ocorre em dois estágios: fragmentação e globularização das partículas de Si (MANENTE; TIMELLI, 2011). Já no caso da inserção de elementos modificadores duas teorias são as mais aplicadas para o entendimento do fenômeno. A primeira comenta que a modificação ocorre durante a nucleação (teoria da nucleação restrita), já a segunda trata sobre o crescimento desta fase (teoria do crescimento restrito). (MONIRI; SHAHANI, 2019).

Figura 2 - Imagens de microscopia ótica da liga A380 em estado natural (A) com modificação do Si eutético pela adição de 200ppm de Sr (B)



Fonte: Adaptado de Ferreira (2017)

2.1.2 Refinamento de grão

A integridade, ou seja, constituição morfológica e microestrutural das ligas Al-Si são fortemente dependentes da fração, tamanho e morfologia da fase primária Al- α , onde a qualidade das ligas é melhorada com o refinamento desta fase. De forma geral, três formas são as mais usuais para se obter o refinamento, por meio de: resfriamento rápido (efeito Chilling), agitação do fundido para processamento semissólido e por meio de adição de refinador de grão ao fundido (NAFISI; GHOMASHCHI, 2016).

Além da influência da morfologia do Si eutético, uma das formas mais comuns de promover um aperfeiçoamento das propriedades mecânicas das ligas Al-Si, ocorre pelo do refinamento das estruturas dendríticas Al- α por meio da inserção de elementos como Ti e B. A prática de refinamento de grão por meio da inserção de ligas refinadoras é uma das formas mais utilizadas industrialmente. O funcionamento e

mecanismos presentes neste meio estão muito bem relatados na literatura como no trabalho de Guan e Tie (2017).

A inserção da liga refinadora Al-5Ti-1B, é uma das mais utilizadas para o refino químico de grão. Em seu trabalho Pio *et al.* (2005) adicionou diferentes valores de refinador Al-5Ti-1B para avaliar sua influência nas propriedades mecânicas e tamanho de grão da liga LM6 Al-Si. O autor menciona que a utilização de 0,5 % em massa se mostrou como valor ideal, com um aumento de 10 % na dureza e significantes 39 % na tensão de escoamento se comparada com a liga pura. A inserção do refinador de grão também aumentou a taxa de solidificação, ou seja, mais lugares para nucleação heterogênea, promovendo a formação de grão mais equiaxiais e finos. Possivelmente sendo o mecanismo responsável pelo aumento da tensão de tensão de escoamento.

Recentemente El-Aziz *et al.* (2021) investigou as propriedades mecânicas e tamanho de grão após a inserção do refinador Al-5Ti-1B, na liga Al-Mg-Si, em proporções de até 2 % em massa. Os resultados, mostraram que as maiores reduções no tamanho de grão comparativamente foram alcançadas até 1 % em massa do refinador, o mesmo resultado foi observado em relação as propriedades mecânicas. Mostrando que a inserção de refinador com proporções entre 0 % e 1 % em massa são as mais adequadas em relação ao resultado esperado e sua quantidade.

Apesar de apresentar diversas vantagens, o processo de refinamento apresenta um problema na interação dos refinadores com o Si geralmente presente na liga de Al. Uma interação entre os constituintes dos refinadores, TiB_2 e $TiAl_3$, e os soluto de Si na liga prejudicam a eficiência dos núcleos de refinamento. Este fenômeno é conhecido na literatura como “*Envenenamento por Silício*”, sua explicação e entendimento estão explicados na literatura como no trabalho de Qiu *et al.* (2007).

Para superar este desafio, pesquisas recentes analisaram a eficiência da inserção do Nb nas ligas refinadoras. Nos trabalhos Li *et al.* (2019) e Xu *et al.* (2019), observa-se que mecanismo de anti envenenamento de Si do Nb pode ser atribuído à maior estabilidade do substrato à base de Nb do que a dos substratos à base de Ti na fusão de Al-Si. Mostrando um caminho promissor na inserção de Nb nas ligas de alumínio em várias funções.

2.2 Processamento de materiais semissólidos (SSM)

O SSM vem ganhando importância, como alternativa aos processos convencionais, em razão de suas duplas características de atuar como sólido em certos estados de tensões e líquido quando sob tensão de cisalhamento, o que caracteriza um fluido não newtoniano e tixotrópico (NAFISI; GHOMASHCHI, 2016). Estas e outras diversas características interessantes dos materiais processados em estado semissólido foram inicialmente descobertas por pesquisadores no MIT (Instituto de Tecnologia de Massachusettes) em 1972, onde a agitação de uma liga foi utilizada para produzir a esferoidização em um componente líquido, sendo posteriormente injetada em uma matriz (SPENCER; MEHRABIAN; FLEMINGS, 1972).

Inicialmente esta tecnologia foi desenvolvida pela equipe de Merton Flemings, conforme demonstrado nos trabalhos Spencer; Mehrabian e Flemings (1972), Flemings (1974) e Flemings; Riek e Young (1976), quando se estudava a reologia de ligas Pb-Sn. Nos anos seguintes, Flemings (1991) continuou com seus estudos com ligas de alumínio, denominando o processo como reofundição. Inicialmente em técnicas experimentais, o SSM foi evoluindo e tornando-se mais usual, tendo sua aplicação em processos de conformação convencionais, pelas quais percebeu-se suas vantagens e desvantagens (FLEMINGS, 1991).

2.2.1 Características do processamento semissólido

Algumas das vantagens e desvantagens são citadas por Atkinson (2005), quando comparadas com processos de fundição sob pressão. Dentre as principais vantagens estão: necessidade de uma menor quantidade de etapas de acabamento, facilidade de preenchimento da matriz e ausência de aprisionamento de ar. Contudo, no processo, algumas desvantagens são relevantes: em ligas com baixo intervalo de transformação sólido/líquido faz-se necessário um apurado controle da temperatura, além de que uma possível separação do líquido em razão do aquecimento não uniforme proporcione em uma segregação no componente.

O conhecimento e estudo das rotas de produção dos semissólidos é essencial para a escolha do processo, assim como seus parâmetros operacionais. Dentre os estudos, é possível encontrar algumas classificações destes métodos, possuindo sua divisão mais comum em duas classes: reofundição e tixoconformação, conforme foi

demonstrado por Nafisi e Ghomashchi (2016). Os autores mencionam que na rota de reofundição, o metal é aquecido até sua completa fusão, posteriormente uma redução na temperatura é realizada até o valor da fração sólida desejada. Neste ponto, é processado por técnicas de agitação, dentre as quais podem ser citadas a eletromagnética, rotores com pás, além de modelos de rosca sem-fim. Tais técnicas visam impor uma taxa de cisalhamento a fim de promover um processo de convecção forçada para a globularização. Logo após, certo tempo é fornecido ao material para finalização dos processos de transformação, na sequência o material é depositado diretamente na matriz para sua formulação no produto final.

Por outro lado, o processo de tixoconformação é uma das técnicas mais utilizadas, devido a ampla gama de opções de design que continuamente atraem adeptos para a técnica. Similar ao processo de reofundição, o material é fundido e aplica-se processos para formação de estrutura não dendrítica, como a adição de refinador de grão ou agitação eletromagnética em seguida é solidificado totalmente. (HUSAIN; AHMAD; RASHIDI, 2017).

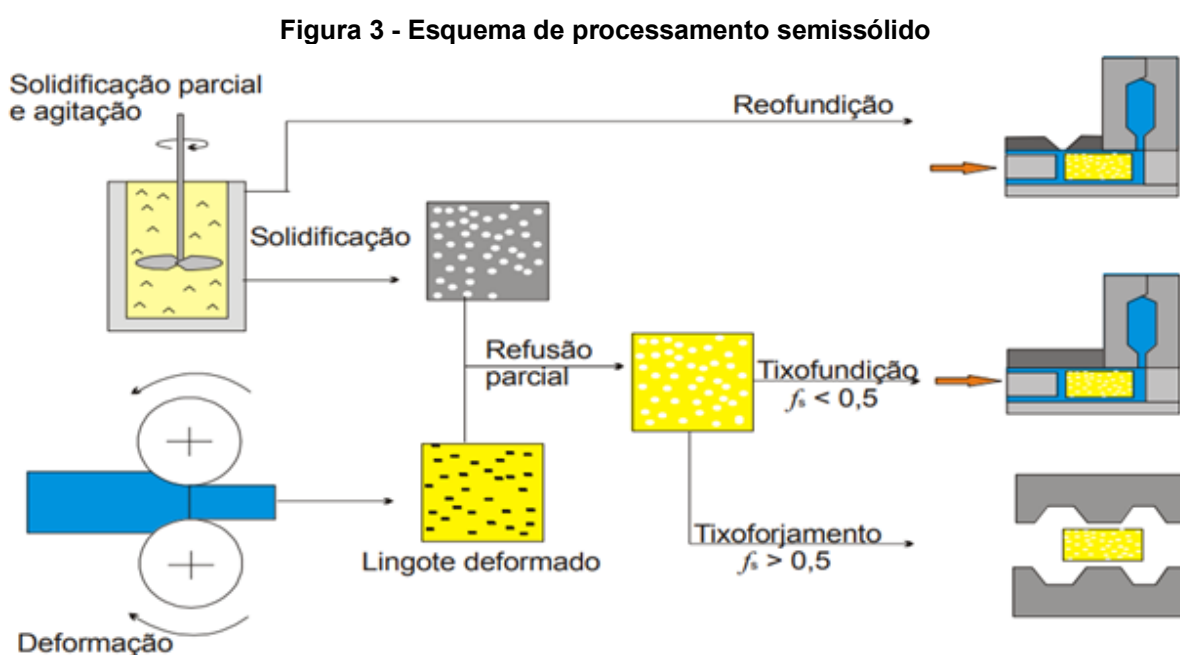
A agitação eletromagnética pode ser utilizada para quebra das estruturas dendríticas, assim possibilitando seu posterior processamento. Já no caso do refino químico de grão, o fenômeno ocorre por meio de uma sequência de etapas. Inicialmente o aumento da taxa de nucleação inicial favorece a maior quantidade de grãos, que atuam restringindo o crescimento dos grãos vizinhos. Fenômeno similar ocorre quando o material é submetido ao processo de agitação, onde há a quebra das estruturas dendríticas. Desta forma, resultando em uma estrutura sólida de grãos finos. Posteriormente, emprega-se o reaquecimento até a temperatura correspondente à fração sólida desejada (denominado tratamento de globularização), e com esta temperatura realiza-se a manutenção por certo tempo (retenção isotérmica). Nesta etapa os grãos já refinados em pequenas estruturas tendem a se globularizar devido a fenômenos de redução de energia superficial, buscando-se uma estrutura final com morfologia mais próxima da globular e formato geralmente irregular. Finalmente, o material é submetido a deformação por meio da aplicação de uma força, caracterizando o processo de tixoconformação (ZOQUI, 2001; TORRES, 2021).

Segundo Vieira (2004), na tixoconformação, pode haver uma subdivisão em razão da quantidade de fração sólida presente no material em estudo, de modo que

uma maior quantidade de fração sólida leve a denominação de tixoforjamento e, com quantidades menores tixoinjeção, conforme apresentado na Figura 3.

A tixoinjeção, foi um dos primeiros processos desenvolvidos no estudo de semissólidos, apresenta um grande desenvolvimento com uso de *softwares* especializados, obtendo propriedades melhores ou minimamente iguais à fundição convencional. Seu processo se dá por meio da injeção do material semissólido na cavidade geralmente de uma matriz (HIRT, 2000). Recebe grande atenção, pois apresentam um melhor preenchimento da cavidade do molde, gerando as peças finais sem ou com quantidade reduzida de poros e inclusões, o que garante uma melhor homogeneidade, refletindo nas propriedades mecânicas.

Já o tixoforjamento, segundo Lourençato (2008) é o segundo processo mais estudado, dentre os processos que fazem a conformação com o material em estado semissólido. Todavia, a complexidade no estudo dos estados de tensões e a grande diversidade de peças obtidas por forjamento, não favorecem a passagem para o setor industrial. Pois, outros fatores, como o domínio deficiente da tecnologia, também prejudicam esta transferência de tecnologia. Seu processamento ocorre basicamente em duas etapas: o aquecimento da matéria prima até a temperatura com fração semissólida desejada, seguida da conformação da peça, sendo esta geralmente em matriz fechada, para um maior controle dimensional (TORRES, 2013).



Fonte: Vieira (2004)

Outras técnicas também são utilizadas, como é o caso da tixoextrusão. Processo em que o material em estado semissólido é forçado a passar por uma matriz, com o perfil desejado. Semelhante a outros processos de tixoconformação, o processo oferece diversas vantagens, como maior fluidez, menor pressão e maior vida útil do molde. Além de proporcionar a utilização de ligas de difícil conformação para a indústria automotiva (HUSAIN; AHMAD; RASHIDI, 2017).

2.2.2 Rotas de obtenção de estruturas não dendríticas

A produção de matéria-prima com propriedades tixotrópicas é a chave para o processamento SSM (MOHAMMED *et al.*, 2013). Tais produtos podem ser obtidos por processamento posterior a solidificação, ou durante a solidificação. Em ambos os casos, as técnicas visam a alteração da microestrutura ainda em formação ou já estabelecida para globular (FLEMINGS, 1991). Desde o início dos estudos destes métodos de modificação microestrutural o foco da produção de materiais SSM se concentra na eliminação das estruturas dendríticas, a fim de globularizar a microestrutura do material. Ao longo dos anos, o processo apresentou variações na técnica de obtenção da pasta (material semissólido), havendo diversas rotas de processamento (ATKINSON, 2005). Desta forma, Kumar; Ghose e Mandal (2019) apresentam algumas rotas de obtenção das estruturas globulares necessárias ao SSM, as quais estão sintetizadas no Quadro 1.

Quadro 1 - Rotas de obtenção de estruturas não dendríticas

Rotas	Características
Agitação eletromagnética	Cisalhamento por campos eletromagnéticos rotativos, de forma contínua na produção de SSM.
<i>Stress-induced and melt-activated</i> (SIMA)	Indução de deformação plástica residual em um material extrudado à quente e temperado. Os contornos de grão de alto ângulo, propiciam melhor molhabilidade, gerando grãos mais finos e globulares.
<i>Cooling slope</i> (CS)	Vazamento do material em uma rampa levemente em declive arrefecida com água, com baixo superaquecimento para propiciar a quebras das estruturas dendríticas.
Fundição por spray	Metal fundido é atomizado por um gás em alta pressão em gotículas de tamanho micrométrico, onde são expostas a altas taxas de resfriamento, ficando algumas em condições de sólido líquido e semissólido.

Fundição líquida/quase líquida	Fundição próximo à temperatura de fusão, fazendo o enchimento do cadinho de forma lenta por uma lateral.
Refinamento químico de grão	Adição de partículas de materiais à base de titânio e boro, para formação de vários núcleos heterogêneos, os quais irão atuar na supressão do crescimento dendrítico.
Vibrações ultrassônicas	Vibrações ultrassônicas de alta intensidade são aplicadas durante o resfriamento, para aumentar o número de núcleos de solidificação e formar flutuações na pressão e temperatura do fundido, fornecendo uma microestrutura globular refinada.

Fonte: Adaptado de Kumar; Ghose e Mandal (2019)

Além destas rotas apresentadas existem diversas outras. Recentemente Li *et al.* (2021) fez uma grande revisão acerca dos processos de obtenção de estruturas não dendríticas, as propriedades e aplicações industriais. Mostrando a grande utilização e inovações presentes nesta área. Dentre os vários mecanismos que atuam na quebra das dendritas e formação da estrutura globular alguns são demarcados como principais. Estes mecanismos que atuam na formação globular a partir de quebra das dendritas foram inicialmente listados por Flemings (1991) como sendo: a refusão da raiz do braço dendrítico, mecanismo de crescimento controlado e fragmentação do braço dendrítico.

Diferentes técnicas têm sido utilizadas para produção de material semissólido, que quando reaquecidas irão produzir a microestrutura globular com características tixotrópicas. O refino de grão químico sendo a técnica utilizada neste trabalho será apresentada com mais detalhes na seção 2.2.5.

2.2.3 Métodos de determinação da fração sólida

Para o início da produção dos semissólidos há a necessidade de determinar alguns parâmetros, como a determinação do intervalo entre as temperaturas *solidus* e *liquidus* (faixa do material sob condição de semissólido), as quais marcam o intervalo no qual o material apresenta as características físicas necessárias ao processo de tixoconformação (TORRES, 2013).

Para a obtenção destes valores, tem-se à disposição algumas técnicas, seja por análises de diagramas de fase, formas experimentais, e computacionais. O fornecimento do intervalo de temperaturas dentro da qual o material estará

semissólido, possibilitará estabelecer a fração líquida/sólida que se deseja trabalhar com o material.

Uma das técnicas mais utilizadas é calorimetria diferencial exploratória (DSC – do inglês *Differential Scanning Calorimetry*), na qual a amostra é aquecida até a temperatura de fusão e resfriada de forma controlada, afim de monitorar a taxa de fluxo de calor durante a transição de estado físico. Neste sentido, pelo método de Flynn (1993), realiza-se uma integração de áreas parciais sob a curva de DSC até a linha de base determinada, obtendo uma curva de fração sólida ou líquida e a temperatura.

De forma geral, é utilizado a combinação das técnicas teóricas e experimentais visando a comparação e a melhor obtenção de dados, com as características de cada processo. A utilização de técnicas experimentais exige a preparação de várias amostras de cada condição do material a ser testado. Já no caso dos modelos teóricos pode-se fazer diversas avaliações sem necessariamente realizar a obtenção do material para ensaio.

Em análises computacionais, *softwares* como o Thermo-Calc® são utilizados para analisar as condições de contorno e parâmetros da liga e prever, segundo o modo de solidificação, dentro ou fora do equilíbrio, a fração sólida de acordo com a temperatura. Para a obtenção da fração sólida o programa faz uso de modelamentos matemáticos, baseados na regra da alavanca apresentada na Equação (2.1), e equação de Scheil, a qual é demonstrada na Equação (2.2) (TORRES, 2013).

A forma da regra da alavanca reescrita para determinar a fração sólida pode ser vista na Equação (2.1), onde F_s é a fração sólida dada pela razão entre C_l a concentração do soluto no líquido e C_0 a concentração global, sobre C_l e C_s a concentração do soluto no sólido para uma dada temperatura.

$$F_s = \frac{(C_l C_0)}{(C_l C_s)} \quad (2.1)$$

No caso da equação de Scheil, sua forma adaptada para uso no diagrama de fases com análise da fração sólida é mostrada na Equação (2.2). Onde (T_f) corresponde a temperatura de fusão do elemento puro preponderante, (T_{liq}) a temperatura *liquidus*, (T) a temperatura de trabalho e (k) o coeficiente de partição, calculado com a concentração do soluto no sólido em relação ao soluto no líquido.

$$F_s = 1 - \left(\frac{T_f - T}{T_f - T_{lid}} \right)^{\frac{1}{(k-1)}} \quad (2.2)$$

Tomando como base as Equações (2.1) e (2.2), outras formulações foram produzidas, como por exemplo a Equação (2.3), proposta por Brody e Flemings, em que o adimensional (ϑ) pode ser calculado pelo coeficiente de difusão em massa do soluto no sólido (D_s), tempo de solidificação final (s), (ou tempo local para solidificação T_f) e espaçamento do braço dendrítico secundário (λ_2^2), conforme mostrado na Equação (2.4) (ZOQUI, 2014).

$$F_f = 1 - \left(\frac{1}{1 - 2\vartheta k} \right) \left[1 - \left(\frac{T_m - T}{T_m - T_{liq}} \right)^{\frac{(1-2\vartheta k)}{(k-1)}} \right] \quad (2.3)$$

$$\vartheta = \frac{4D_s T_f}{\lambda_2^2} \quad (2.4)$$

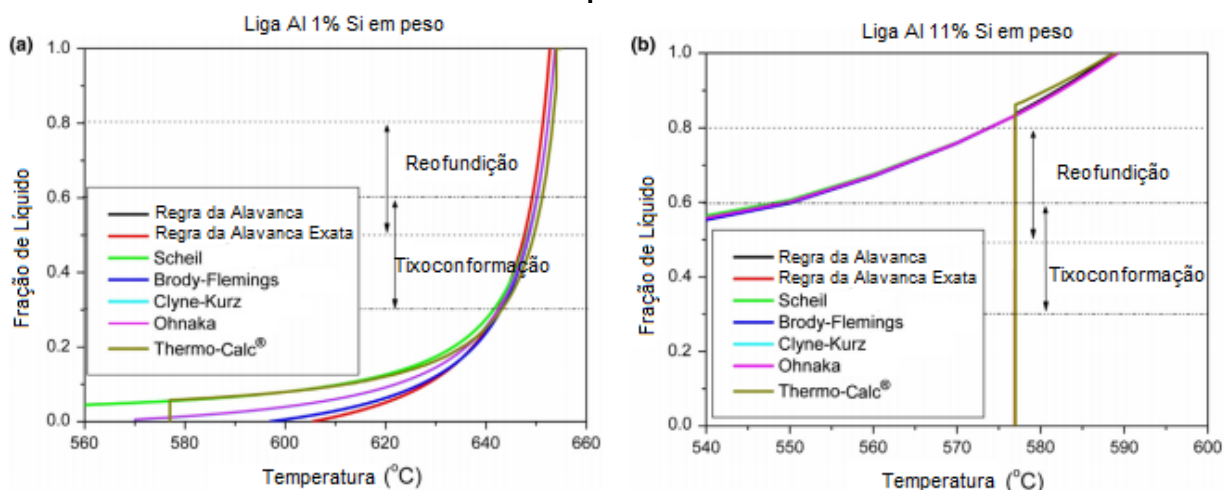
De maneira usual para a determinação das frações sólidas em ligas binárias, é utilizada a regra da alavanca, e a equação de Scheil. Quando tratar-se de ligas ternárias, estas equações sofrem pequenas alterações para a obtenção de um resultado aprimorado. De forma a serem utilizadas passo a passo durante a solidificação, estando de acordo com o diagrama de fases. No caso de ligas multicomponentes, onde não é possível sua análise pelo diagrama de fases, as Equações (2.1) e (2.2), podem ser utilizadas desde que, a quantidade de seus elementos seja pequena e não provoque alteração significativa no diagrama de fases (FERREIRA, 2017).

Conforme mostrado por Torres (2013) e Zoqui (2014), diversas metodologias são usadas para encontrar a temperatura necessária a obtenção para fração sólida desejada. Além destas técnicas, é possível obter estas informações a partir de bancos de dados, os quais possuem uma ampla gama de materiais cadastrados, servindo de apoio às pesquisas. Neste caso, por análises é possível obter uma boa resposta dos

modelos apresentados acerca da obtenção dos valores de fração sólida em função da temperatura.

No Gráfico 4 é possível perceber que no início do resfriamento é esperado que uma pequena mudança na temperatura cause grandes mudanças no estado sólido, fenômeno perceptível na ampla gama de técnicas. Contudo, conforme se aproxima o final da solidificação, uma grande mudança no intervalo de temperatura se faz necessária para promover uma mudança significativa no estado físico, gerando do ponto de vista do processo prático, uma falta de controle e dificuldade de estabelecimento de parâmetros (ZOQUI, 2014).

Gráfico 4 - Transformação esperada de líquido para sólido com base na temperatura e fração líquida



Fonte: Adaptado de Zoqui (2014)

No Gráfico 4 é possível visualizar a eficiência das técnicas mencionadas acima e algumas outras citadas por Zoqui (2014). Onde é possível perceber que em ligas com baixo teor de Si, uma variação na temperatura acima de 640°C, mesmo que pequena, já resulta em grandes alterações na fração líquida do material (ZOQUI, 2014).

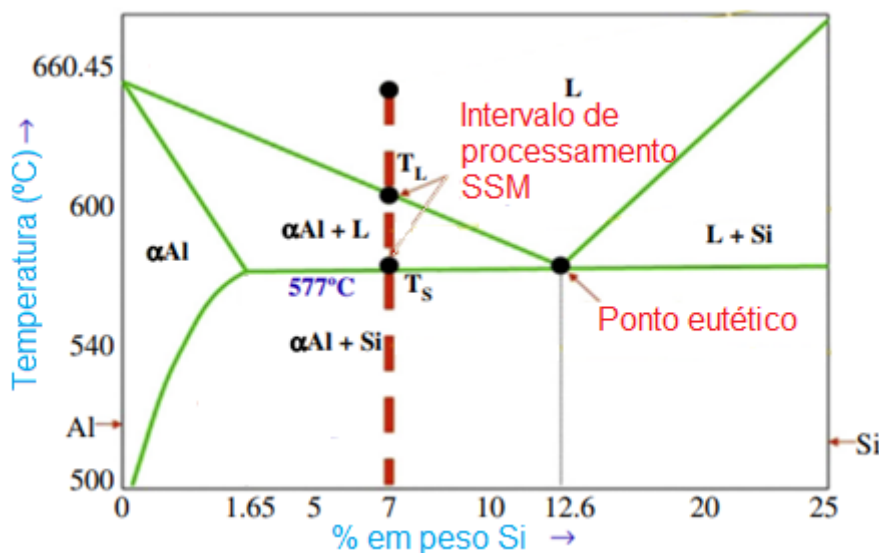
2.2.4 Parâmetros dos SSM

Os estudos de processamento dos SSM têm como foco principal a região contendo as temperaturas no intervalo sólido e líquido, conforme é mostrado no Gráfico 5. Além disso, características como: morfologia, distribuição da fase sólida e no caso dos compósitos o comportamento dos reforços nesta formação, também são

relevantes.

A grande exigência dos materiais semissólidos durante a dinâmica do processo é a utilização do processamento em uma configuração com porcentagens de sólido e líquido. A obtenção da morfologia globular consiste na aplicação de alguma das rotas mostradas na secção 2.2.2. Na sequência é realizado o tratamento de globularização, um aquecimento da liga até temperatura de semissólido desejada, neste patamar é aplicado um tempo de retenção isotérmica. Esta etapa tem por finalidade assegurar a esferoidização destas partículas (KUMAR; GHOSE; MANDAL, 2019).

Gráfico 5 - Intervalo de processamento semissólido das ligas Al-Si



Fonte: Adaptado de Kumar; Ghose e Mandal (2019)

Além da formação da estrutura globular, para o processamento suceder-se de forma eficaz, a viscosidade da pasta é algo muito relevante, uma vez que a trabalhabilidade do material semissólido depende deste fator, o qual é diretamente ligado a fração sólida utilizada (SALLEH *et al.*, 2013). Diversos fatores intrínsecos às ligas têm sua influência na formação da pasta semissólida, contudo em análises de compósitos a adição de elementos reforçadores tem sua participação na alteração destes parâmetros. A relação entre a viscosidade e fluidez das ligas foi de inicialmente verificada por Cooksey; Kondic e Wilcook (1959), pela aproximação da viscosidade em relação inversa com a fluidez das ligas Al-Si.

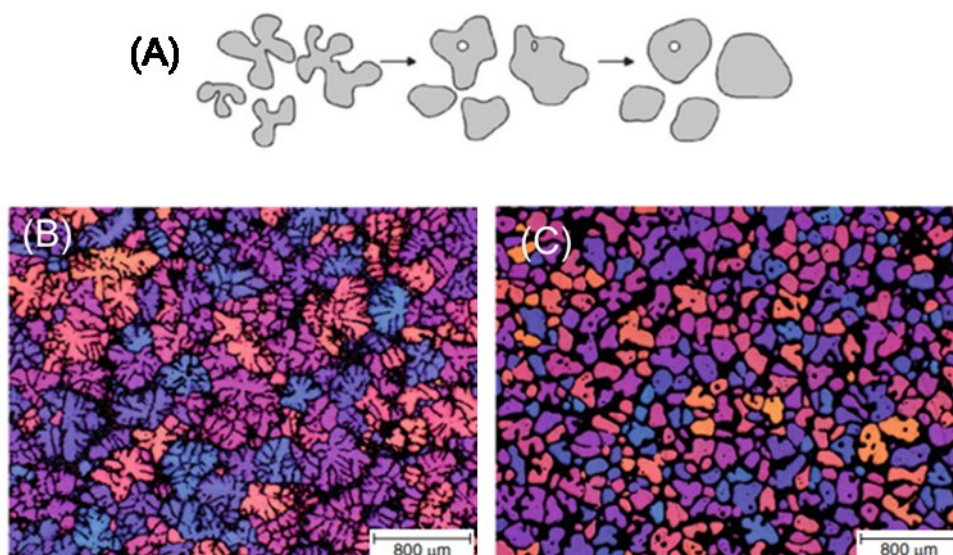
Porém, no caso dos compósitos esta relação não é exata, a fluidez diminui e a viscosidade tende a aumentar. Em metais líquidos com partículas dispersas, um aumento acentuado da viscosidade é percebido em relação aos metais puros (RAVI

et al., 2008). A interação entre os reforços e a liga na pasta semissólida produz algumas alterações em comportamentos antagônicos. Ocorre o aumento da viscosidade devido ao aumento da fração sólida (maior fração de partículas sólidas), e diminuição da mesma em razão da redução dos aglomerados, uma vez que, as partículas cerâmicas tendem a diminuir a formação de aglomerados (RANIERI, 2009).

2.2.5 Refinamento químico de grão

A utilização de ligas refinadores já é uma prática muito utilizada em fundição convencional de Al. Na preparação de material semissólido, destaca-se como sendo uma rota alternativa aos processos convencionais como agitação magnetohidrodinâmica. A técnica baseia-se na criação de vários núcleos que limitam o crescimento dendrítico, favorecendo o crescimento de grãos semidendríticos. Estes grãos coalescem, crescem e se tornam globulares após o reaquecimento (GOVENDER; MÖLLER; DAMM, 2014). Na Figura 4 é possível visualizar a evolução morfológica dos grãos durante o reaquecimento (A), sua formação inicial após a fundição (B) e a estrutura obtida após a globularização (C).

Figura 4 - Apresentação esquemática da evolução para a formação de glóbulos (A), micrográfica ótica sob luz polarizada da liga Al-Si refinada em estado como fundida (B), e após processo de globularização (C)



Fonte: Adaptado de Nafisi e Ghomashchi (2016)

Liang *et al.* (2016), analisaram a influência liga refinadora Al-5Ti-1B na liga A357 para a produção de material semissólido em diferentes temperaturas de vazamento. Após as análises os autores comentaram que, a adição do refinador de grão promoveu mais lugares para nucleação, obtendo uma morfologia que mudou de estrutura dendrítica para roseta, e estrutura globular após o tratamento de globularização.

2.3 Processos utilizados de fabricação dos materiais compósitos de matriz metálica

Os materiais compósitos são constituídos geralmente por dois ou mais materiais. Sua formação ocorre em dois sistemas, um contínuo, denominado matriz, e outro podendo ser contínuo ou descontínuo, chamado de reforço (ZHAO *et al.*, 2020).

A formação desta união está intimamente ligada à forma de dispersão dos reforços. Uma dispersão uniforme tem um papel dominante na produção dos compósitos de matriz de alumínio (AMC). A seleção do processo de fabricação apropriado e a escolha de parâmetros adequados, estão ligados diretamente nos mecanismos de obtenção das propriedades desejadas dos produtos finais (CHAK; CHATTOPADHYAY; DORA, 2020).

Diante da grande gama de opções disponíveis para os processos de fabricação, se torna necessário a escolha de uma rota apropriada, uma vez que as mesmas matérias-primas podem apresentar diferentes propriedades, apenas variando a técnica de obtenção. As técnicas são classificadas de diversas maneiras, contudo sua divisão mais usual e facilitada encontrada na literatura baseia-se no estado físico de produção, obtendo a divisão dos métodos de fabricação em: estado líquido, sólido e gasoso (este incluindo técnicas em spray) (SIJO; JAYADEVAN, 2016).

2.3.1 Fabricação em estado líquido

Os processos em estado líquido geralmente são os mais utilizados em razão do menor custo de produção (CHAK; CHATTOPADHYAY; DORA, 2020). Dentre as

técnicas de produção em estado líquido pode-se citar alguns dos principais processos como mostrado no Quadro 2.

Quadro 2 - Principais métodos de fabricação de compósitos em estado líquido

Processos	Características	Trabalhos
Stir casting	Fundição convencional com a aplicação de um sistema de agitação mecânica aplicado ao metal fundido. Com função de melhorar a distribuição dos reforços.	(RAHMAN; AL RASHED, 2014)
Fundição sob pressão	Solidificar o metal fundido submetido a uma pressão constante até o final da solidificação. Processo que é realizada em várias situações em conjunto com o processo de fundição por agitação.	(KANNAN; RAMANUJAM, 2017)
Infiltração	Formação de um pré-molde poroso com as partículas de reforço, dentro de um cadinho, geralmente por metalurgia do pó. Sobre esta formação é adicionado o metal de matriz fundido, e aplicado uma carga de pressão a fim de que o fundido penetre no intermeio destes reforços.	(YU <i>et al.</i> , 2019)

Fonte: Adaptado de Zhao *et al.* (2020) e Chak; Chattopadhyay e Dora (2020)

Dentre os métodos citados o *stir casting* é um dos mais econômicos disponíveis para produção em estado líquido. O mecanismo de agitação consiste na formação de um vortex pelo giro de pás no interior do fundido, onde é adicionado os reforços pré-aquecidos para melhorar a molhabilidade à matriz. Neste método diversas variáveis são determinantes ao processo, como tempo e velocidade de rotação, além das temperaturas do fundido, de pré-aquecimento e dos elementos adicionados (GARG *et al.*, 2019).

Estudos realizados mostram que os resultados obtidos com o processo são promissores. Rahman e Al Rashed (2014) produziram pela fundição com agitação um AMC reforçado com SiC, obtendo em seus resultados um aumento de dureza e resistência a tração, assim como aumento de resistência ao desgaste em teste de pino sobre disco.

Chak; Chattopadhyay e Dora (2020) mencionam em seu trabalho que a velocidade de agitação deve ser contínua e não muito alta para produzir a formação de compósitos homoganeamente distribuídos. O autor também menciona que a simplicidade, economia e capacidade de produção em larga escala são alguns dos

fatores que destacam o processo de *stir casting* entre os outros. A inserção de partículas com propriedades que diferem da liga matriz, traz diversos desafios principalmente na formação de aglomerados devido a diferença de densidade entre os reforços e a matriz (KALA; MER; KUMAR, 2014).

2.3.2 Fabricação em estado sólido

Os métodos de fabricação com a matéria prima em estado sólido tem sua importância, visto que dificuldades com a distribuição uniforme do reforço e reações interfaciais adversas, são comumente enfrentadas no processamento em estado líquido (CHAWLA; CHAWLA, 2013). No Quadro 3 são mostrados alguns dos principais processos de fabricação de compósitos em estado sólido e suas características.

Quadro 3 - Principais métodos de fabricação de compósitos em estado sólido

Processos	Características	Trabalhos
Metalurgia do pó	Processo realizado em etapas que envolvem a preparação dos pós, mistura com os reforços, compactação e sinterização.	(NASSAR; NASSAR, 2017)
Processamento por fricção agitação (FSP)	O processo consiste em uma ferramenta não consumível constituída de um pino e um ombro, que giram em alta velocidade. Quando a ferramenta entra em contato com o substrato produz uma grande quantidade de calor devido ao atrito, o reforço é então misturado devido a plasticidade gerada.	(ESKANDARI; TAHERI; KHODABAKHSHI, 2016)
União por difusão	Seu uso se dá principalmente em matriz de titânio reforçada com fibras longas, onde folhas finas de titânio são colocadas sobre estas fibras e prensadas a quente. O método envolve a interdifusão de átomos pela interface de soldagem.	(NAMI; HALVAEE; ADGI, 2011)

Fonte: Adaptado de Chak; Chattopadhyay e Dora (2020) e Garg et al. (2019)

Na metalurgia do pó pode-se realizar alguns processos posteriores como extrusão ou laminação a quente. Oferecendo vantagens como maior controle das interfaces cinéticas e menores temperaturas de manufatura. Contudo, o alto custo de obtenção dos pós metálicos como matéria prima torna o processo mais custoso se comparada a fundição por exemplo (GARG et al., 2019).

2.3.3 Fabricação em estado gasoso

Nesta técnica a utilização de materiais que em algum momento de seu processo venham a utilizar rotas gasosas, como o processo de spray para aplicação ou construção do compósito. No Quadro 4 podem ser vistos alguns dos principais processos de fabricação em estado gasoso.

Quadro 4 - Principais métodos de fabricação de compósitos em estado gasoso

Processos	Características	Trabalhos
Deposição física de vapor (PVD)	A passagem das fibras por uma região de alta pressão parcial do material a ser depositado, onde ocorre a condensação, de forma a obter um revestimento no material base.	(UMM-E-FARWA <i>et al.</i> , 2018)
Deposição química de vapor (CVD)	Muito utilizado para fazer a ligação entre o grafeno e o metal, sendo os precursores, em vapor ou gás, atuando em reações, ou decompostos no substrato em câmara de vácuo a alta temperatura.	(PRASAI <i>et al.</i> , 2012)

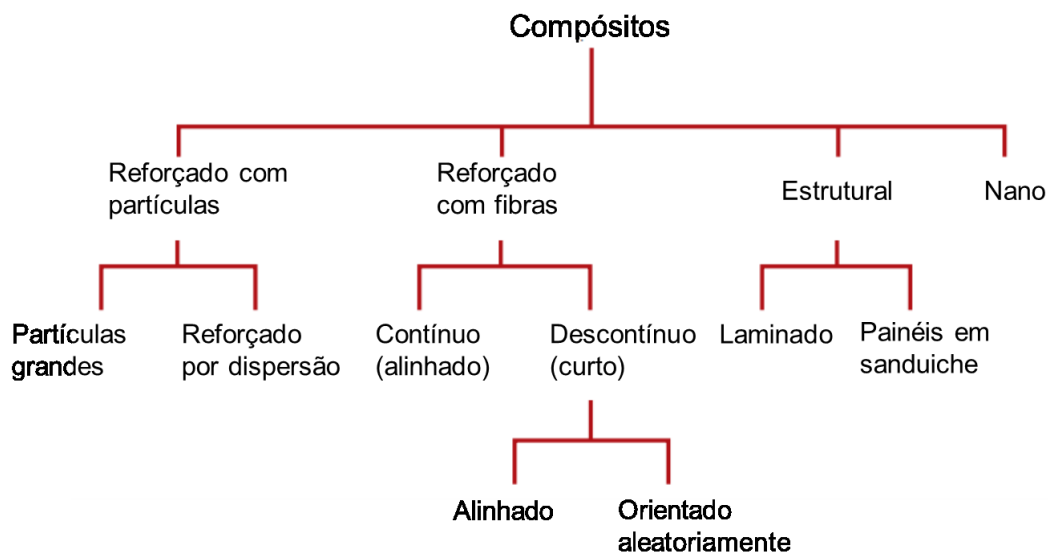
Fonte: Adaptado de Chawla e Chawla (2013) e Garg *et al.* (2019)

As propriedades resultantes da fabricação dos materiais compósitos desde o início de sua pesquisa e desenvolvimento vem melhorando sucessivamente. Neste ramo, as pesquisas atuais visam desenvolvimento de materiais compósitos híbridos, ou seja, mais de um tipo de reforço, uma vez que é difícil consolidar uma ampla gama de propriedades dentro de um único tipo de reforço (SINGH; SINGH; GILL, 2020).

2.4 Tipos de reforço dos materiais compósitos matriz metálica

Na atuação como fase de reforço em compósitos, diversos materiais são empregados, em diferentes formas, tamanhos e técnicas. Com a finalidade de se organizar estas composições, algumas classificações são feitas em diversas formas, alterando alguns referenciais. Verifica-se na literatura que a forma geral de classificação apresentada por Callister e Rethwisch (2018), é uma das mais usadas e aceitas, seu esquema é apresentado na Figura 5.

Figura 5 - Classificação dos tipos de compósitos por meio dos reforços



Fonte: Adaptado de Callister e Rethwisch (2018)

O reforço fornecido por partículas tem sua classificação separada em partículas grandes e por dispersão, levando em conta como parâmetro o tamanho da partícula de reforço. No primeiro caso, estas partículas tendem a restringir o movimento da fase matriz na vizinhança de cada partícula, fazendo assim uma transferência de uma quantia da carga aos reforços.

Já no caso da dispersão das partículas, de modo geral metais e ligas são endurecidos pela dispersão uniforme de partículas micrométricas de um material mais duro e inerte que a matriz. A efetividade no aumento da resistência ocorre em razão da matriz suportar a maior quantidade da carga, e as partículas atuarem como barreiras no movimento das discordâncias. Assim, atuam restringindo a deformação plástica, de modo que propriedades como o limite de escoamento, resistência a tração bem como a dureza sejam melhorados. Além disso, o reforço é mantido em temperaturas elevadas e por longos períodos de tempo, pois não perdem sua função com tratamento térmico (CALLISTER; RETHWISCH, 2018).

Nos AMCs a utilização é focada em maior quantidade nas pesquisas que utilizam os reforços em dispersão na matriz, conforme estudos de Ranieri (2009); Kannan e Ramanujam (2017) e Kolahdooz (2019).

Diversos materiais são utilizados como fase de reforço, buscando o aprimoramento das propriedades mecânicas. Quando se adiciona mais de um reforço para integrar à matriz, este compósito é denominado como híbrido. Sendo o

comportamento destes materiais fortemente influenciado pelo tipo de atuação destas partículas de reforço, possuindo análises na literatura de várias combinações e tipos de reforços (ARUNKUMAR *et al.*, 2020). Alguns destes reforços são relatados na literatura, e algumas de suas características são mostradas no Quadro 5.

Quadro 5 - Reforços utilizados na concepção de compósitos de matriz metálica

Reforços	Características	Trabalhos
Alumina (Al_2O_3)	Possui uma alta rigidez, resistência ao desgaste e boa condutividade térmica. Além de alta estabilidade química e temperatura de fusão.	(KUMAR; LAL; KUMAR, 2013)
Carbeto de silício (SiC)	Um dos mais utilizados como reforços em compósitos. Material duro com ligação covalente, apresenta propriedades como: baixa expansão térmica, alta condutividade térmica, alta dureza e boa resistência a abrasão e corrosão. Contudo ocorre uma tendência da formação de fases prejudiciais com o Al como (Al_4C_3).	(OZBEN; KILICKAP; ÇAKIR, 2008)
Carbeto de boro (B_4C)	Apresenta uma boa conexão com a matriz e propriedades mecânicas interessantes. Contudo em comparação aos outros materiais, seu custo de aquisição é mais elevado, o que restringe um pouco suas pesquisas.	(HARICHANDRAN; SELVAKUMAR, 2016)
Nitreto de alumínio (AlN)	Tem como principal destaque a alta condutividade térmica. Além disso é muito estável não reagindo com o Al, um excelente candidato ao setor de eletrônicos.	(BALOG <i>et al.</i> , 2021)
Nanotubos de carbono	Apresenta um alto módulo de elasticidade, notável resistência mecânica e impressionante condutividade térmica e elétrica. Com um crescente desenvolvimento e aplicações inovadoras em semicondutores.	(CHEN; ZHOU; ZHANG, 2020)
Grafeno	Folha de átomos de C em estrutura de colmeia hibridizada SP ² . Em razão disso apresenta uma grande trabalhabilidade e baixa densidade, além de bons valores de tenacidade. Embora seu uso ainda não esteja concretizado, alguns problemas com reações interfaciais são encontrados.	(BARTOLUCCI <i>et al.</i> , 2011)
Carbeto de nióbio (NbC)	Apresenta uma alta temperatura de fusão, dureza e uma baixa densidade se comparado com alguns outros carbonetos como WC. Além disso apresenta uma grande resistência ao desgaste, sendo aplicado como proteção contra desgaste. Em combinação com Al, o Nb possui uma camada intermediária eficiente entre Al e Ti,	(THIRUPPATHI; MOHAN; KUMAR, 2021)

	melhorando a interface entre os materiais. Sua utilização é embasada pois, o Brasil possui a maior reserva global deste elemento.	
--	---	--

Fonte: Adaptado de Chak; Chattopadhyay e Dora (2020); Selvam *et al.* (2021) e Travessa; Silva e Cardoso (2017);

A pesquisa e desenvolvimento atual tem levado o foco de estudo destes materiais para aprimoramento de algumas características como atrito, resistência ao calor, resistência ao desgaste, durabilidade e facilidade de processamento. Diversos outros elementos reforçantes são mencionados por Selvam *et al.* (2021), como partículas metálicas (Ti, Ni, W, Mo), intermetálicos (Al_3Zr , Al_2Cu , Mg_2Si/Al), fases de alta entropia e partículas hidroxiapatita. Os reforços buscam melhorar o desempenho, e justificar os propósitos de uso dos compósitos como sendo a baixa densidade aliada a alta resistência. Neste foco, partículas como o NbC tem atraído grande atenção em razão de melhores propriedades físicas, como aproximadamente metade da densidade do carbetto de tungstênio (WC) (THIRUPPATHI; MOHAN; KUMAR, 2021).

2.5 Distribuição das partículas de reforços em compósitos

Dois fenômenos são os principais responsáveis pela distribuição das partículas e por consequência pela microestrutura final. Eles são: a interação entre as partículas de reforço com a matriz, e a frente de solidificação com as partículas.

2.5.1 Interação entre as partículas de reforço e a matriz

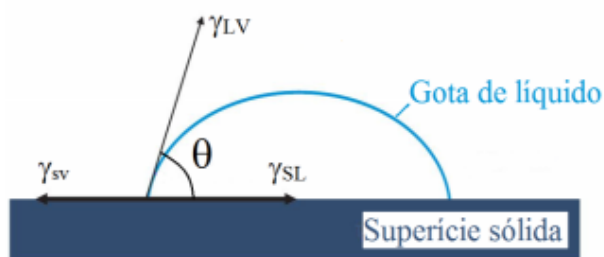
Em condições de resfriamento, as frentes de solidificação podem atuar de diferentes formas em sua interação com as partículas cerâmicas.

A região de interface de qualquer compósito é muito importante nas propriedades finais. Existem diversas maneiras de se analisar e quantificar a interação nesta região. Um dos modos é pelo ângulo de contato entre o líquido e a superfície do sólido (partículas de reforço). O molhamento adequado pode vir a diminuir a formação de aglomerados, assim como propiciar uma melhor distribuição dos reforços na matriz (CHAWLA, 2012).

Em testes com uma gota sobre uma superfície é possível analisar a molhabilidade entre os componentes, considerando o balanço de tensões (VIANA, 2017). Na Figura 6 é possível visualizar as componentes do balanço de tensões. A fórmula do balanço de tensões é conhecida como equação de Young, conforme mostrado na Equação (2.5) onde γ_{sl} é a tensão superficial sólido-líquido, γ_{sv} a tensão superficial sólido-vapor e γ_{lv} a tensão superficial líquido-vapor (CHATTOPADHYAY *et al.*, 2009).

$$\gamma_{sl} = \gamma_{sv} - \gamma_{lv} \cdot \cos \theta \quad (2.5)$$

Figura 6 - Representação de uma gota sobre uma superfície sólida



Fonte: Viana (2017)

Por meio desta análise é possível perceber que um pequeno ângulo θ significa uma alta molhabilidade, ao passo que ângulo de 180° mostraria um único ponto de contato entre o líquido e a superfície, ou seja, molhabilidade muito baixa. Contudo, a análise somente deste parâmetro não garante uma boa interação, visto que outros fatores também influenciam, sendo que alguns são citados por Chawla (2012).

- União, reforços cerâmicos possuem ligações iônicas ou mistas iônica/covalente, já no caso da matriz de alumínio terá apenas ligação metálica.
- Cristalografia, os parâmetros de rede da matriz e do reforço são diferentes.
- Potencial químico, a matriz e o reforço em suma não estarão em equilíbrio termodinâmico na interface, de modo que haja uma força motriz para uma reação interfacial.
- Coeficiente de expansão térmica, de maneira geral os reforços e a matriz apresentaram coeficientes diferentes.

Além destas variáveis alguns detalhes microestruturais podem vir a causar grande mudanças em seu comportamento, principalmente em particulados. Clyne e Whithers (1995), mencionam alguns outros fatores que podem influenciar, tais como:

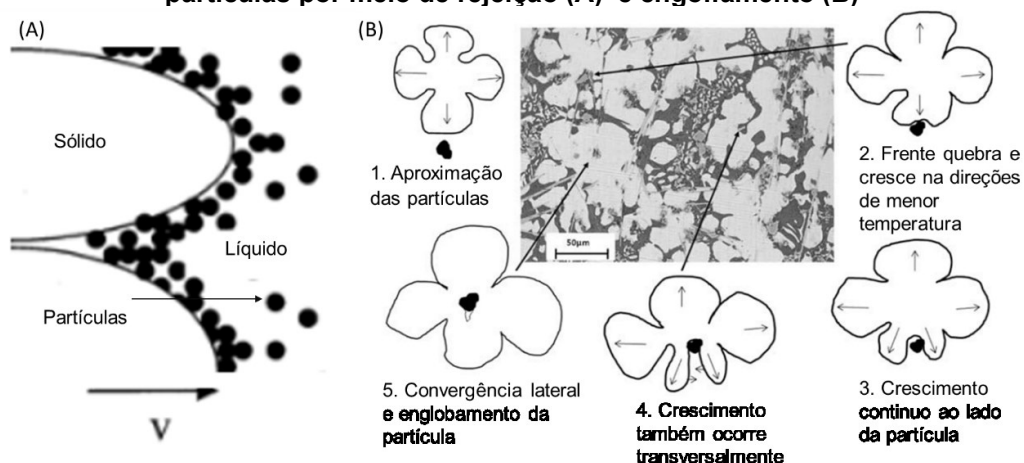
- Formato - uma vez que as partículas em razão de seu modo de produção não são esféricas, e ao analisar o comportamento mecânico de trincas e fraturas por exemplo, nota-se que possivelmente angularidades deem origem a grandes tensões localizadas;
- Distribuição do reforço - uma vez que a movimentação destas partículas ocorre de forma independente, sob um efeito de tensões na ponta de uma trinca, o que gera uma deformação plástica grande favorecendo a passagem da trinca por regiões aglomeradas.

2.5.2 Interação entre a frente de solidificação e as partículas de reforço

Rejeição e engolfamento são os dois principais modelos, já embasados na literatura, de interações entre as partículas de reforço e a frente de solidificação (WILDE; PEREPEZKO, 2000). Na Figura 7, é mostrada uma representação do funcionamento dos mecanismos.

Para explicar os parâmetros que regem a interação entre a frente de solidificação e as partículas, diversos modelos teóricos foram propostos. Estes modelos podem ser agrupados em: modelos termodinâmicos, modelos baseados em propriedades termofísicas e modelos cinéticos.

Figura 7 - Representação esquemática da interação entre a frente de solidificação e das partículas por meio de rejeição (A) e engolfamento (B)



Fonte: Adaptado de Karantzalis *et al.* (2010) e Wilde e Perepezko (2000)

No caso do modelo termodinâmico e termofísico o engolfamento da partícula suspensa é favorável quando energia livre de Gibbs for negativa para a diferença entre a energia sólido-partícula e energia partícula-líquido, e desfavorável no caso contrário. Por outro lado, no modelo cinético a existência de uma velocidade de resfriamento crítica, na qual em velocidades superiores a partícula é englobada, ou rejeitada na situação contrária (RANIERI, 2009). Uma revisão e conceitualização sobre os três modelos já está bem embasada na literatura no trabalho de Asthana e Tewari (1993).

Com base em modelos teóricos, simulações e resultados experimentais Ranieri (2009) mostra que: as partículas são empurradas para a última região de resfriamento, geralmente o engolfamento só é possível em altas taxas de resfriamento e a solidificação rápida auxilia na melhor distribuição das partículas.

2.6 Processamento em estado semissólido de materiais compósitos

Os diferentes métodos de fabricação dos compósitos, em suma buscam por analisar e resolver os problemas encontrados na união dos reforços com as ligas. Neste ramo encontra-se o a técnica de trabalho em estado semissólido como sendo um dos meios mais promissores de se processar estes materiais. Algo já demonstrado por estudos como de Viana (2017). Como já mencionado, o processo de obtenção em estado semissólido pode ser obtido sobre tixoonformação ou reofundição.

Em técnicas que utilizam a adição direta no material em estado semissólido, seu processamento se dá de maneira similar as rotas convencionais de fundição, com a vantagem de se obter produtos mais homogêneos. As partículas de fase sólida possibilitam uma retenção do reforço, fazendo com que sua decantação ou sua flutuação (dependendo da densidade dele em relação à matriz), seja dificultada além de evitar ou minimizar a formação de aglomerados (VIANA, 2017).

Esta rota de obtenção também pode ser denominada de *compo* fundição (do inglês *compo casting*). De forma resumida, seu processamento ocorre pelo aquecimento da liga matriz até certa temperatura, escolhida em função da fração sólida desejada, nesta etapa realiza-se a adição do reforço seguido do processo de agitação. Este processo pode ser realizado de maneira mecânica com rotores, ou de forma eletromagnética, sendo este um dos pontos chaves de obtenção de estruturas com melhores características. Tal procedimento ocorre visando obter uma suspensão

homogênea de partículas reforçantes com o metal líquido, ou parcela líquida do metal (OLIVEIRA, 2013).

O aquecimento do material pode ser efetivado em duas rotas principais, partindo da temperatura ambiente e chegando diretamente na temperatura do estado semissólido, ou alternativamente um processo em duas etapas. No primeiro método um sobreaquecimento acima da linha *liquidus* tornando todo o material líquido, onde pode ser adicionado o reforço, seguido de um resfriamento até a temperatura semissólido. Alternativamente, por um aquecimento até linha *solidus*, mantendo-se neste patamar por certo tempo, e na sequência procede-se outro aquecimento até a temperatura final de semissólido. Este método apresenta uma tecnologia de processamento recente. Conforme realizado por Wang *et al.* (2015), um método inovador de aquecimento em dois estágios foi realizado liga de alumínio 6061. O material no início foi aquecido até a linha *solidus*, ou até a linha *liquidus*, mantendo nesta temperatura por um certo tempo, na sequência o metal foi aquecido ou resfriado até a temperatura de trabalho semissólida, sendo posteriormente resfriada em água para preservar a estrutura obtida. Seus resultados mostraram uma microestrutura com uma distribuição homogênea de grãos finos esferoidais e da fase líquida nos contornos de grãos.

Na maioria dos casos este resfriamento é realizado em conjunto com a agitação, promovendo a multiplicação cristalina, pois as dendritas em início de crescimento, são quebradas por cisalhamento e agora soltas no líquido propiciam novos grãos. Esta formação de novos grãos é proporcional à taxa de cisalhamento, de modo que o tamanho dos grãos tende a reduzir conforme aumenta a velocidade de agitação. Um aumento no tempo de agitação poderia promover uma melhor distribuição das partículas reforçantes, porém concomitantemente há um aumento do tamanho de grão (VIANA, 2017).

Pesquisa realizada por Falak e Niroumand (2005) obteve bons resultados na fabricação de materiais processados em estado semissólido com o uso de agitação. Obtiveram uma redução do tamanho das rosetas dendríticas em qualquer fração sólida analisada, mostrando a importância do processo de agitação.

O estudo feito por Ghandvar *et al.* (2017) para a obtenção de compósito com matriz da liga A356 reforçada com SiC pelo método de agitação semissólida, mostrou bons desfechos acerca deste meio. A inserção das partículas pré-aquecidas a 900 °C por duas horas foi realizada no alumínio fundido a 605 °C, no Vortex gerado na

agitação a 600 rpm, e mantido por 20 min. Os resultados mostram que o aumento da carga de reforço levou a uma redução no tamanho de grão do Si eutético, assim como alterou sua morfologia de placa para equiaxial, provocando um aumento da dureza. Contudo, um aumento na fração em massa de SiC para 25 % foi capaz de provocar o agrupamento das partículas e por conseguinte uma má ligação com a matriz. O mecanismo de desgaste da liga pura A356 mudou de abrasão e adesão severa para leve, com adição de reforço até 20 % em massa de SiC, ficando em abrasão severa para teores de SiC de 25 %.

A inserção dos reforços nesta pasta semissólida leva em conta vários fatores como já mencionado. Dentre os principais tem-se a molhabilidade, visto que é necessário que exista um bom contato entre as duas fases. De modo que para uma efetivação deste contato é necessário atentar-se a eliminação de gases e outras contaminações, a fim de que o líquido tenha uma boa aderência às partículas de reforço. Um alto grau de retenção das partículas, com boa distribuição e baixa porosidade reflete-se em boas propriedades mecânicas (OLIVEIRA, 2013).

2.7 Desgaste

Segundo a norma ASTM G40 (2015) a definição de desgaste engloba a perda progressiva de material ou modificação da superfície de um objeto devido ao movimento relativo entre esta superfície e uma ou outras mais substâncias em contato. Já a norma DIN 50320 (1979), estabelece como sendo a perda progressiva de material, devido a uma ação mecânica, ou seja, contato relativo de um contra corpo sólido, líquido ou gasoso.

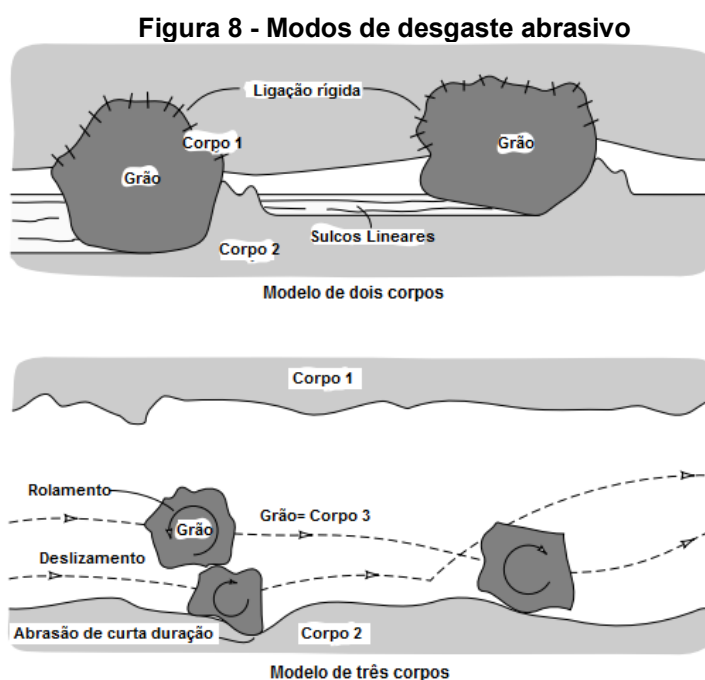
2.7.1 Desgaste abrasivo

Dentre as formas mais comuns de desgaste pode-se citar; o desgaste abrasivo e o desgaste adesivo. Cisalhamento é o principal mecanismo atuando no caso de desgaste adesivo. Por outro lado, o desgaste abrasivo ocorre quando partículas de cerâmica dura, ficam presas entre as superfícies deslizantes (CHAWLA; CHAWLA, 2013).

O desgaste abrasivo pode ocorrer de dois modos conforme mostrado na Figura 8. O modelo de dois corpos é similar à lixa sobre uma superfície, as partículas

duras rigidamente retidas atuam como uma ferramenta de corte sobre a outra superfície. Já no caso do desgaste a três corpos os grãos estão livres para rolar e atuam como elementos interfaciais entre a superfície sólida e o contra corpo. Este modelo de três corpos é classificado em baixa tensão e alta tensão. Em baixa tensão o desgaste não é capaz de triturar a partícula, já quando ocorre o trituramento do abrasivo denomina-se abrasão de alta tensão (STACHOWIAK; BATCHELOR, 2013).

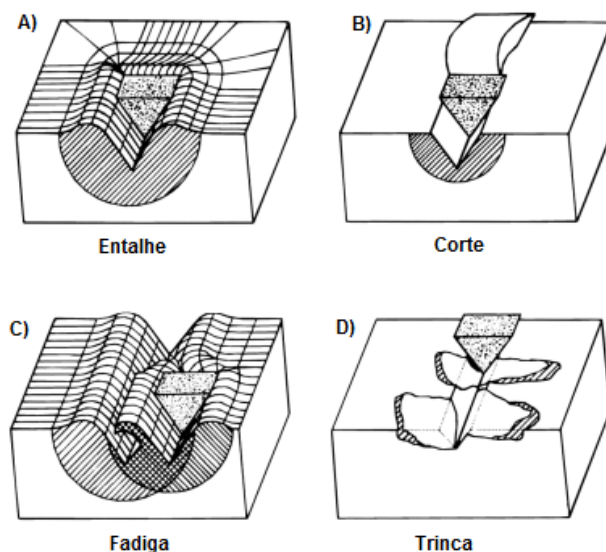
O desgaste abrasivo pode ocorrer em diferentes regimes em razão das propriedades do abrasivo e do material. Segundo Silva (2006) uma maneira usual de definir o regime é pela relação H_a/H , onde H_a é a dureza do abrasivo e H a dureza do material. Para valores da relação menores que 1 o regime é moderado, para valores maiores que 1,2 é considerado severo, o intervalo é a região de transição. Estes dados são válidos para materiais homogêneos, já para materiais com a presença de outras fases a região de transição fica entre 0,9 e 1,5.



Fonte: Adaptado de Stachowiak e Batchelor (2013)

Dentre os vários tipos de interações entre as partículas e a superfície do material, os mais comumente encontrados no desgaste abrasivo são mostrados na Figura 9.

Figura 9 - Modos de interações comumente encontrados entre partículas no desgaste abrasivo



Fonte: Adaptado de Gahr (1998)

O mecanismo de desgaste a três corpos geralmente é encontrado em cilindros de motores a combustão, mecanismo que o pistão fica em contato repetitivo com a camisa do cilindro. Também é encontrado em discos de freio devido aos diferentes ambientes que os automóveis rodam, sendo que pequenas partículas podem ficar entre as pastilhas e o disco. Este tipo de desgaste reduz a economia de combustível assim como a vida útil dos componentes (RADHIKA; RAGHU, 2017).

Quando ocorre a deformação da superfície sem remoção do material, denomina-se de entalhe (*plough*) ou micro sulcamento, e nesta situação a região de entorno é deformada plasticamente. Já o comportamento de fadiga, ou também conhecido como formação de borda e interação de microssulcos, envolve ciclos de carregamento alternado, à medida que o material sofre contato e se afasta da partícula, esta aplicação de tensão e compressão tende a provocar entalhes sobrepostos no material como pode ser visto na Figura 9 (C). No meio denominado corte, ocorre a tendência de desgaste similar a uma usinagem com geometria não definida, em que a partícula deforma a superfície até que está se rompa provocando a saída de material. As trincas são comumente encontradas quando o material estudado é frágil, e desta forma incapaz de absorver energia devido à abrasão pela deformação plástica, nesse caso ocorre o processo de micro trincas como representado na Figura 9 (D) (RIBAS, 2019). Como o alumínio é um metal com uma

elevada ductilidade, espera-se que a presença do fenômeno de trincamento seja menor, ao passo que uma grande quantidade de entalhe, fadiga e corte é esperada.

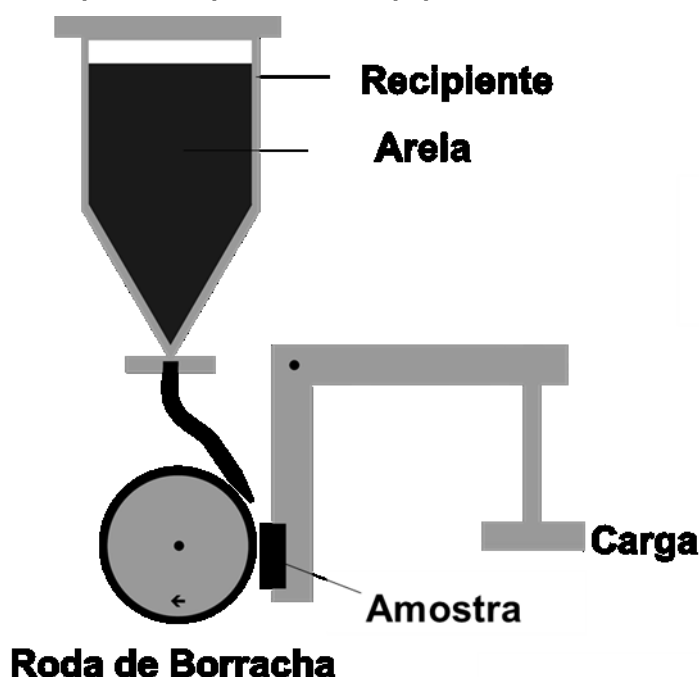
Radhika e Raghu (2017) avaliaram a resistência ao desgaste de um compósito de alumínio LM13 reforçado com 10 % em massa TiB_2 , por ensaio de desgaste a três corpos em um mecanismo segundo a norma ASTM G65 (2010). Percebeu-se que na superfície rica em partículas houve um menor fenômeno de entalhamento (*ploughing*), já no caso de regiões com menor densidade de reforços ranhuras contínuas (*grooves*) foram observadas na direção da roda de abrasão.

Shankar; Nagaraj e Anil (2017) fizeram uma análise da liga de alumínio AA8011 reforçada com grafite pelo método *stir casting*, com um ensaio de desgaste abrasivo de três corpos. Os resultados mostraram que o fator de maior influência na taxa de desgaste foi o tempo, seguido pela taxa de reforço e carga aplicada. Foi reforçada a ideia que uma avaliação do compósito com várias condições de tempo tende a mostrar a real condição do mecanismo de desgaste. O autor também mostra as diversas situações em que o desgaste abrasivo à três corpos está presente em diversas situações práticas. Alguns exemplos são o manuseio de carvão em usinas de energia, bombas de engrenagem que utilizam fluidos industriais com resíduos e componentes de máquinas agrícolas. Salientando a importância do estudo do processo de desgaste abrasivo, uma vez que os materiais compósitos terão suas aplicações industriais voltadas para estas e outras áreas.

2.7.2 Ensaio de desgaste por três corpos

A norma ASTM G65 (2010), é responsável por organizar os parâmetros e metodologias utilizadas neste ensaio. Uma representação do equipamento utilizado para realizar o ensaio de desgaste a três corpos pode ser vista na Figura 10.

Figura 10 - Esquema simplificado do equipamento de ensaio de desgaste ASTM G65



Fonte: Autoria própria (2022)

O ensaio é realizado em um equipamento com um disco de aço revestido por uma roda de borracha do tipo clorobutil, a qual é moldada no próprio disco. Utiliza-se uma alavanca com uma carga aplicada na extremidade que atinge a amostra com forças pré-determinadas de 45 N e 130 N, forçando com a roda de borracha a qual é atingida por um fluxo laminar constante de areia AFS 50/70.

Dentro da norma ASTM G65 (2010), é possível encontrar 4 procedimentos de ensaio, cada qual conforme o material apresentado. A utilização do procedimento “D” indicado para materiais com baixa resistência à abrasão, é o mais recomendado para o alumínio. O procedimento indica uma aplicação de força de 45 N nas amostras, também uma quantidade de 6000 revoluções na roda, a qual gira constantemente à 200 rpm.

2.8 Caracterização de materiais compósitos de matriz alumínio

A caracterização mecânica significa a identificação das propriedades mecânicas do compósito, a qual fornece um modelo de apoio para analisar os dados, compará-los e assim evitar falhas dos materiais em serviço. As propriedades críticas nos compósitos, estão relacionadas à resistência mecânica, propriedades elásticas, viscosidade, dureza e comportamento de desgaste. Características estas que estão

diretamente relacionadas à dispersão dos reforços na matriz, assim como a molhabilidade destas partículas com a matriz (SIJO; JAYADEVAN, 2016).

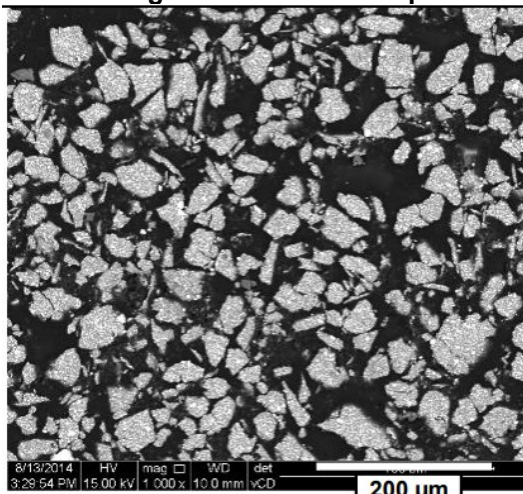
A verificação destas características e demais propriedades podem ser realizadas por meio de técnicas para qualificar e quantificar os resultados. Dentre eles podem ser citados como principais: MEV, MO, DRX, assim como ensaios mecânicos: de dureza e de tração.

2.8.1 Microestrutura e distribuição dos reforços

A uniformidade da dispersão nas partículas na matriz é um bom indicador que todas as partículas tiveram sua superfície molhada pela matriz, resultando em boa interação entre as fases e uma distribuição homogênea. De modo que as características da partícula, como forma, densidade e tamanho são fatores essenciais para analisar a colocação deste reforço na matriz. As partículas devido ao movimento induzido pela fase líquida, podem se aglomerar e/ou sedimentar. Com o intuito de estabilizar esta dispersão pode-se incluir alterações na forma do reforço, na superfície e/ou adição de surfactantes (RANIERI, 2009).

A distribuição uniforme de partículas irá proporcionar uma maior resistência a tração e fadiga dos compósitos. A aglomeração das partículas provocará um aumento na concentração de tensão, que por sua vez irá reduzir a resistência a fratura (KASILINGAM; NARAYANAN; VIJAYRAM, 2016). Com a finalidade de analisar estes fatores, a obtenção de imagens de MEV é muito utilizada. Embora o mecanismo de obtenção seja complexo e o equipamento com custo elevado, a imagem obtida possibilita uma ampla análise (GOMES, 2015).

Travessa; Silva e Cardoso (2017), produziram um compósito com matriz de alumínio puro comercial reforçado com NbC pela metalurgia do pó, com utilização de moagem de alta energia (HEBM). Obtendo dentre outros resultados, uma distribuição homogênea dos reforços na matriz, conforme é possível ver na Figura 11, percebendo que o tamanho dos pós diminuiu com o maior tempo de moagem. Os autores também enfatizam que um endurecimento proveniente, é formado não só pela adição das partículas, mas também na fragmentação destas durante o processamento contribuindo para o refino de grão.

Figura 11 – Imagem de MEV do compósito Al-NbC**Al 10% NbC 50h****Fonte: Travessa, Silva e Cardoso (2017)**

A utilização do microscópio ótico também possibilita análises tanto de microestrutura quanto a viabilidade de determinação dos microconstituintes presentes no compósito. Esta técnica é utilizada por vários autores, uma vez que a informação gerada por este equipamento é essencial na análise de materiais multicomponentes. Kumar *et al.* (2018) produziu um compósito de matriz AA7075 reforçado com partículas de TiC, pelo método *stir casting*. Obtendo resultados que mostraram uma distribuição homogênea dos reforços na matriz, fato ocorrido segundo os autores em razão da ação da agitação em conjunto com eficaz uso dos parâmetros do processo. O autor também cita que estas partículas evitaram um crescimento excessivo dos grãos, assim como forneceram um substrato adicional durante a solidificação, reduzindo o tamanho de grão.

2.8.2 Propriedades mecânicas dos compósitos de alumínio

As propriedades mecânicas dos compósitos dependem de vários fatores, que contribuem para um aprimoramento no desempenho destes materiais. Contudo, os principais elementos de mudança são: a fração de reforço aplicado, o método de produção e a liga usada como base, em razão de seus elementos intrínsecos.

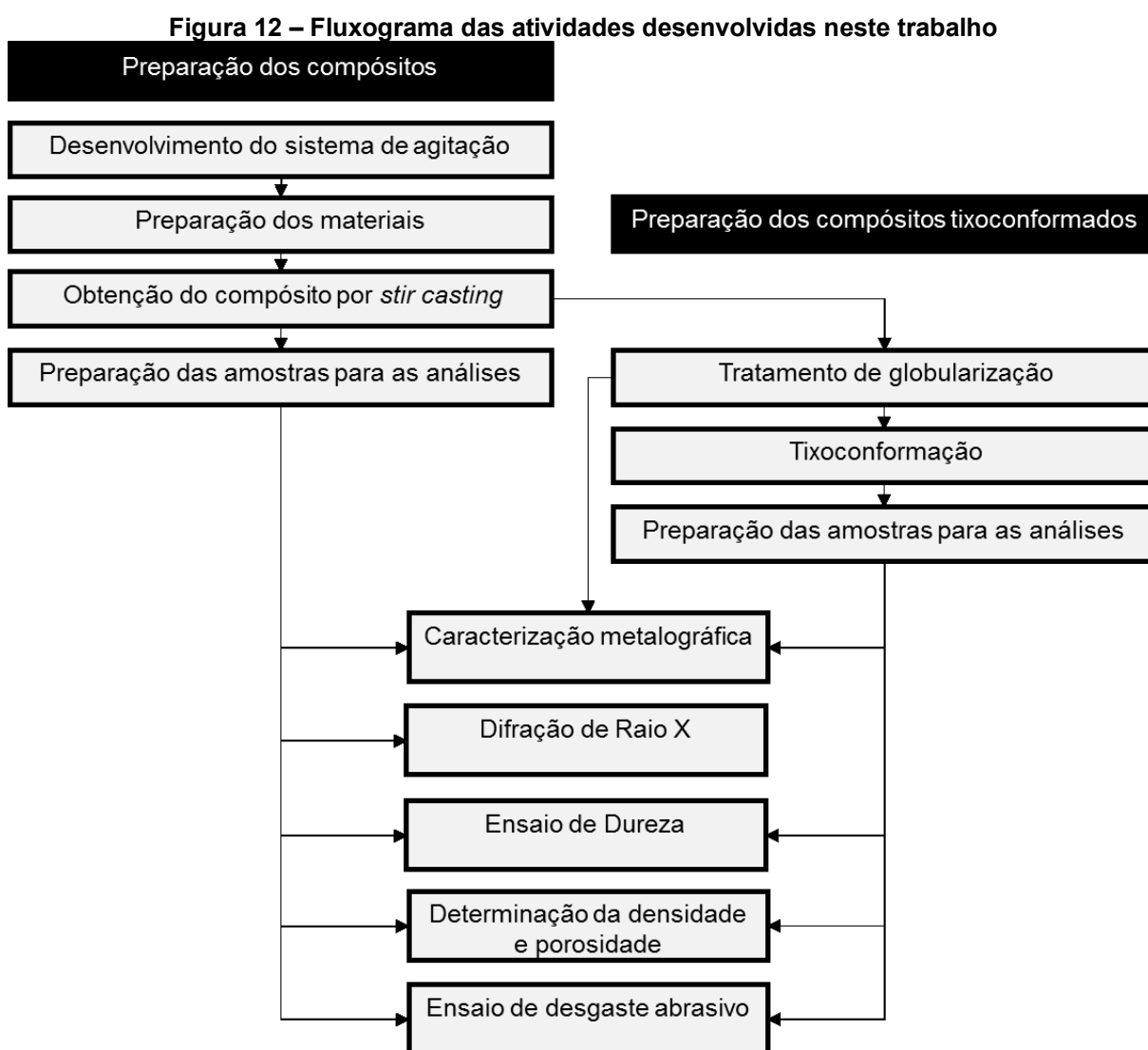
Um aumento na fração de reforço provoca no compósito um aumento na dureza, módulo de elasticidade, resistência à fluência e à tração, comportamento de fadiga além da resistência ao impacto e ao desgaste. Estas ocorrências concordam

com os resultados dos trabalhos de Kumar *et al.* (2018) e Fayomi *et al.* (2020), onde suas pesquisas mostraram um aumento na resistência à tração final, assim como na resistência à deformação. Contudo, uma redução na taxa de resfriamento, ductibilidade e forjabilidade são perceptíveis. Por outro lado, um aumento no tamanho deste reforço poderia vir a causar uma diminuição no módulo de Young, em razão da diminuição da área interfacial (SIJO; JAYADEVAN, 2016).

No trabalho de Zulfia; Fahmi e Wicaksono (2019), percebeu-se que além do reforço proporcionar um aumento na resistência do material, o método utilizado para sua fabricação também tem grande influência. Os autores produziram um compósito Al-4Cu-4Mg reforçado com partículas de Al_2O_3 , em que se procedeu pelo método *stir casting* e tixoconformação. Os resultados mostram que a mudança para uma microestrutura globular com grãos pequenos, proporcionou um material com melhores valores de dureza, além da redução na porosidade e taxa de desgaste, se comparado somente com o processo de agitação.

3 METODOLOGIA

Este capítulo tem como objetivo apresentar os materiais empregados e o processo de elaboração dos compósitos, como sua rota de processamento até seu emprego na técnica de tixoconformação. Também são detalhados os ensaios adotados para determinação das propriedades. As etapas adotadas para a realização do procedimento experimental estão sintetizadas no fluxograma apresentado na Figura 12, demonstrando a sequência das atividades assim desenvolvidas.



Fonte: Autoria própria (2022)

3.1 Produção dos compósitos

Para a produção do compósito foi utilizada como matriz a liga de alumínio A380. A composição química (% em massa) dos elementos constituintes da liga é mostrada na Tabela 2, onde são observados como principais elementos o Si, Cu e Zn. Conforme apresentado no referencial teórico no tópico 2.1, trata-se de uma liga tipicamente utilizada em processos de fundição sob pressão. Os lingotes empregados eram provenientes de reciclagem, possuindo aproximadamente 7kg, foram cortados em tamanhos menores a fim de tornar mais fácil o manuseio, e possuir tamanho apropriado à sua inserção no cadinho para fusão.

Os reforços de NbC foram obtidos por meio de doação da Companhia Brasileira de Mineração (CBMM). O Mg obtido de forma comercial foi inserido por meio da liga 90Mg-10Al. Segundo Pai *et al.* (1995), o Mg apresenta a função de melhorar a molhabilidade do líquido em relação aos reforços sólidos. O Sr e também o refinador foram obtidos de forma comercial em varetas, respectivamente pela liga 90Al-10Sr e Al-5Ti-1B, ambos foram seccionados em pequenas partículas para facilitar a inserção no metal fundido. A inserção do Sr, segundo Ferreira (2017) e Zulfia e Putriana (2019), tem por finalidade modificar a fase eutética Al-Si, melhorando assim as propriedades mecânicas do material obtido. O material escorificante denominado Covermax e desgaseificante denominado Neutrogás foram obtidos da empresa Corona Cadinhos.

Tabela 2 - Composição química da liga A380 em porcentagem em massa com Al em balanço

Liga	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr	Pb	Ti	Sr	Ca	Al
A380	8,159	0,786	3,281	0,139	0,068	2,961	0,197	0,017	0,183	0,082	0,001	0,002	Bal.

Fonte: Recimax (2014)

3.1.1 Preparação da carga de fusão

O reforço de NbC foi acondicionado em formas de cápsulas envoltas por papel alumínio. A utilização neste formato é embasada no trabalho realizado por Hadad; Babazade e Safarabadi (2020), com a função de evitar que o pó venha a se aglomerar quando adicionado à mistura fundida, e para prevenir a perda de pó.

Também o Mg, o refinador, o escorificante e o desgaseificante foram envoltos nas capsulas de papel alumínio separadamente. Todas estas capsulas foram pré-aquecidas em um forno do tipo estufa FAITHFULL modelo TYFSF WGL-230B a 200°C

por aproximadamente 1h. Conforme foi mostrado por Hedayatian *et al.* (2019) e Fayomi *et al.* (2020), o pré-aquecimento dos reforços tem a função de eliminar as camadas de gás e impurezas indesejadas, que podem introduzir poros ou trincas nos compósitos desenvolvidos, assim como para homogeneizar a temperatura e evitar problemas devido a grandes diferenças na temperatura. A configuração das amostras pode ser vista na Tabela 3.

Tabela 3 - Configuração dos compósitos elaborados em porcentagem em massa

Condição	Liga A380	Sr	Mg	Al5Ti1B	Desgaseificante	Escorificante	NbC
Al0NbC	98,075	0,025	1	0,2	0,3	0,4	0
Al5NbC	93,075	0,025	1	0,2	0,3	0,4	5
Al10NbC	88,075	0,025	1	0,2	0,3	0,4	10
Al15NbC	83,075	0,025	1	0,2	0,3	0,4	15

Fonte: Autoria própria (2022)

Semelhante aos materiais adicionados, foi realizado um pré-aquecimento inicial em duas etapas nas lingoteiras metálicas. Primeiro manteve-se a 200°C por 30min, em seguidas foram retiradas do forno e aplicou-se o desmoldante SEPAROL, retornando para mais 30 min na mesma temperatura antes do vazamento. Foi utilizado a mesma estufa em que se aqueceu os reforços. Com a realização deste procedimento, segundo Annigeri; Kumar e Veeresh Kumar (2017) e Hanizam *et al.* (2020) evita-se a segregação da liga em razão de grande diferença de temperatura (choque térmico) do molde e do fundido.

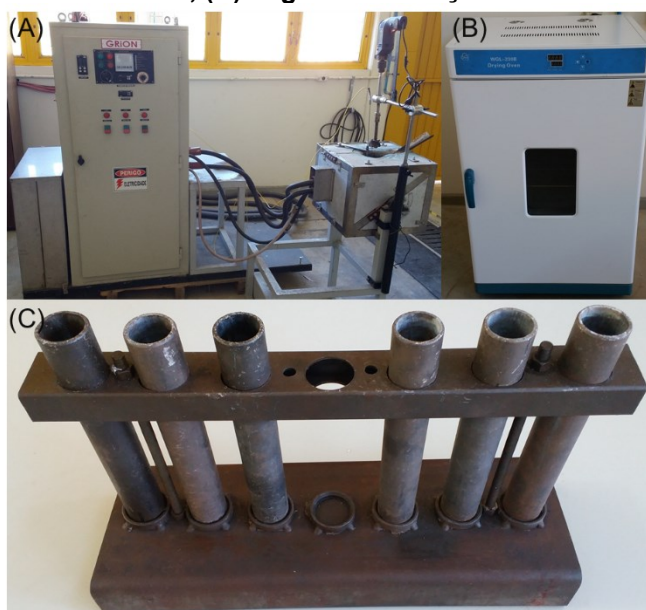
3.1.2 Fusão dos materiais

A fusão da matriz A380 foi realizada no laboratório de conformação da UTFPR Campus Ponta Grossa. O equipamento empregado foi o forno de Indução GRION de 35 KW de potência que possui um cadinho com capacidade de fusão de 2,3 kg de alumínio, onde se adotou uma temperatura de fusão de 750°C. Para o controle da temperatura, foi utilizado um termopar tipo K (*Cromel Alumel*). A Fotografia 1 ilustra os equipamentos utilizados.

A Fotografia 2 mostra o equipamento baseado na técnica *stir casting*, utilizado para a preparação do material compósito. Seu desenvolvimento ocorreu a partir de uma extensa revisão da literatura buscando encontrar as melhores condições e parâmetros de construção e utilização.

O sistema de agitação constitui em um suporte com altura regulável, motor para agitação, haste com acoplamento para agitadores substituíveis confeccionados em aço inox 304, com quatro pás inclinadas a 30°. A utilização de 30° de angulação das pás é apontada como valores ideais no trabalho realizado por Mehta e Sutaria (2020), realçando que o ângulo das pás tem maior influência sobre os resultados se comparado a altura do agitador no banho e sua velocidade. Estas pás foram revestidas em sua totalidade com o material cerâmico WC-10Co-4Cr com camada de aproximadamente 350 μm pelo processo de aspersão térmica, exceto roscas, pela empresa OPT Brasil. Este revestimento foi aplicado devido a necessidade de se prevenir o desgaste prematuro das pás, evidenciado em testes preliminares, o qual poderia provocar a contaminação do compósito

Fotografia 1 - (A) Forno de indução GRION e cadinho acoplado, (B) estufa TYFSF WGL-230B, (C) lingoteiras de aço



Fonte: Autoria própria (2022)

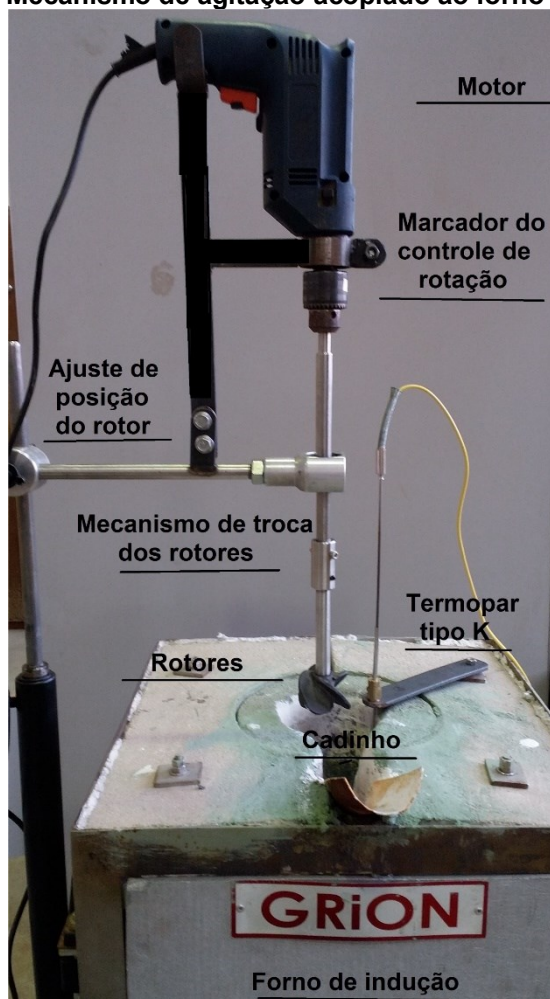
Os parâmetros de processo da técnica *stir casting*, assim como a sequência das operações desenvolvidas na obtenção do material compósito, foram obtidas a partir da realização de diversos teste preliminares.

Inicialmente foram realizados vazamentos com uma menor carga de reforço, com diferentes velocidades e tempos de agitação, buscando entender a influência destes parâmetros no processo. Após uma análise metalográfica nas amostras não foi possível observar a presença do NbC. Desta forma, outros vazamentos foram

realizados com as condições com 10 % e 15 % em massa de NbC, onde observou-se a formação de particulados ao fundo do cadinho. Porém, nesse caso foi possível observar a presença dos carbonetos (em pouca quantidade) por toda a liga matriz, confirmando a eficiência do processo de agitação e distribuição. Outros 3 vazamentos foram realizados na sequência, com a carga de 5 % de NbC e variando a ordenação de inserção dos componentes na matriz. As análises metalográficas nestas amostras mostraram a grande influência desta ordenação na retenção do carboneto, observando uma grande redução na quantidade dos particulados ao fundo do cadinho. A melhor distribuição do NbC em todas as amostras desta ordenação adotada, foi decisiva na inserção dos agentes desgaseificante e escorificante anteriormente ao NbC. Neste caso, observou-se que a sequência de inserção dos materiais no banho de fusão, analisada em testes preliminares, para produção do compósito foi conforme a seguinte ordem: 1° Sr; 2° Mg; 3° Refinador; 4° Desgaseificador; 5° Escorificante - onde após 1 minuto de espera foi realizado a retirada da escória superficial; 6° NbC.

Os testes iniciais, com diferentes valores de parâmetros, quanto a sua velocidade de rotação, tempos de agitação foram cruciais na determinação dos valores ideais. Uma avaliação macro e microestrutural dos materiais após sua obtenção, permitiu encontrar os valores ideais no processo de produção, sendo que se estabeleceu 400 rpm como a melhor velocidade de rotação com o tempo de 5 min de agitação. Estes parâmetros estabelecidos estão de acordo com a literatura Segundo Raju e Reddy (2019), esta velocidade é o ponto de equilíbrio, pois velocidades de rotação superiores causam um fluxo turbulento dentro do fundido e em decorrência derramamento do fundido, e velocidades abaixo deste valor, provocam má distribuição das partículas de reforço. Além disso, este tempo de agitação é ideal, pois. Já segundo Hadad *et al.* (2020) um maior tempo de agitação irá promover a oxidação dentro do fundido devido à fraca resistência à oxidação das ligas de alumínio, prejudicando a distribuição de partículas.

Fotografia 2 - Mecanismo de agitação acoplado ao forno de indução



Fonte: Autoria própria (2022)

O vazamento foi realizado em lingoteiras cilíndricas de aço, as quais com altura de 250mm, diâmetro externo de 36mm e diâmetro interno cônico, variando entre 30 e 32 mm. Por fim, os materiais vazados nas lingoteiras foram deixados resfriar em temperatura ambiente sem a aplicação de ventilação forçada o que ocasionaria uma grande taxa de resfriamento.

3.2 Determinação da fração sólida

Para determinação da fração sólida de 60 % do material adotado, foram realizadas análises segundo a equação de Scheil e também com o método experimental via DSC. Os resultados foram obtidos e analisados por meio do grupo de pesquisa, e descritos no trabalho de Ferreira (2017).

Inicialmente foram feitas análises de DSC para determinar as temperaturas das linhas *solidus* e *liquidus* e formação das principais fases. Deste ensaio também foi possível obter os valores de fração sólida, por meio da aproximação da variação de energia durante a solidificação com o percentual da fração sólida. A equação de Scheil também foi utilizada, para determinar os valores referentes a fração sólida de 60 %. Com base nos experimentos e comparação com a literatura determinou-se o patamar de 562 °C como sendo a temperatura referente à 60 % de fração sólida.

3.3 Tratamento de globularização

A determinação do valor de temperatura de tratamento de globularização, correspondente a fração sólida de 60 %, foi obtida por meio do trabalho de Ferreira (2017).

Dos lingotes assim produzidos foram preparados corpos de prova para prosseguimento do experimental. Foram descartadas as extremidades superior e inferior dos lingotes, sendo de aproximadamente 22 mm em cada lingote, procedimento qual a fim de eliminar o rechupe e a porção onde a solidificação ocorre de forma mais rápida. Após esta etapa os lingotes foram usinados, e padronizando o diâmetro com 27,5 mm. Os lingotes foram cortados com o uso da cortadeira de precisão ISOMET 4000 da marca BUEHLER de forma e se obter: 1° amostras com altura de 25 mm, (para o tratamento de globularização e posteriormente sua avaliação da microestrutura); 2° amostras com o comprimento de 147 mm (adotado para a realização da tixoconformação).

Na sequência foram realizados furos de 2 mm em ambas amostras, com uma profundidade de aproximadamente 20 mm. Realizou-se tal procedimento com a finalidade de encaixar o termopar tipo K (*Cromel Alumel*), para poder monitorar a temperatura do material durante o aquecimento. Este passo foi de importante, pois a temperatura deve ser mantida estável nos valores estipulados, para obter a fração sólida utilizada.

O mesmo forno de indução utilizado na fusão foi utilizado, contudo agora associado a uma bobina de indução em substituição ao cadinho, conforme pode ser visto na Fotografia 3 (A). As extremidades da bobina foram isoladas com manta de fibra de vidro, com a finalidade de manter a temperatura o mais constante possível,

além de possibilitar um processo mais ágil na colocação e retirada das amostras. Na obtenção da temperatura o termopar foi posicionado pela da manta.

Fotografia 3 - Bobina acoplada ao forno de indução utilizada para globularização das amostras (A) e prensa com sistema de aquecimento da matriz (B)



Fonte: Aatoria própria (2022)

As amostras preparadas foram inseridas na abertura circular localizada na extremidade da bobina, então aquecidas até a temperatura de 562°C para obter uma fração sólida de 60 %. Para chegar nesta temperatura utilizou-se uma taxa de aquecimento controlada em 50 °C/min. Esta taxa foi adotada baseando-se no trabalho realizado por Proni e Zoqui (2017), que obtiveram maior refino e homogeneidade dos grãos.

Para alcançar esta taxa, o aquecimento até 450 °C foi realizado com 20 % da potência do forno da indução, após esta temperatura se reduziu este fator para 15 %. Este processo foi realizado com a função de permitir uma redução na taxa de aquecimento, de forma a garantir a troca térmica sobre a amostra, mantendo constante as variáveis até que fosse atingida a temperatura de 562 °C. Quando se atingiu este valor, o material foi mantido por 90s nesta temperatura a fim de efetivar o tratamento de globularização. As amostras com 25 mm de altura foram submetidas em seguida ao resfriamento em água, com a finalidade de manter a microestrutura para posterior análise, já as outras seguiram para o processo de tixoconformação.

Este procedimento teve por finalidade manter a microestrutura para posterior análise de suas características.

3.4 Execução da tixoconformação

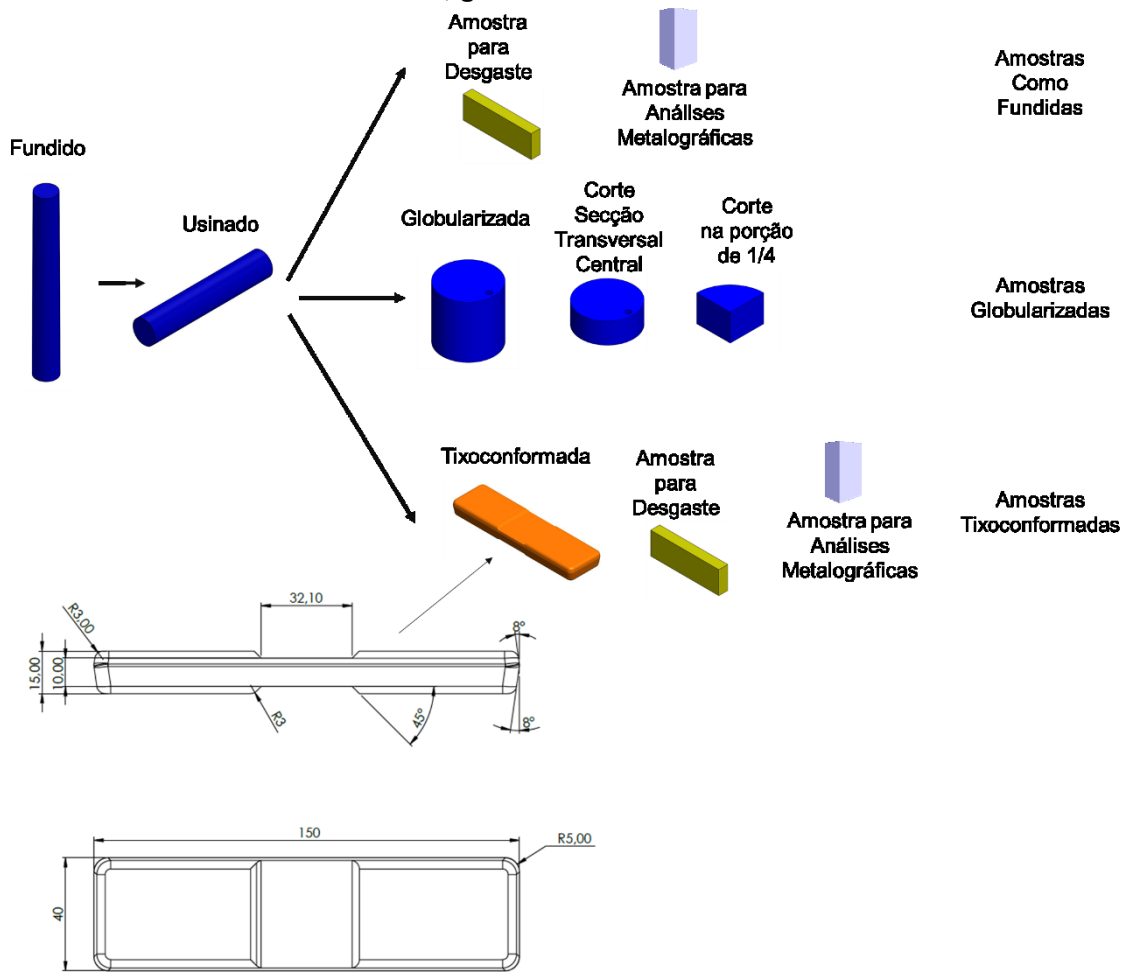
A tixoconformação foi realizada com as amostras cilíndricas de 147 mm confeccionadas conforme modelo da Figura 13. O procedimento de aquecimento se deu conforme o descrito anteriormente no caso dos ensaios de globularização. Porém, imediatamente após aquecidas e mantidas no tempo de retenção, estas foram alocadas na matriz e tixoconformadas, mantendo-se a pressão por aproximadamente 30s.

O processo envolveu a utilização de uma prensa hidráulica com uma matriz, e um resistência desenvolvida especificamente para o pré-aquecimento desta matriz em 200 °C, conjunto de equipamentos mostrados na Fotografia 3(B). A cada operação de tixoconformação eram obtida as peças, as quais posteriormente possibilitaram a obtenção de corpos de prova para análise de suas propriedades conforme já demonstrado no fluxograma anteriormente no início da seção 0.

3.5 Caracterização do compósito

Após o processo de preparação dos compósitos recém fundidos, globularizados, e tixoconformadas, algumas amostras foram preparadas conforme mostrado na Figura 13, onde é possível visualizar os formatos de obtenção de amostras nas condições como fundida, globularizada e tixoconformada.

Figura 13 – Representação esquemática dos modos de obtenção de amostras nas condições como fundida, globularizada e tixoconformada



Fonte: Autoria própria (2022)

3.5.1 Análise metalográfica

Após as etapas de vazamento, tratamento de globularização e a tixoconformação, selecionou-se uma amostra de cada condição para ser utilizada como análise da metalografia objetivando a determinação da microestrutura nos compósitos sob as diferentes condições de produção.

No caso das ligas fundidas, os lingotes foram torneados até o diâmetro final de 25 mm, e deles foram retirados corpos de prova (CP) com 10 mm de altura, com o auxílio da cortadeira de precisão. Na sequência os CP foram novamente cortados, na porção de $\frac{1}{4}$ do CP cilíndrico, com o propósito de preparação para o embutimento. As amostras globularizadas seguiram a mesma metodologia de corte.

Já no caso dos materiais tixoconformados, em virtude da matriz usada, procedeu-se um desbaste com uma fresadora objetivando-se ter a geometria desejada de 25 mm de largura por 76 mm de comprimento e 10 mm de espessura para ensaios de desgaste. Deste corpo de prova preparado, removeu-se uma porção com seção retangular de 5 mm x 10 mm x 10 mm da região central, distando 5 mm da borda transversal e 70 mm da borda longitudinal, para análise metalográfica.

A preparação metalográfica foi realizado no Centro de Caracterização Multiusuário (C2MMA) da UTFPR Campus Ponta Grossa. As amostras foram embutidas a quente em baquelite de cor preta, na embutidora BUELLER modelo SimpliMet XPS1, com uma pressão de 42000 psi a 180 °C durante um intervalo de tempo de 3min.

Após as amostras embutidas, estas foram lixadas utilizando-se uma lixadeira padrão, sendo a sequência de desbaste lixas de 240, 400, 800 e 1200 mesh. Foi utilizada a técnica de lixamento manual com um tempo de 3 min a 5 min por amostra em cada granulometria de abrasivo. A rotação do disco abrasivo empregada foi de aproximadamente 300 rpm. Entre cada troca da lixa a amostra é lavada em água corrente e invertida à posição em 90 ° em relação ao passe anterior, com a finalidade de se retirar os riscos da granulometria anterior. Depois de lixadas, empregou-se a etapa de polimento.

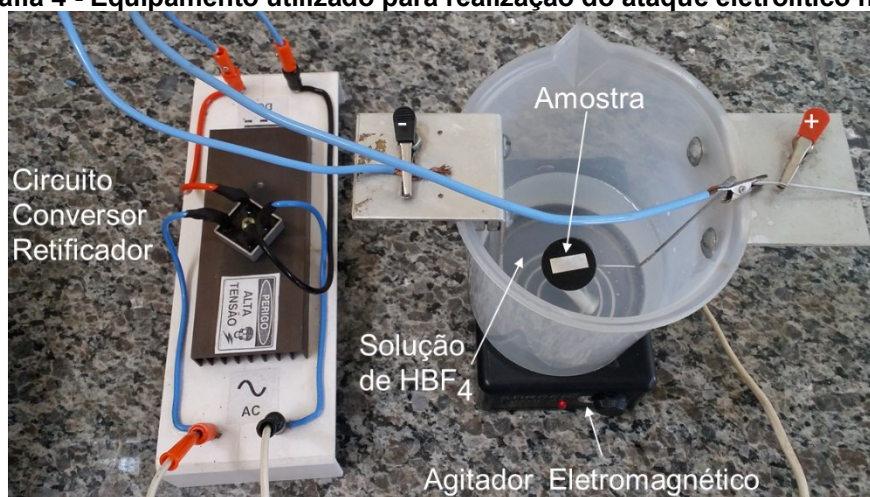
A etapa de polimento foi realizada com duas granulometrias de pasta de diamante, sendo a primeira com 3 µm, e a segunda com 0,25 µm, e um polimento final em sílica coloidal de 0,04 µm. O processo de polimento efetuou-se na politriz automática BUEHLER Vector, empregando uma força de 15 N contra o disco abrasivo, com uma rotação 100 rpm em sentido contrário ao pano de polimento. No caso da sílica coloidal utilizou-se procedeu-se 3h em uma frequência de 70 % na politriz vibratória BUEHLER VibroMet 2, com solução de sílica coloidal diluída em água destilada em ph neutro.

A fim de obter imagens da microestrutura do material sob luz polarizada, as amostras foram submetidas a um ataque eletrolítico com ácido fluobórico (HBF₄) diluído na proporção de 6 % em solução aquosa, com uma tensão de 25 V, uma corrente de 1,9 A, por um período de 150s. O equipamento utilizado é mostrado na Fotografia 4.

Segundo Ferreira (2017), este processo cria uma pequena camada de oxido sobre a amostra, esta condição permite que ao interagir com a luz polarizada seja

possível a visualização das diferentes orientações cristalográficas de cada grão em razão das diferentes difrações da luz sob o material. Com este método também foi possível uma melhor visualização entre as células dendríticas, utilizando de microscopia ótica convencional.

Fotografia 4 - Equipamento utilizado para realização do ataque eletrolítico nas amostras



Fonte: Autoria própria (2022)

A geração das imagens de microscopia ótica foi realizada, com microscópio ótico modelo Zeiss Axio Imager. A2, com polarizador e auxílio do programa Axio Vision versão 4.9.1 SP1 para captura de imagens para o computador, no laboratório (C2MMA) da UTFPR Campus Ponta Grossa. Foram analisadas amostras fundidas, globularizadas e as obtidas por tixotomografia.

As mesmas amostras utilizadas para a obtenção das imagens de microscopia ótica também foram utilizadas para a obtenção de imagens de microscopia eletrônica. O equipamento utilizado foi o Microscópio Eletrônico de Varredura Tescan Vega 3 também pertencente ao C2MMA da UTFPR Campus Ponta Grossa. Utilizou-se os detectores de Elétrons Secundários (SE) assim como de Elétrons Retroespalhados (BSE) que estão indicados nas legendas das imagens a utilização de cada técnica. No mesmo equipamento há um detector analisador multifocal que possibilitou a análise da composição química das amostras, por meio do método de Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS), possibilitando a identificação das partículas de reforço nas imagens.

3.5.2 Difração de raio X

Para as análises de DRX, amostras com 25 mm de diâmetro e 3 mm de espessura, foram obtidos a partir dos lingotes usinados, e seccionados com auxílio da cortadeira de precisão ISOMET 4000. As amostras foram preparadas como descrito no item 3.5.1. As análises foram realizadas no Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais – CMCM da UTFPR Curitiba, utilizando o Difratorômetro de Raio X (Shimadzu, modelo XRD-7000). Os parâmetros utilizados podem ser visualizados na Tabela 4.

Tabela 4 - Parâmetros da análise por DRX dos compósitos.

Parâmetro	Valor
Alvo	Cu K α
Tensão (kV)	30
Corrente (mA)	30
Faixa de varredura (°)	10 a 90
Velocidade de varredura (°/min)	2.0
Tempo por passo (s)	0.6

Fonte: Autoria própria (2022).

A identificação das fases cristalina foi realizada por meio de comparação dos resultados experimentais com as fichas padrões do banco de dados ICSD (*Inorganic crystal structure Database*).

3.5.3 Determinação do tamanho de grãos

Ao obter todas as imagens dos CP na condição como fundida e tixotromada, procedeu-se a determinação do tamanho de grão. Para tanto, foi utilizada a técnica dos interceptos de Heyn, de acordo com a norma ASTM E112 (2012). Sobre 5 imagens escolhidas de cada configuração do material como fundido e globularizadas, foram alocadas 3 retas nas condições horizontal, vertical e outra à 45° das outras duas. Repetiu-se o procedimento em 5 combinações diferentes de locais em cada imagem analisada.

A contagem de tamanho de célula dendrítica (DCS), foi realizado adotando imagens de metalográfica convencional. Já o tamanho de grão (GS) foi obtido por meio de imagens via metalografia polarizada (colorida). De posse dos valores, foi possível obter a média de cada amostra. Na sequência, o comprimento desta reta foi

dividido pelo valor médio da quantidade de grãos interceptados pelas retas, para desta forma obter o valor do tamanho dos grãos.

Com o auxílio do *software* ImageJ, procedeu-se o tratamento das imagens obtidas via metalografia convencional, mantendo sempre a escala de acordo com a imagem utilizada, obtendo os valores de área média e o perímetro dos grãos analisados em cada imagem. A partir destes valores, determinou-se o fator da forma (SF) (do inglês *Shape Factor*) adotando a Equação (3.1).

$$SF = \frac{4\pi A_{\alpha}}{P_{\alpha}^2} \quad (3.1)$$

Onde A_{α} é a área da entidade avaliada e P_{α} perímetro da entidade avaliada. Com os valores do fator de forma é possível determinar o *Rheo Quality Index* (índice RQI), com o valor 1 indicando que o tamanho de grão seria igual ao tamanho de glóbulo primário, indicando enquanto mais semelhantes são, menos complexas e mais globulares é a estrutura (TORRES; ZOQUI, 2020). O índice RQI é usado para quantificar comparativamente a globularização da microestrutura. Cujo correlaciona os parâmetros microestruturais e morfológicos ajudando na avaliação da eficiência do método de produção de material para a tixoconformação (GREGOLIN; FACCHINI; ZOQUI, 2020). Sendo que o cálculo deste parâmetro macroestrutural é realizado por meio da equação (3.2)

$$RQI = \frac{DCS}{GS \cdot SF} \quad (3.2)$$

3.5.4 Ensaio de dureza

Após a preparação metalográfica da superfície das amostras, estas foram submetidas ao ensaio de dureza Rockwell B, sendo que para este ensaio foi utilizado um durômetro de bancada da PANTEC, modelo RBS. As medições foram realizadas de acordo com a norma ASTM E18 (2016), na secção transversal das amostras nas condições: como fundida e após o processo de tixoconformação. Os parâmetros utilizados foram o penetrador esférico de 1,5875 mm, a pré-carga de 10 kgf e uma

carga de 100 kgf. O valor final obtido foi da média de 10 medições realizadas por amostra.

3.5.5 Determinação da densidade

A determinação da densidade foi realizada com base no princípio de Arquimedes, onde foram preparadas amostras nas condições como fundida dos compósitos e após o processo de tixoconformação.

Considera-se que um corpo totalmente submerso em um líquido, está sujeito a uma força denominada empuxo (E). A obtenção dos valores de densidade com base na Equação (3.3), sendo que (ρ_s) é a densidade do corpo, (ρ_l) a densidade do líquido, (m_s) a massa do corpo e (m_l) a massa de líquido deslocado.

$$\rho_s = \rho_l \times \frac{m_s}{m_l} \quad (3.3)$$

As amostras foram colocadas na cuba de ultrassom digital da marca Cristofoli por 3min, e em seguida lavadas em água corrente e álcool sendo secas com um soprador por 1min. Na sequência procedeu-se a medição da massa seca (m_s) na balança de precisão SHIMADZU AUX220, sendo feitas três medidas de cada condição da amostra obtendo como valor final a média simples.

Um béquer contendo água destilada foi alocado sobre a balança de precisão, e nele foi imergindo completamente a amostra sem encostar no fundo ou nas laterais, e após a estabilização do valor realizou-se três medições para obtenção da variação da massa de líquido deslocado por média simples.

Para a obtenção dos valores da densidade teórica (ρ_t) em (g/cm^3) de cada condição da amostra, procedeu-se o cálculo com base na regra das misturas. A fração de cada material é multiplicada pela sua densidade, e feito uma soma de cada uma destas condições. A formula utilizada é mostrada na Equação (3.4) (SADHASIVAM *et al.*, 2021).

$$\rho_t = (V_m \times \rho_m) + (V_f \times \rho_f) \quad (3.4)$$

Onde (V_m) é a fração de matriz, (ρ_m) é a densidade da matriz, (V_f) é a fração do reforço, (ρ_f) é a densidade do reforço, sendo adicionado mais termos para os elementos Mg e Sr. Os valores de densidade utilizados como parâmetros dos materiais foram: 2,76 (g/cm³) para liga matriz A380 e 7,82 (g/cm³) para o NbC.

Após serem obtidos os dados de densidade teórica e real, procedeu-se a realização dos cálculos para a determinação da porosidade (P) em (%) do material. Para tanto, utilizou-se a Equação(3.5), onde (ρ_t) é densidade teórica em (g/cm³) e (ρ_s) é a densidade real em (g/cm³) (ALAGARSAMY; RAVICHANDRAN, 2019).

$$P = \left(1 - \left(\frac{\rho_s}{\rho_t} \right) \right) \times 100 \quad (3.5)$$

3.5.6 Ensaio de desgaste

Para a realização dos ensaios de desgaste foi utilizado o equipamento de teste de abrasão com roda de borracha do Laboratório de Preparação Metalográfica da UTFPR Ponta Grossa, o qual está de acordo com a norma ASTM G65 (2010).

Adotou-se o procedimento “D” da norma ASTM G65 para sua realização. Este procedimento é destinado a materiais com baixa resistência à abrasão, o que está de acordo com a liga de alumínio utilizada. Os parâmetros assim padronizados para a realização do ensaio são demonstrados na Tabela 5.

Tabela 5 - Parâmetros utilizados no ensaio de abrasão ASTM G65

Parâmetro	Valor
Tempo total de ensaio (min)	30
Carga aplicada (N)	45
Taxa de alimentação de abrasivo (g/min)	300
Abrasivo	ABNT 7214 N°100
Rotação da roda de borracha (rpm)	200

Fonte: Autoria própria (2022)

O tempo total de ensaio nas amostras foi de 30 minutos, ou seja 6000 revoluções, onde adotou-se uma análise em tempos parciais de 10 min e 20 min, o que corresponde a 2000 revoluções e 4000 revoluções. Em cada condição de amostra foram realizados quatro ensaios.

Os CP foram obtidos dos lingotes cilindros fundidos, os quais possuíam dimensões iniciais de aproximadamente 31 mm de diâmetro e 250 mm de comprimento. Foram usinados estes lingotes para um diâmetro de 25 mm, e em seguida foram fresados até se obter uma espessura de 10 mm. Estes materiais foram usinados para um diâmetro de 25 mm, em seguida foram fresados para uma espessura de 10 mm. Posteriormente foram seccionadas no comprimento de 76 mm retirados a partir da região central, descartando as extremidades. As etapas de corte foram realizadas na cortadeira de precisão ISOMET 4000 da marca BUEHLER. As dimensões finais das amostras seguiram a norma ASTM G65 (2010), sendo elas: 25 mm de largura, 76 mm de comprimento e 10 mm de espessura.

Seguindo a preparação, as amostras foram submetidas ao lixamento (na sequência 240, 400, 800 e 1200 mesh), e finalizadas com duas etapas de polimento rotativo em suspensão de diamante, sendo um de 3 μm e outro de 0,25 μm . Etapas realizadas utilizando os equipamentos e parâmetros descritos no item 3.5.1. Para averiguação da rugosidade foram realizadas medições nas superfícies das amostras antes da realização do ensaio. Utilizou-se o rugosímetro Mitutoyo SJ-210, obtendo um valor médio de Ra 0.16 μm , com base em 3 medidas, sendo o valor encontrado dentro dos parâmetros da norma ASTM G65 (2010).

Antes e após cada etapa do ensaio procedeu-se uma sequência de operações de limpeza, para que fossem removidos os resquícios de material desgastado, a umidade dos corpos de prova e sobras de abrasivo.

As amostras foram lavadas em água corrente por 30s, em seguida foram colocados na cuba de ultrassom onde permaneceram imersas em béquer contendo água por 3 min. Depois foram lavadas em água corrente, álcool 70 % e por fim secas com um soprador para promover a retirada da umidade do material.

Para a medição da massa das amostras foi utilizada balança de precisão SHIMADZU AUX220. A obtenção da massa em cada condição foi realizada por três medições sequenciais, obtendo a massa final mediante uma média simples.

A análise de resultados foi realizada de acordo com a norma ASTM G65, por meio do valor de perda de volume (mm^3) de cada amostra, conforme a Equação (3.6).

$$\text{Perda de volume} = \frac{\text{perda de massa}}{\text{densidade experimental}} \times 1000 \quad (3.6)$$

Para uma análise da quantidade de perda de material com o passar do tempo de ensaio, calculou-se a taxa de desgaste (mm^3/min) conforme a Equação (3.7). A perda em volume é inserida em (mm^3) e o período de tempo em (min).

$$\text{Taxa de desgaste} = \frac{\text{Perda de volume}}{\text{Período de tempo}} \quad (3.7)$$

Após os ensaios de desgaste por abrasão no equipamento de roda de borracha, utilizou-se a técnica de perfilometria ótica para a obtenção de perfil topográficos tridimensionais das superfícies das amostras. Para esta etapa foi utilizado o perfilômetro Taylor Hobson CCI Lite do Laboratório de Materiais da UTFPR Campus Ponta Grossa, empregando uma lente de aumento de 100x. Após a obtenção de imagens foram aplicados alguns filtros: *Thresolding* - função utilizada para a remoção de picos e vales anômalos à amostra; *Non-Measured points* - utilizada para o preenchimento de pontos com falha ou isenção de medição por meio de algoritmos inteligentes; *Leveling* - quando a amostra possui um pequeno ângulo de inclinação esta função permite corrigir estes pequenos declives, fazendo o nivelamento da superfície ou perfil e também a função; *Retouching* - atuando na remoção de anomalias não consertadas por outros métodos de maneira interativa.

Todos os resultados foram tabulados, e desta forma elaborados gráficos para a avaliação e comparação do comportamento dos compósitos no desgaste abrasivo.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Inicialmente será apresentado uma caracterização microestrutural do pó de NbC utilizado como reforço, assim como da liga utilizada, por meio de análise metalográfica e química via EDS e DRX. Na sequência, é descrita a influência da presença do NbC nas características como: tamanho de grão, e interação com a matriz de alumínio.

Posteriormente, serão apresentadas e discutidas as análises dos valores de densidade e porosidade, assim como as alterações na morfologia dos compósitos após o processo de globularização e tixoconformação, em função das diferentes quantidades de NbC.

Serão apresentados os resultados obtidos de densidade e dureza conforme às diferentes rotas de obtenção do compósito e de processos empregados posteriormente visando a melhoria de suas propriedades (tratamento de globularização seguido da tixoconformação). Também, estarão presentes os resultados da análise de desgaste abrasivo dos compósitos (os valores das perdas em volume, taxa de desgaste e características do desgaste). Para finalizar toda a análise haverá uma comparação dos resultados de desgaste encontrados nas amostras fundidas e após a tixoconformação, avaliando e discutindo as características do material.

4.1 Caracterização do pó de NbC utilizado como reforço

Na Figura 14 (A), pode ser observada imagem obtida por MEV de partículas do pó de NbC. Se constata a presença de aglomerados com tamanho médio de até 10 μm .

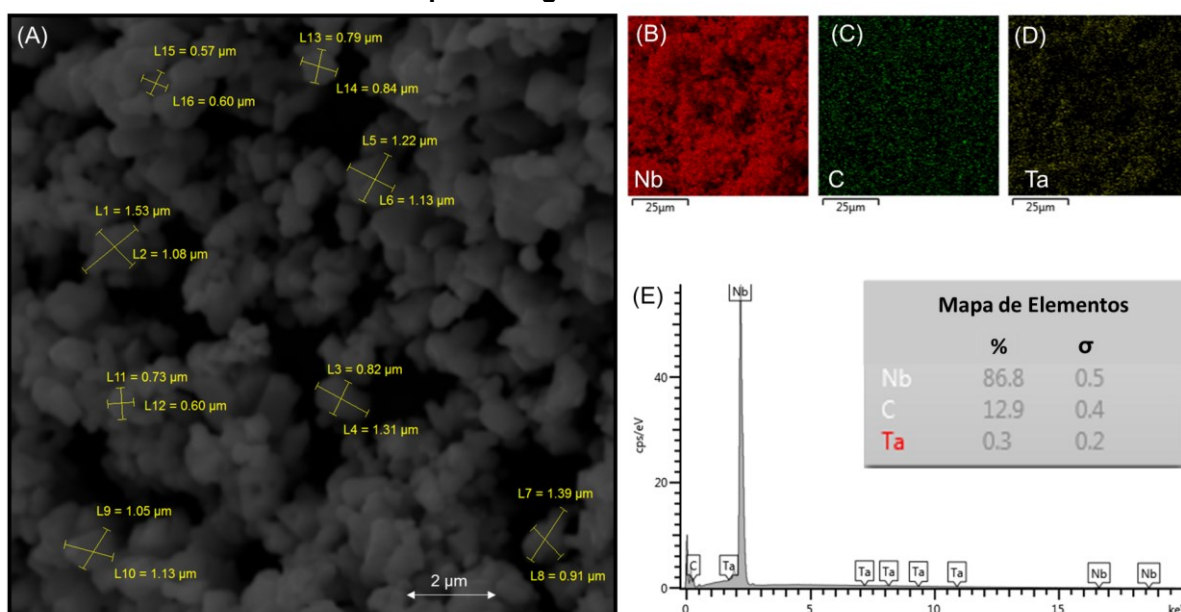
Por meio de análises de EDS, conforme mostrado respectivamente na Figura 14 (A), (B) e (C), são identificados os elementos Nb, carbono (C), e tântalo (Ta). Como esperado, uma alta concentração de Nb foi obtida com um baixo valor de carbono e resquírios de tântalo. A porcentagem de carbono encontrada foi em torno de 13 %, mostrando-se estar de acordo com o encontrado por Tertuliano (2021). Também na Figura 14 (A) é possível observar a morfologia irregular apresentada pelos pós, com variação de tamanho e formato. Esta formação morfológica também é encontrada na literatura. Huang *et al.* (2018) em sua pesquisa com NbC variando a fração de

carbono, também relatou uma morfologia irregular dos pós de NbC, com frações de carbono semelhantes às verificadas neste trabalho.

A presença do Ta, mesmo que em uma quantidade pequena, indicada no mapa de EDS na Figura 14 (D), ocorre devido ao meio de obtenção do carboneto. O Nb pode ser encontrado em várias formas na natureza, algumas vezes junto com o tântalo em forma de minerais, e durante o processo de transformação pode haver algum resquício (SHIKIKA *et al.*, 2020).

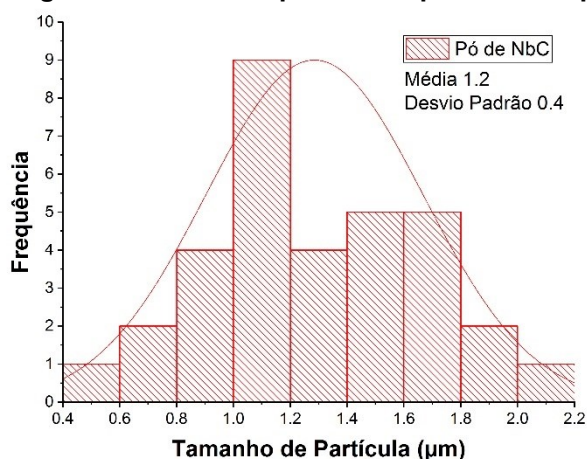
Para o tamanho das partículas do pó de NbC, foram feitas imagens de MEV como a mostrada na Figura 14 (A), em que no próprio *software* do MEV foram realizadas medições nos dois eixos das partículas que veio a revelar uma variação de tamanho das partículas próximas de 1,2 μm .

Figura 14 - (A) Imagem de MEV elétrons secundários do pó de NbC com ampliação de 20000x (B) mapa de distribuição EDS do elemento Nb da imagem A (C) EDS do elemento C da imagem A (D) EDS do elemento Ta da imagem A (E) mapa dos elementos presentes em porcentagem em massa



Fonte: Autoria própria (2022)

Para uma comparação, as imagens de MEV também foram utilizadas para mensurar o tamanho médio de grão e sua distribuição por meio do software livre ImageJ. Os valores determinados pela análise podem ser vistos no Gráfico 6, onde nota-se, que as partículas apresentam um tamanho médio próximo de 1,2 $\mu\text{m} \pm 0.4$. Desta forma confirmando por meio de ambos métodos o tamanho médio das partículas do pó de NbC.

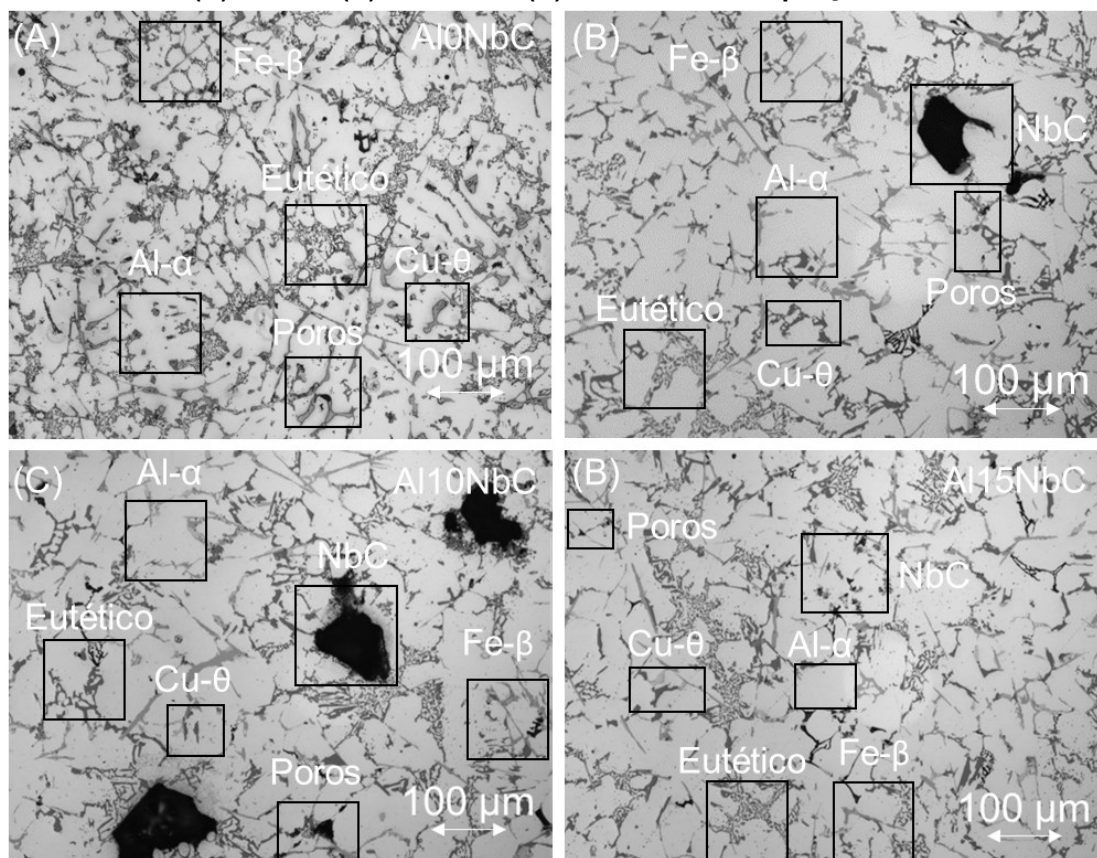
Gráfico 6 - Distribuição granulométrica do pó de NbC por meio do programa ImageJ

Fonte: Autoria própria (2022)

4.2 Caracterização morfológica e microestrutural do compósito

Na Figura 15, são apresentadas imagens de microscopia ótica do material nas quatro condições preparadas, sendo elas com (A) 0 % de NbC, (B) 5 % de NbC, (C) 10 % de NbC e (D) 15 % de NbC. É possível observar a presença de regiões mais claras em similares a dendritas na condição Al0NbC e com morfologia equiaxiais nas outras condições, ambas circundadas por formações eutéticas refinadas, semelhantes a fragmentos dissolvidos. Esta formação morfológica ocorre devido à atuação do refinador Al-5Ti-1B em conjunto com o Sr, atuando na formação de estrutura mais fina dos grãos, assim como na formação de uma fase eutética dispersa na matriz.

Figura 15 – Imagens de microscopia ótica mostrando as fases, poros e o NbC dos materiais (A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC e (D) Al15NbC com ampliação de 200x



Fonte: Autoria própria (2022)

Ferreira (2017) e Irizalp e Saklakoglu (2014) argumentam em seus trabalhos que as formações encontradas mais claras são da fase de alumínio denominada Al- α , estrutura típicas destas ligas Al-Si. Com base em seus trabalhos é possível compreender que as formações aciculares presentes em todas as regiões são fases intermetálicas de Fe- β (Al₅FeSi). Contudo não é observado em nenhuma das condições elaboradas do material a presença da fase Fe- α (Al₁₅Si₂(Fe,Mn)₃) conhecida como escrita chinesa (do inglês *Chinese Script*). Possivelmente em decorrência da pequena quantidade de Mn presente nesta liga, conforme explicado na seção 2.1. Também foi observada, a presença da fase intermetálica denominada Cu- θ (Al₂Cu) com uma tonalidade mais clara e geralmente presente próxima ou agregada a fase Fe- β . Ao comparar Figura 15 (A) com as outras (B), (C) e (D) é possível distinguir da morfologia da fase Al- α . Na configuração sem o reforço, mesmo com o mecanismo de agitação é possível observar a formação de ramos dendríticos. Fato que tende a ser minimizado com o aumento da fração de reforço de NbC, tornando a morfologia das formações mais equiaxial.

Na Figura 15, também é possível visualizar a presença de algumas formações irregulares com tons mais escuros que são denotadas como poros conjuntamente com partículas de NbC. Por meio da técnica de MO é difícil distinguir a presença de um ou outro componente. A diferenciação ficou evidenciada por meio de análises de MEV e EDS.

Por outro lado, os poros indicaram que ali haviam aglomerados de carbonetos à medida que se avaliou a presença de uma pequena quantidade de carboneto, como é possível perceber na Figura 20, que será discutida à frente. A retirada do NbC observada nas imagens, possivelmente está associada com os processos de preparação das amostras para sua caracterização. Desde o processo de usinagem, corte e preparação metalográfica do material há uma fragilização das partículas de NbC ao centro dos aglomerados (SOLTANI *et al.*, 2017). Estas partículas por não estarem em contato direto com a matriz de alumínio apresentam baixa molhabilidade. Estes fenômenos são alguns dos possíveis acontecimentos que caracterizam a presença de vazios. Não observou-se riscos ao seu redor do vazio, o que poderia caracterizar que houve o destacamento do NbC.

Entende-se que a partir da solidificação do material os carbonetos estiveram presentes em aglomerados e de forma dispersa na matriz. Sua presença pode ser constatada por meio de análise de EDS como mostrado na Figura 17. Porém, em razão da limitação imposta pelo uso da técnica de MEV, não foi possível obter e analisar nas imagens as partículas isoladas presentes na matriz. Assim, valores demonstrados neste trabalho referem-se a carga de material inserida na fusão. A quantificação do conteúdo que ficou aderido à matriz não foi obtida em razão das limitações dos processos utilizados na caracterização dos compósitos.

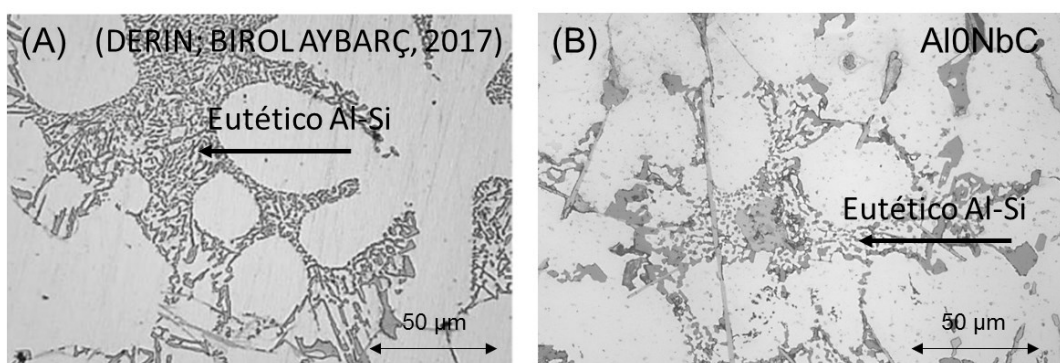
Dentre do material líquido diversos pontos como possivelmente a extração de calor pelas paredes do molde, podem significar sítios de nucleação. Nestes pontos e por meio de núcleos gerados com a inserção da liga refinadora, é provável que se inicie o crescimento das estruturas dendríticas fase Al- α com direções preferenciais de crescimento. Como o Si possui uma baixa solubilidade na fase Al- α , ele é rejeitado e contribuirá para formação do eutético Al-Si e outras fases. Em ligas hipoeutéticas acredita-se que a fase eutética nucleia na fase Al- α , energeticamente favorável devido sua grande área superficial, quando a temperatura de eutético é alcançada. Porém, com adição do Sr, sua característica de nucleação e crescimento são alteradas. Zulfia

e Putriana (2019) mostram que a adição do Sr altera a morfologia de formação do eutético, o transformando para uma condição mais fibrosa.

Derin *et al.* (2017) em seu trabalho avaliou a influência da adição de 0,01 % em massa de Sr na liga Al7Si e constatou a modificação da morfologia da fase eutética para fibrosa, como pode ser visto na Figura 16 (A). Tal condição também foi observada no presente trabalho, conforme pode observado na Figura 16(B). Embora a morfologia de alteração observada neste trabalho não foi tão significativa quanto a obtida pelo autor. Pode-se observar também que a quantidade inserida de Sr pelo autor foi menor que a utilizada na formulação dos compósitos com NbC, porém obtendo um resultado similar. Possivelmente este efeito está ligado com a maior quantidade de Si (8 % em massa) presente na liga A380. Fracchia *et al.* (2021) ao comparar a adição da mesma carga de Sr em ligas com diferentes concentrações de Si, observou uma pequena alteração na morfologia da fase eutética com o aumento de Si presente nas ligas.

Conforme explicado na secção 2.1.1 o Sr atua na forma de dois mecanismos modificando a fase eutética Al-Si, assim como Ferreira (2017) mostra que quando o Sr não é adicionado a liga ocorre a formação do Si em forma de placas aciculares esparsas pelo material. A adição do Sr promove e favorece que o crescimento do eutético, o qual é nucleado no líquido interdendrítico, ocorra separado das dendritas primárias, com uma frente de crescimento mais suave. Atuando no seu crescimento em forma fibrosa (NOGITA; DAHLE, 2001).

Figura 16 - Liga Al7Si com modificação de 0.01 % em massa de Sr (A) e amostra Al0NbC com adição de 0,025 % em massa de Sr (B)



Fonte: Adaptado de Derin; Birol e Aybarç (2017)

A Figura 15 apresenta imagens de microscopia ótica das 4 condições de materiais com diferentes frações de reforço. Na imagem estão indicados a presença das fases mencionadas e o NbC. Os mapas de EDS ajudam a comprovar a

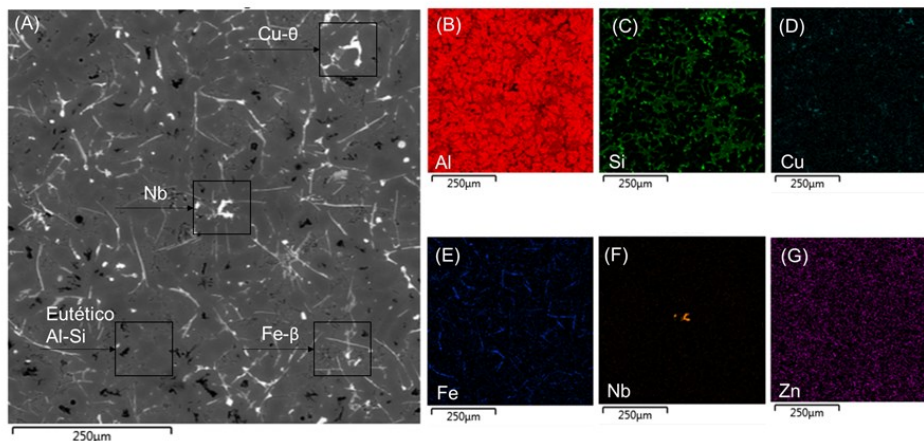
composição delas, assim como facilitar a identificação do NbC. O qual pode ser visto em destaque no centro da Figura 17 (A) com uma tendência de aglomeração em alguns pontos.

Com a inserção do NbC insolúvel na liga, o mesmo pode se comportar como um sítio de nucleação para a formação das fases. Agindo como um meio para nucleação de mais sítios iniciais de solidificação e promovendo um refinamento da estrutura. Durante o processo de solidificação algumas teorias mostraram que o critério de difusividade térmica está relacionado com a distribuição e localização final das partículas como mostrado por Surappa e Rohatgi (1981). Segundo o autor, o engolfamento ocorrerá quando a difusividade térmica do líquido for maior que a das partículas de reforço.

Na Figura 17 (A), é possível observar uma imagem de MEV da amostra Al5NbC, onde estão demarcadas as fases do material, ao lado estão os espectros de EDS dos elementos marcados em cada uma das fases. Deste modo pode-se justificar a presença de pequenas partículas de NbC encontradas engolfadas como visto na Figura 15 e Figura 17. Contudo, não depende somente deste fator, a reação com a frente de solidificação, conforme mostrado na seção 2.5, outros mecanismos como taxa de resfriamento, natureza da partícula e potencial químico tem influência, realçando desta forma a observação de partículas em diversas localizações no material, também presentes mais concentradas próximas ao eutético.

Uma distribuição de cinza ao fundo da imagem destaca-se como sendo o elemento Al formando a fase Al- α , pequenas formações aciculares ao longo do material estão bem demarcadas pelo elemento Fe, presente na provável fase Fe- β . O elemento Cu aparece em região com tom mais claro em formas mais circulares sendo destacado a provável formação da fase Cu- Θ , conforme mostrado por Irizalp e Saklakoglu (2014). Também é possível notar a presença do elemento Zn disperso homogeneamente nas fases de Al, segundo Ferreira (2017) sendo que este fato é decorrente principalmente da grande solubilidade do Zn no Al confirmado no diagrama de equilíbrio Al-Zn.

Figura 17 - (A) Imagem de MEV elétrons retroespalhados com aumento de 500x mostrando as diferentes fases presentes na ligas (B) mapa EDS da imagem A do elemento Al (C) mapa EDS da imagem do elemento Si (D) mapa EDS da imagem A do elemento Cu (E) mapa EDS da imagem A do elemento Fe (F) mapa EDS da imagem A do elemento Nb (H) mapa EDS da imagem do elemento Zn



Fonte: Autoria própria (2022)

Segundo Raj e Thakur (2018) à medida que se aumenta a fração de material adicionado como reforço ao compósito, ocorre um possível efeito de diminuição da taxa de resfriamento, devido à redução da difusividade térmica em razão do sistema de materiais formado. Ou seja, encontra-se nos compósitos a presença da maior quantidade do fenômeno de rejeição das partículas na frente de solidificação. O autor também menciona que este fato, pode atuar na limitação da redução do tamanho de grão, e possivelmente tende a proporcionar o mecanismo de aglomeração das partículas. Pois em taxas de resfriamento mais baixas as partículas têm a tendência de serem rejeitadas e empurradas a frente de solidificação, o que pode promover a aglomeração destes materiais.

Segundo Karantzalis *et al.* (2010) a aglomeração pode estar ligada à três causas principais: (a) aglomeração herdada do pó precursor que não dissociaram durante a inserção, (b) aglomerados antes da solidificação devido à baixa molhabilidade em alguns pontos e (c) aglomerados provocados pela rejeição das partículas na frente de solidificação. O autor ainda menciona que dentre as causas plausíveis a opção (b) é a que menos tende a ocorrer em função do processo de fabricação adotado, *stir casting*, que garante que as fases envolvidas (reforço e líquido) expressem suas reais características de molhabilidade.

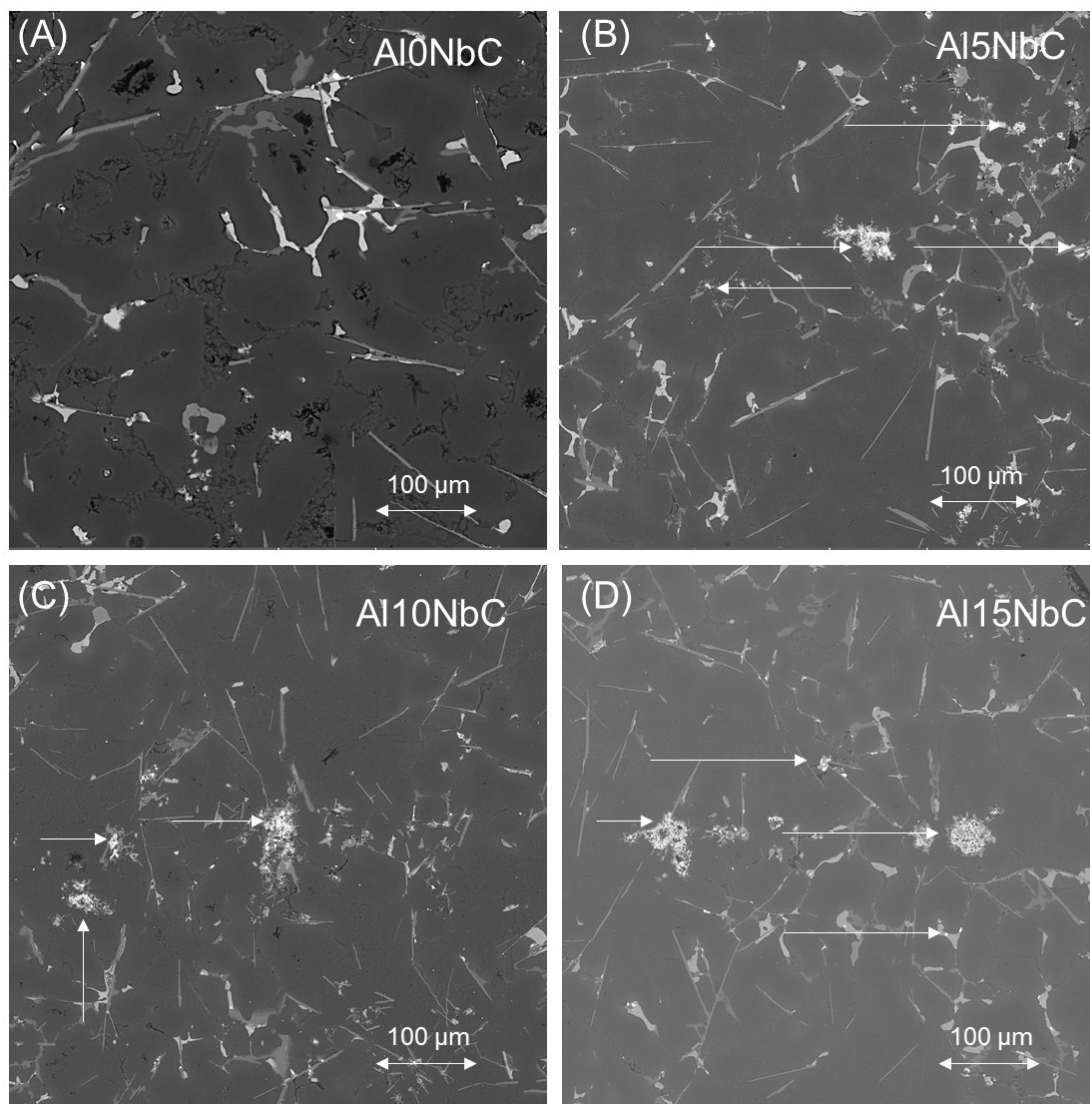
A ação conjunta dos mecanismos mencionados anteriormente pode explicar a tendência de aumento de aglomeração, como pode ser observada na Figura 17.

Observou-se a ocorrência da formação de aglomerações de carbonetos em algumas regiões. Porém, com base Figura 18, onde é ilustrado a presença do NbC nos compósitos, observa-se que o NbC se encontra distribuído no material, mesmo que em alguns pontos se tenha a presença de aglomerados. A utilização da técnica de *stir casting*, possivelmente atuou de acordo com a forma mencionada anteriormente por Karantzalis *et al.* (2010), reduzindo a influência desta causa no efeito de aglomeração dos reforços.

Na Figura 18, as imagens de MEV permitem uma comparação das 4 condições de processamento do material compósito. As setas brancas demarcam as posições em que estão alocados os reforços. A partir destas observadas, verifica-se que possivelmente a presença do NbC não promoveu uma alteração na formação e morfologia das fases, quando se compara a condição sem reforço (Figura 18 (A)) com a inserção das frações de 5 %, 10 % e 15 %, respectivamente Figura 18 (B), (C) e (D). A presença das fases Al- α , acículas de Fe- β e Cu- Θ são observadas em todos os compósitos. Esta situação pode ser comprovada por meio da análise de DRX, que mostra a presença dos picos das respectivas fases em todas as condições. Uma análise aprofundada será feita na secção 4.2.2. Além disso, a distribuição das fases continua seguindo o padrão de regiões onde não há tais partículas, mostrando que a utilização do compósito mantém as características do material em questão de microestrutura e ordenamento das fases.

Conforme observado nas Figura 17, Figura 18 e Figura 25, os carbonetos foram distribuídos pela matriz, porém são observados majoritariamente nas regiões de fase eutética. Como sendo o último líquido a solidificar tende a apresentar o mecanismo de ser rejeitado na frente de solidificação. Também é possível perceber que a interface de contato do NbC com a liga apresenta em poucas situações isoladas a presença de vazios ou porosidades, mostrando uma boa molhabilidade da matriz com o reforço.

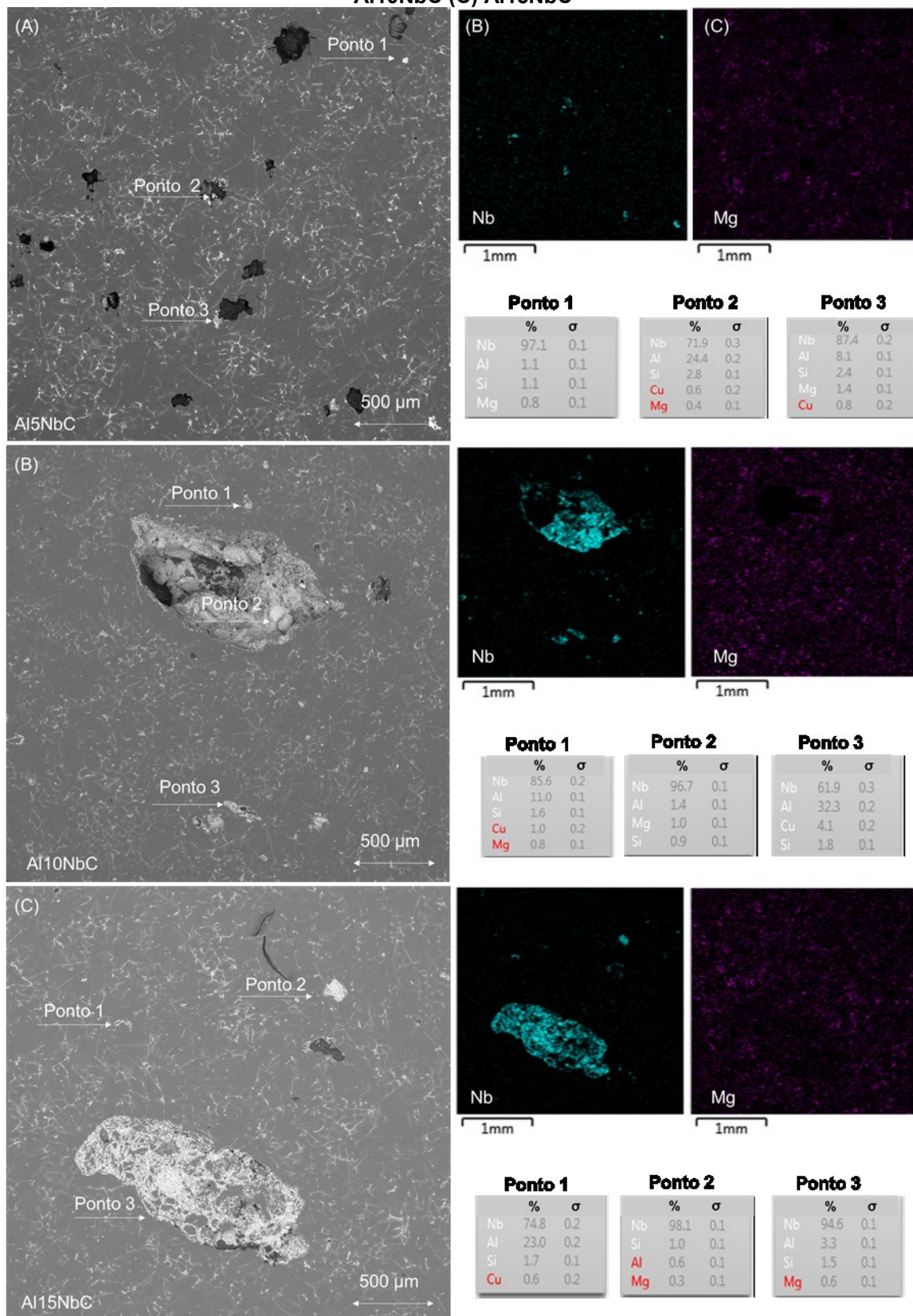
Figura 18 - Imagens de MEV elétrons retroespalhados mostrando a microestrutura dos materiais fundidos, com as diferentes quantidades de reforço todos com ampliação de 500x (A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC



Fonte: Autoria própria (2022)

Na Figura 19 são apresentadas imagens de MEV das 3 condições de adição de reforço (A) Al5NbC, (B) Al10NbC, (C) Al15NbC, em conjunto mapas de elementos químicos e análises químicas pontuais obtidos via EDS de cada amostra.

Figura 19 – Imagens de MEV elétrons retroespalhados com aumento de 100x com respectivos espectros de EDS e análises químicas pontuais das 3 condições de reforço (A) Al5NbC (B) Al10NbC (C) Al15NbC



Fonte: Autoria própria (2022)

Com base nos mapas EDS apresentados na Figura 19, é possível perceber por comparação que geralmente onde é encontrado o NbC, o Mg se encontra próximo. Isto indica ser um bom resultado, visto que o Mg foi inserido no banho em conjunto com o NbC com a função de melhorar a molhabilidade das partículas com a matriz. Segundo Pai *et al.* (1995), o Mg atua na reação óxidos da superfície do reforço visando sua eliminação, assim melhorando sua interação com a matriz. Também o Mg faz o papel na redução da tensão sólido-líquido, auxiliando na formação da interface na superfície da partícula sólida com o metal líquido e formando novos compostos. Tamilanban e Ravikumar (2021), ao fabricarem um compósito da matriz Al6061 reforçada com 12 % em massa de SiC, observaram que ao adicionarem Mg, o valor de resistência à tração foi melhorado. Segundo os autores uma parte deste fato se deve a boa molhabilidade das partículas a matriz, obtida devido a presença do Mg.

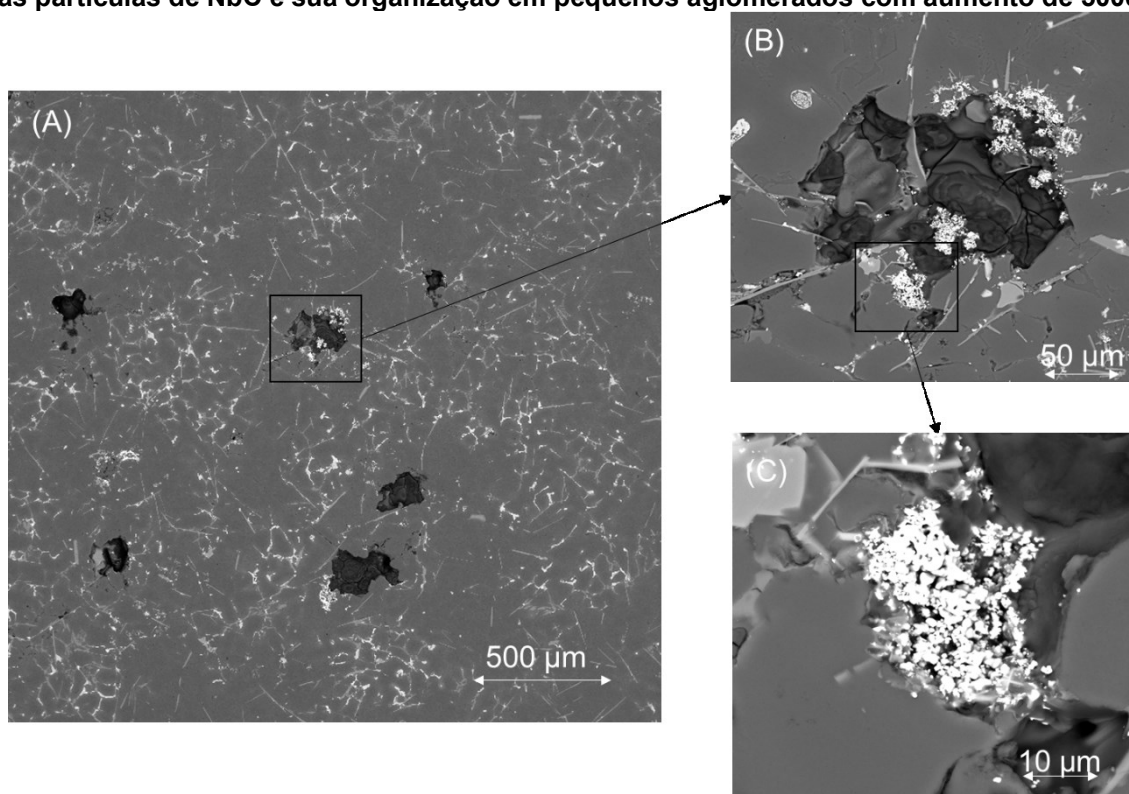
Na Figura 20, é apresentada uma imagem obtida por MEV da condição Al5NbC com diferentes ampliações, destacando a zona e a forma de interação entre os carbonetos e a matriz. Na imagem (A) é possível identificar pequenas formas com um tom mais escuro, sendo que uma delas foi realizada uma aproximação em duas etapas de 1000x (B) e de 5000x (C). Com estas imagens é possível comprovar a presença das partículas de NbC (com um tom mais claro).

Na Figura 20 (B), nota-se que as partículas estão em alguns pontos alocadas nas regiões próximas das bordas da região mais escura. Possivelmente esta região era inteira preenchida com carbonetos, fato reforçado pela presença de pequenas quantidades de partículas de NbC por toda sua região. Contudo, supõem-se que em razão do processo de corte, lixamento e polimento estas partículas podem ter se desprendidas deixando regiões vazias (SOLTANI *et al.*, 2017). Como já mencionado o fato de as partículas que restaram ficaram próximas as bordas da região escura, ou seja, em contato com a matriz, reforça o fato que possivelmente uma forte aderência destas com o alumínio é observada. Já nas regiões centrais a maior distância para com a matriz inviabiliza este contato, tornando a aderência somente entre partículas mais fraca e tendendo a sua separação quando aplicado algum esforço.

O reduzido tamanho das partículas de NbC pode afetar diretamente a questão de sua aglomeração. Malaki *et al.* (2021) mostraram que à medida que o tamanho do reforço diminui para uma escala micro ou até nanométrica a molhabilidade total com o alumínio é dificultada, favorecendo a formação de aglomerados. Geralmente duas situações podem prejudicar sua molhabilidade: (I) partículas pequenas possuem uma

grande área superficial, portanto, uma grande tendência de aglomeração é criada devido a forças interpartículas como atração de Van der Waals, (II) o alumínio fundido necessita de uma maior fração de energia para se deformar em um raio pequeno, desta forma dificultando dispersão unitária das partículas em seu interior (HASHIM; LOONEY; HASHIM, 2001).

Figura 20 – Imagens de MEV elétrons retroespalhados (A) amostra com 5 % (Al5NbC) de reforço aumento de 100x (B) incrustação de NbC na matriz aumento de 1000x (C) detalhe para as partículas de NbC e sua organização em pequenos aglomerados com aumento de 5000x



Fonte: Autoria própria (2022)

Na Figura 21 é mostrada em detalhe uma imagem de MEV realizada por elétrons retroespalhados das partículas de NbC com aumento de 5000x (A), e os respectivos mapas de EDS do Nb (B) e do Ti (C). Em detalhe a imagem mostra a formação de uma camada heterogênea de acículas de Ti ao redor das partículas. Com a camada muito próxima ou em contato com as partículas de NbC, as quais são marcadas como as regiões brancas na área central da imagem. Este efeito mostra que dentre os elementos que compõe a liga, o Ti aparentemente é o que mais interage com as partículas em sua união com a matriz de alumínio. Na imagem (A) também pode ser observado a presença de fase intermetálica no lado direito da imagem, correspondente a uma acícula da fase Fe-β.

Segundo Karantzalis et al. (2010) a formação desta camada é um efeito esperado na inserção de carbonetos na matriz líquida de Al. O autor menciona que na maioria dos casos, a presença das partículas de NbC seja ela isolada ou aglomeradas está associada a formação e crescimento de várias formações e fases intermetálicas.

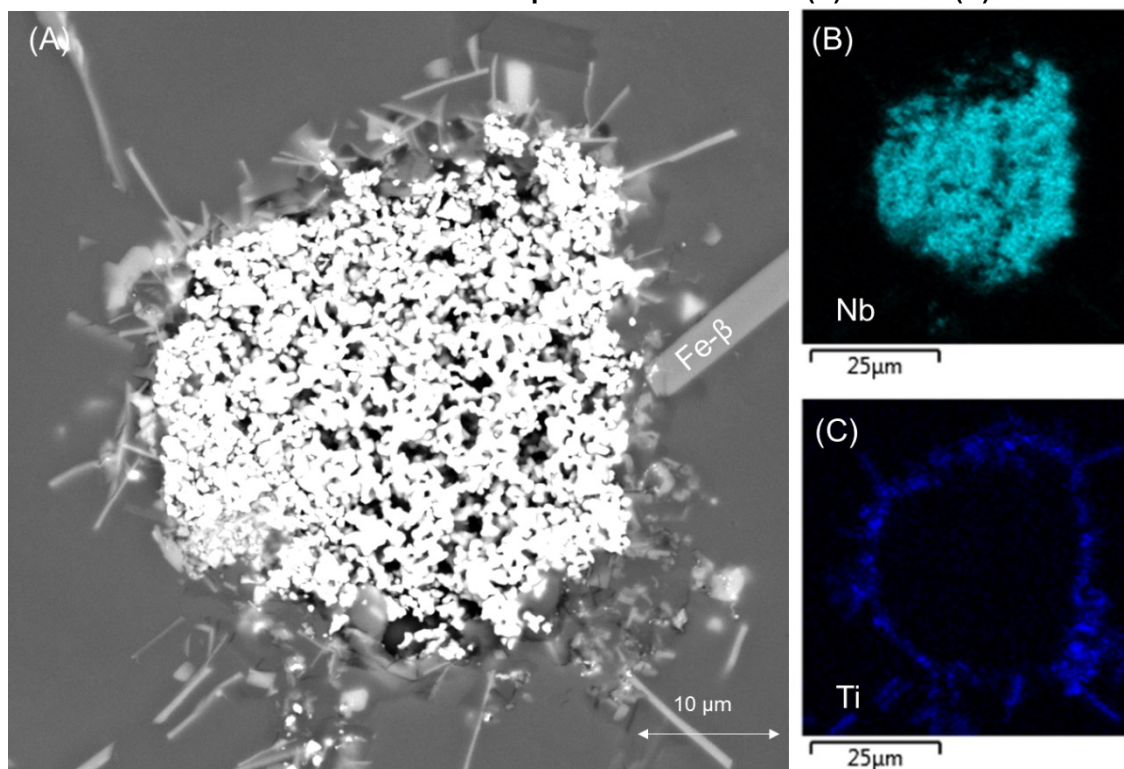
De acordo com o diagrama binário Al-Ti, podem formar diversas fases, como TiAl e TiAl₃. Além disso, possíveis reações podem ocorrer entre o NbC e Ti, algumas reações entre o C do NbC e Ti podem vir a produzir carboneto de titânio (TiC). O TiC qual é um carboneto que apresenta características bem similares ao NbC, como sua estrutura cristalina, parâmetro de rede e ponto de fusão. Isto reforça o entendimento da proximidade do elemento Ti com as partículas de NbC pela grande interação entre estes compostos (WANG et al., 2020).

Alguns trabalhos foram realizados para entender a interação entre o Nb e o Ti, como o de Li; Lei e Fu (2014), onde avaliam os mecanismos de interação entre eles, pela formação *in-situ* de compósitos de (Ti, Nb) C, em revestimento produzidos por laser em matriz ferrosas. Descreveram que a variação na relação Ti/Nb modifica o intervalo entre eles na energia livre de formação de Gibbs, alterando o crescimento de ambas partículas. Os autores também comentam que o TiC se forma primeiro nas reações podendo atuar como um centro de nucleação para o (Ti,Nb) C. Desta forma é provável entender que o elemento Ti melhore a capacidade de formação de carbonetos de Ti e Nb.

Wang et al. (2020), também observaram a formação de algumas reações do NbC com Al, Ti e Si. Além de avaliar em seu trabalho que o revestimento com base Ti-Al-Si, o qual é reforçado com NbC forma uma boa ligação com o substrato de Ti. Em análises de DRX também confirmaram a presença das formações TiAl, TiC Ti₅Si₃, Ti₃AlC₂ e NbC.

A formação desta camada de Ti ao redor de carbonetos também foi observada por outros autores, usada como meio de aumentar a molhabilidade na ligação de interface. Zhang; Chen e Charette (2007) observaram a formação de uma camada similar no compósito da liga Al-7 %Si (em massa) com reforços de B₄C. O autor comenta que esta camada atua como uma barreira de proteção na superfície, limitando a reação com a matriz responsável pela produção de interfases indesejáveis.

Figura 21 – Imagem de MEV elétrons retroespalhados (A) detalhe de partículas de NbC com aumento de 5000x e seus respectivos EDSs de Nb (B) Nb e Ti (C)



Fonte: Autoria própria (2022)

Toptan; Kilicarlan e Kerti (2010) também observaram a formação de uma camada similar de Ti na liga de alumínio AA1070 ao redor das partículas de reforço B_4C , concluindo que houve uma melhora na molhabilidade com a matriz de alumínio. Fato este em decorrência da melhor interação das partículas da camada de Ti com a matriz líquida de Al.

4.2.1 Análise da densidade e porosidade na condição como fundida

Conforme mencionado no capítulo referente ao procedimento experimental no item 3.5.5, a técnica de Arquimedes foi o procedimento utilizado, obtendo como valores finais a média simples dos resultados. Os valores de densidade teórica foram obtidos por meio da regra das misturas. Esta metodologia foi utilizada considerando a presença da liga A380 e do NbC.

De posse destes dois dados foi possível realizar uma estimativa da porosidade do material, sendo possível também analisar como o processo afeta sua integridade estrutural.

A Tabela 6, mostra a comparação entre os valores da densidade teórica (g/cm^3) e real (g/cm^3) obtidas respectivamente por meio da regra das misturas e método de Arquimedes, além dos valores de porosidade (%) em todas as condições.

Observa-se na Tabela 6 que à medida que aumenta-se a fração de NbC adicionada na matriz A380 o valor de ambas as densidades elevaram. Assim como as ligas com reforço mostram maiores valores em comparação com a condição sem reforço. A ocorrência deste fato é devido ao valor da densidade do NbC ($7,82 \text{ g/cm}^3$) ser maior que a liga A380 ($2,76 \text{ g/cm}^3$), a medida que aumenta-se a fração das partículas de refoço o valor da densidade aumenta. De forma geral quando se compara os valores das densidades nota-se que estão bem próximos e alinhados, demonstrando a homogeneidade na obtenção dos materiais compósitos.

Tabela 6 - Comparação dos valores de densidade teórica real e porosidade das quatro amostras, na condição como fundida

Condição	Amostra	Densidade	Densidade	Desvio	Porosidade	Desvio
		Teórica (g/cm^3)	Real (g/cm^3)	Padrão (%)		
Como Fundida	Al0NbC	2,73	2,69	0,03	1,48	0,01
	Al5NbC	2,98	2,90	0,08	3,11	0,03
	Al10NbC	3,24	3,13	0,09	3,42	0,03
	Al15NbC	3,49	3,37	0,1	3,58	0,04

Fonte: Autoria própria (2022)

Ao se analisar os valores percebe-se também que todas as condições de compósitos produzidos (Al0NbC, Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC), apresentaram valores medidos experimentalmente menores que os teóricos. A diferença apresentada entre a densidade real e a teórica é devido a presença de porosidades no material. A utilização da técnica de *stir casting* embora seja efetiva, apresenta alguns problemas em relação a porosidade. A porosidade é inserida por meio do fluxo turbulento na agitação do material fundido, além da inserção constante do material de reforço particulado que traz consigo a presença inerente de porosidade (SINGH; SONI; RANA, 2020). Diversos mecanismos como: pré-aquecimento do material de reforço, utilização de material desgaseificante e cuidados no modo de agitação foram utilizados para a redução da porosidade. Porém, ainda observa-se sua presença em todas as condições de material. Nota-se que este valor é crescente desde a condição sem reforço, a qual tem o menor valor, até a condição com 15 % de reforço que mostra o maior valor.

Embora a porosidade seja algo indesejado, os valores obtidos são baixos. Sambathkumar *et al.* (2017) comenta que valores até 4 % são considerados como aceitáveis para produção com qualidade dos materiais compósitos.

Resultados semelhantes foram obtidos por Alagarsamy e Ravichandran (2019) que produziram um compósito da matriz da liga AA7075 reforçada com TiO₂, onde os valores de densidade real ficaram menores que os teóricos devido ao fato da porosidade observada vir a apresentar em valores até 4%.

4.2.2 Difração de raio X

O Gráfico 7 ilustra um espectro de difração de raio X comparativo das amostras na condição como fundida. Os resultados indicam identificação dos picos da fase Al- α (PDF *number* 85-1327) e Si (PDF *number* 75-589) em todas as amostras. Na fase Al- α o Si apresenta uma baixa solubilidade, a qual diminui com a redução da temperatura (TULI *et al.*, 2021). Desta forma, não foi observado a formação de nenhum intermetálico ou precipitado de Al-Si. Neste caso estabeleceu-se sua presença na forma de Al- α e como partículas eutéticas de Si.

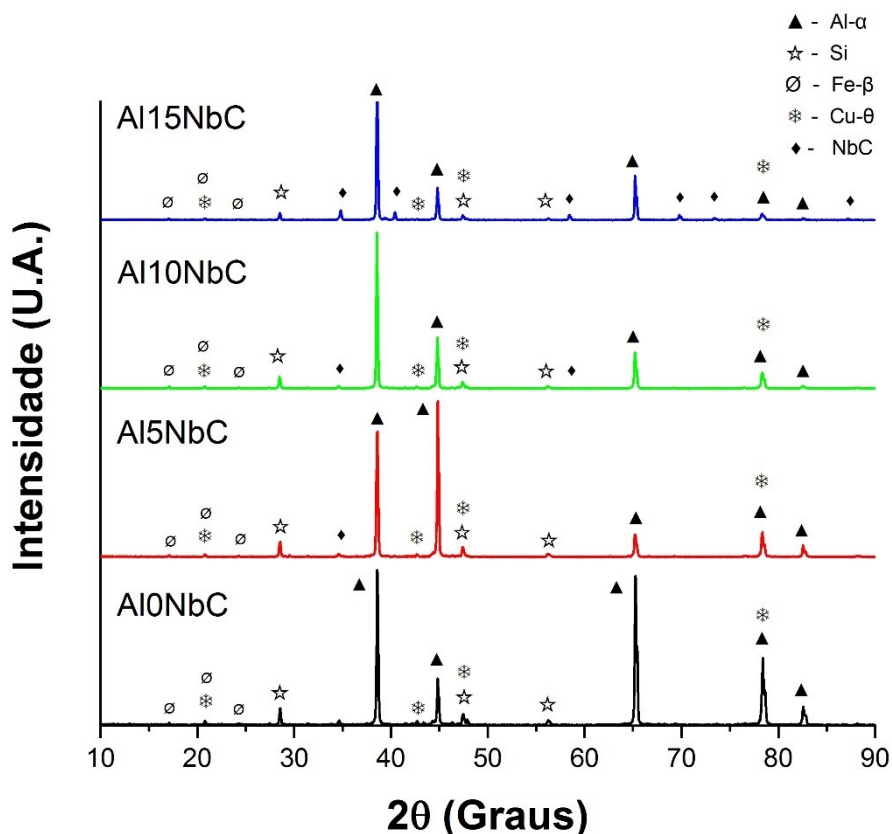
A presença de mais picos de NbC na condição Al15NbC, reforça a sua maior presença nas imagens de MEV e MO, comprovando a maior retenção do carboneto no compósito. Este fato decorre da maior concentração de carboneto adicionada nesta condição. Os picos de NbC (PDF *number* 38-1364) correspondem a um cristal com estrutura cúbica, e pertencente ao grupo espacial Fm-3m (225). A mesma estrutura e picos foi observada no trabalho de Zhao; Xu e Fu (2017), ao elaborarem um revestimento compósito de NbC na matriz de ferro fundido.

As formações com Cu observadas nas imagens de MEV e analisadas por meio de EDS da fase Cu- θ com estrutura tetragonal (PDF *number* 25-12), são confirmadas por meio da observação dos seus respectivos picos no difratograma. Sua presença aparenta ser constante em todas as amostras, a mostrar de forma aparente que o NbC não influencia em sua formação. A presença desta fase é típica na constituição microestrutural da liga A380 conforme também abordada na literatura (LIN *et al.*, 2021).

Segundo a literatura algumas formações de intermetálicos são recorrentes do elemento Fe, com destaque para a fase Fe- β de estrutura monoclinica tradicionalmente observada em forma de acículas (FERREIRA *et al.*, 2020). Conforme

observado neste trabalho por meio de análises metalográficas e DRX encontrou-se a presença desta fase. Os picos da fase Fe- β (PDF number 49-1499), se apresentaram de forma constante em todas as condições de compósitos. O observação desta fase também encontrada na avaliação da liga A319 por Salleh; Omar e Alhawari (2016).

Gráfico 7 - Difratoograma dos compósitos Al0NbC, Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC na condição como fundida



Fonte: Autoria própria (2022)

A presença das fases no difratograma, reforçam caracterização microestrutural mostrada por meio de EDS e morfologias nas imagens de MEV. Constituindo uma avaliação mais completa da formação microestrutural dos compósitos. De modo que a observação da intensidade dos picos também está pode estar relacionado com a maior presença das fases em questão no material. Acar, Acici e Guler (2019) analisaram as fases presentes na liga A380 por meio de DRX, também encontraram as mesmas fases deste trabalho, e algumas outras formações com Fe, $Al_8FeMg_3Si_6$, $Al_{15}Si_2(Fe,Mn)_3$ e $AlMnCu_2$. Porém, estas outras formações apontadas pelos autores não foram observadas neste trabalho, possivelmente em razão na menor quantidade de Mn e outros elementos presentes na liga A380, conforme analisado na secção 2.1.

4.2.3 Influência microestrutural do processo aplicado de stir casting e inserção do NbC

Para que fosse possível a identificação dos grãos presentes na microestrutura do material assim como as possíveis alterações morfológicas nas fases presentes na liga A380, provocadas pela adição das partículas de NbC, a técnica de ataque eletrolítico e visualização por meio da luz polarizada foi empregada.

Na Figura 22, é mostrada uma imagem que faz uma relação das imagens de microscopia ótica convencional ao lado das mesmas imagens, porém obtidas com ataque eletrolítico e observadas sob a luz polarizada. As imagens são da mesma amostra e na mesma posição, conforme comprovado pelo marcado na microindentação visualizado no centro da imagem. Este processo facilita a compreensão e a comparação das estruturas presentes no material com suas diferentes observações.

A liga sem adição de reforço é mostrada na Figura 22 (A – microscopia ótica convencional) e (E – microscopia polarizada). Ao realizar uma análise em ambas imagens constata-se uma estrutura com traços de uma morfologia dendritica em alguns pontos, e em outros pontos de grãos tendendo a forma de rosetas. Possivelmente, este efeito deve-se a ação do processo de agitação empregado no processo de *stir casting*, o qual promoveu uma quebra de estruturas formadas, e alterando a estrutura dendritica devido a atuação nos pontos de nucleação inicial da maneira tradicional.

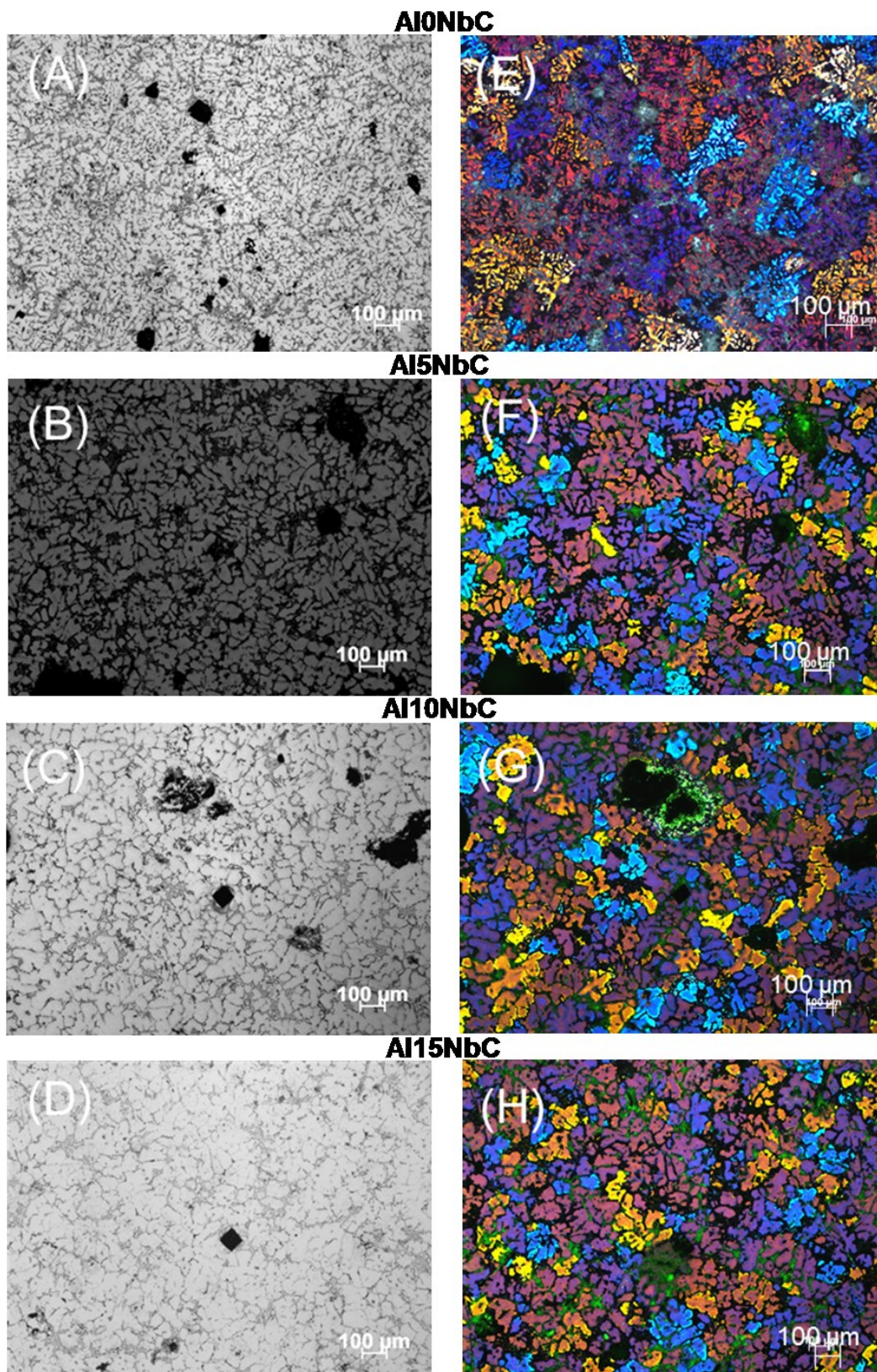
Já ao se analisar as outras condições com a inserção do reforço nas amostras Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC, é possível perceber uma diferença morfológica quando compara-se a amostra não reforçada. Observa-se a condição de formação das estruturas dendriticas menos pronunciadas com o aumento da fração de NbC. Ao se comparar com as imagens de microscopia ótica convencional, uma pequena quantidade de possíveis ramos dendriticos é visualizada na condição Al5NbC. Com maior fração de reforço, nota-se uma leve tendência de redução ou supressão da característica de ramos dendriticos, tendendo a formação de grãos que sejam distintos da características dendritica.

Sethi *et al.* (2020) ao avaliar a morfologia do compósito da liga AA7075 reforçada com TiB₂ por meio da técnica de *stir casting*, também percebeu uma

mudança de estruturas dendriticas da liga sem reforço, para uma formação de rosetas depois da adição dos reforços.

Buscando-se a determinação de parâmetros quantitativos, a análise do tamanho de grão foi realizada por meio da técnica dos interceptos lineares de Heyn, de acordo com a norma ASTM E112 (2012).

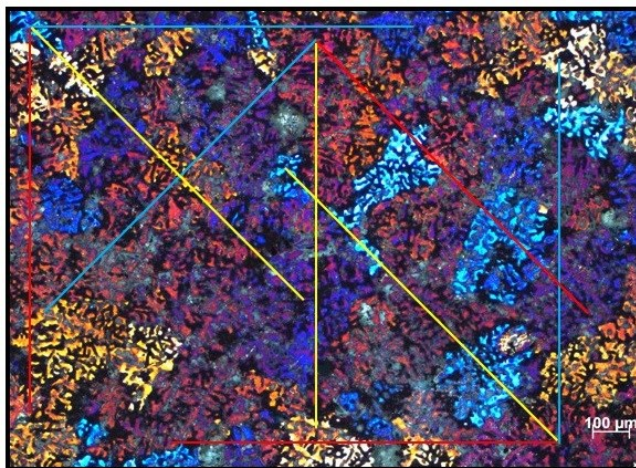
Figura 22 - Imagens por MO das amostras globularizadas nas frações de 0 %, 5 %, 10 % e 15 % em massa de NbC sem ataque eletrolítico (A) (B) (C) (D) e com ataque (E) (F) (G) (H)



Fonte: Autoria própria (2022)

A Figura 23, mostra disposição dos três conjuntos de linhas utilizadas para a obtenção dos valores de interceptos.

Figura 23 - Disposição das linhas de contagem utilizadas na determinação do tamanho de grão por meio da técnica dos interceptos de Heyn



Fonte: Autoria própria (2022)

Por meio desta análise foi possível obter os valores de tamanho de grão das quatro condições de amostras. O Gráfico 8 mostra os resultados obtidos para as medições de tamanho de grão. Constatou-se que o maior valor de tamanho de grão ocorre para condição sem a adição de reforço, porém já com a adição do refinador. Ao se comparar este valor com trabalhos em que a liga refinadora não foi utilizada, é possível perceber sua efetividade. No trabalho de Ferreira (2017) a utilização de refinador de grão promoveu uma redução de até 4 vezes do tamanho de grão quando comparado com amostras sem a presença do refinador Al-5Ti-1B, o que resalta a importância do seu uso.

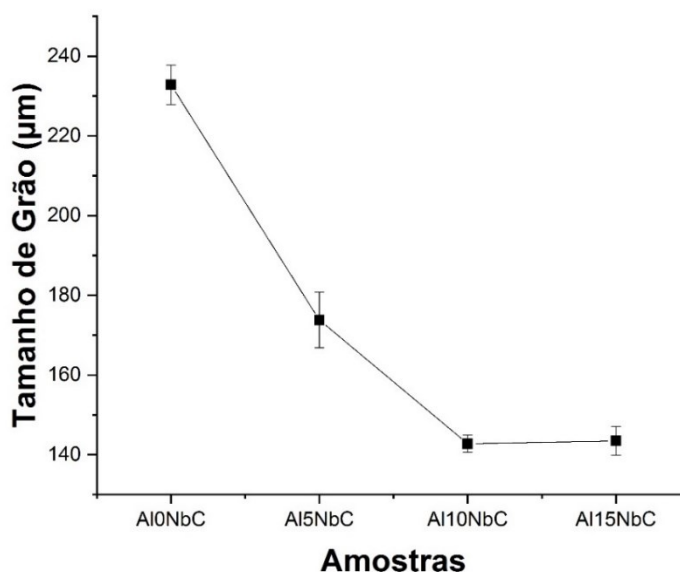
Com relação a influência do percentual de reforços, nota-se uma redução de tamanho de grão com o aumento da carga aplicada. A diferença mais expressiva pode ser notada ao comparar a Al0NbC com Al5NbC, onde uma redução de 34 % foi alcançada, e com a condição Al10NbC obtém-se uma redução de 62 %. Já quando se compara a condição com Al5NbC com Al10NbC constata-se que houve uma redução de 21 %, fato qual demonstra a maior eficiência do mecanismo com a inserção dos carbonetos em comparação o aumento de sua carga. Porém entre os valores de 10 % e 15 % de reforço não houve uma na redução adicional do tamanho de grão, ficando os valores constantes dentro da margem de erro. Mostrando que há um valor limite do efeito do reforço sobre a redução efetiva no tamanho de grão.

O fato do tamanho de grão diminuir conforme aumenta-se fração de reforço possivelmente está associado ao efeito nucleante proporcionado pela interação dos carbonetos com o Ti e a matriz alumínio (MAZAHERY; SHABANI, 2012). Ao se aplicar a técnica de *stir casting* para favorecer a distribuição uniforme das partículas no material, faz com que esta redução do tamanho de grão seja encontrada em todo material, reforçando os baixos valores de desvio padrão encontrados.

Liu e Han (2021) mostraram em sua pesquisa que possivelmente o efeito de nucleação favorecido pela inserção de partículas, pode estar relacionado com um maior número de sítios de nucleação, assim como a presença da formação Al_3Ti . Neste trabalho, sua presença pode estar associada a formação da camada constituída majoritariamente de Ti ao redor das partículas de NbC. Sendo assim, pode ser um dos prováveis mecanismos que atuaram na redução do tamanho de grão a partir da presença das partículas de NbC na liga A380.

Mazahery e Shabani (2012) ao produzirem um compósito com a liga A356 reforçada com SiCnp por meio da técnica de *stir casting*, perceberam resultados similares. Uma redução do tamanho de grão com a inserção de carbonetos foi inicialmente percebida, com a tendência de estabilização após a inserção de maiores concentrações de SiC. O autor ainda comenta, assume-se que a dispersão uniforme das nanopartículas possivelmente atua na interação com outros mecanismos e desta forma resultando em uma microestrutura mais refinada.

Gráfico 8 - Tamanho de grão (μm) das amostras na condição como fundida obtido por meio da técnica de interceptos de Heyn



Fonte: Autoria própria (2022)

Uma situação similar foi encontrada por Zhu *et al.* (2020) em que a adição de SiC na liga matriz Al6082 por meio da técnica de *stir casting* provocou uma redução no tamanho de grão médio do material.

4.3 Avaliação dos parâmetros do processo de tixotomização dos compósitos A380/NbC

Nesta seção serão apresentadas as análises dos materiais compósitos após a tixotomização. A influência do NbC na globularização e as transformações morfológicas e microestruturais após a tixotomização.

4.3.1 Análise da densidade e porosidade após a tixotomização

Na Tabela 7 são mostrados os valores de densidade teórica e real, e sua comparação com a densidade das amostras. Percebe-se um aumento da densidade e redução da porosidade com o aumento no percentual de NbC.

Ao se analisar os valores de densidade das amostras após o processo de tixotomização, é possível perceber um similar aumento gradual em seus valores conforme se elevou a fração de reforço, assim como ocorreu nas amostras fundidas.

Ao se comparar estes valores de densidade com a condição fundida, mostrados na secção 4.2.1, nota-se um aumento gradual da densidade. Também percebe-se uma redução dos valores de porosidade encontrados em todas as condições.

A observação da redução da porosidade e aumento dos valores de densidade observados neste trabalho, também foram encontrados no trabalho de Ali *et al.* (2021). Em que foi realizado a produção do compósito da liga A356 reforçada com nanotubos de carbono pela técnica *stir casting*, e aplicado o processo de tixoconformação. Análises de seus resultados mostraram um aumento da densidade das amostras em diferentes posições do corpo de prova, se comparada com a condição como fundida. Os autores ainda mencionam que este efeito se dá pela característica tixotrópica das estruturas não dendríticas. Juntamente tem-se a redução da porosidade por meio dos mecanismos de engrossamento do Al- α e compactação da microestrutura (POLA *et al.*, 2008).

Tabela 7 - Comparação dos valores de densidade teórica real e porosidade das quatro amostras, na condição tixoconformada

Condição	Amostra	Densidade Teórica (g/cm ³)	Densidade Real (g/cm ³)	Desvio Padrão (%)	Porosidade (%)	Desvio Padrão (%)
Tixoconformada	Al0NbC	2,73	2,71	0,34	0,72	0,13
	Al5NbC	2,98	2,96	0,14	0,68	0,05
	Al10NbC	3,24	3,21	0,36	0,90	0,11
	Al15NbC	3,49	3,46	0,13	0,92	0,04

Fonte: Autoria própria (2022)

Tuli *et al.* (2021) em seu trabalho produziu um compósito da liga de alumínio LM25 reforçada com SiC e aplicou o processo de tixoconformação em diferentes temperaturas sendo elas de 590 °C, 600 °C e 610 °C. Seus resultados mostraram que as amostras tixoconformadas quando comparadas com a condição como fundida apresentam maiores valores de densidade, assim como também a porosidade ficou menor após a tixoconformação em todas as condições. A temperatura de 590 °C empregada pelo autor foi a que apresentou os maiores valores de densidade e menores valores de porosidade dentre todas as condições.

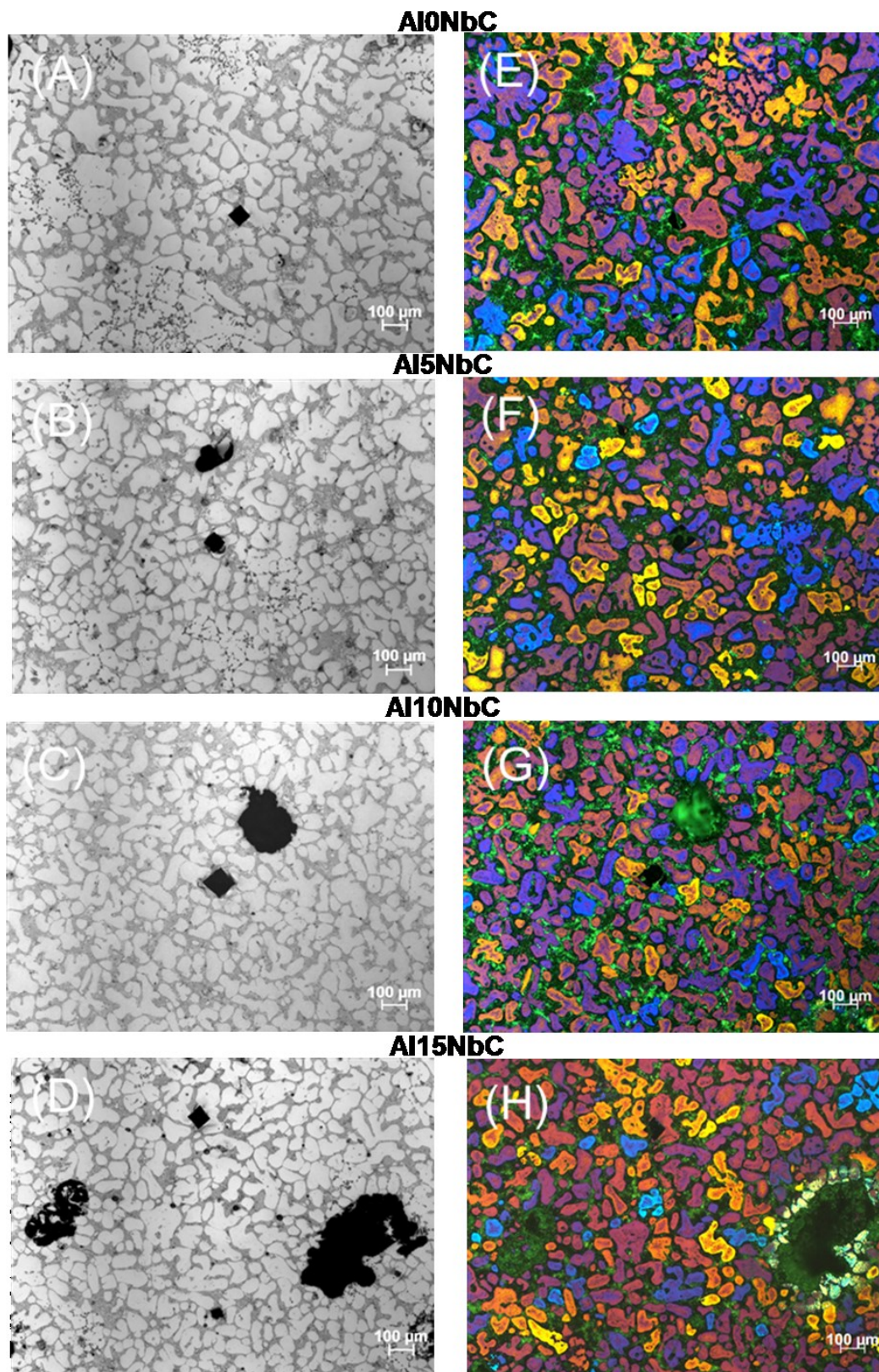
4.3.2 Influência do NbC na globularização da liga A380

O tratamento térmico de globularização realizado a 562 °C por 90s (60 % de fração sólida) tem por finalidade de compreender a influência do NbC sobre a evolução morfológica dos compósitos quando submetido ao estado semissólido. As amostras tratadas foram posteriormente analisadas metalograficamente por meio de microscopia ótica com luz polarizada e convencional.

Na Figura 24 são mostradas imagens obtidas por microscopia ótica convencional e por luz polarizada das amostras após o processo de globularização. É possível perceber a formação de estruturas de Al- α (região mais clara) circundadas pela fase eutética.

Uma avaliação visual nas microestruturas de forma geral permite identificar a tendência de formações mais globulares com uma menor quantidade de braços nas formações de rosetas, à medida que se aumentou a fração de reforço. Além disso, comparando-se a amostra Al0NbC com a amostra Al15NbC percebe-se uma redução no tamanho das regiões de mesma cor na metalografia com polarização. Este fato significa que houve uma redução no tamanho de grão do material.

Figura 24 – Imagens por MO das amostras globularizadas nas frações de 0 %, 5 %, 10 % e 15 % em massa de NbC sem ataque eletrolítico (A) (B) (C) (D) e com ataque (E) (F) (G) (H)



Fonte: Autoria própria (2022)

Para quantificar as microestruturas obtidas realizou-se a medida do tamanho de célula dendrítica (DCS), por meio das imagens de metalográfica ótica convencional, e tamanho de grão (GS) por meio de imagens sob luz polarizada. Uma relação da razão entres os dois fatores foi realizada para comparar a interação entre ambas microestruturas obtidas. Também se realizou a determinação do fator de forma (SF) e do *Rheo Quality Index* (RQI), os quais são fundamentais na análise do comportamento semissólido. Na Tabela 8, apresenta-se um resumo da caracterização microestrutural, onde são apresentados os valores médios de DCS, GS, razão DCS/GS, SF e índice RQI.

Tabela 8 – Valores médios de DCS, GS razão DCS/GS, fator de forma e índice RQI das amostras globularizadas (média± desvio padrão)

Amostra	DCS (µm)	GS (µm)	DCS/GS	SF	RQI
Al0NbC	101 ± 8	176 ± 13	0,57	0,45 ± 0,02	0,26 ± 0,05
Al5NbC	78 ± 9	125 ± 4	0,63	0,43 ± 0,01	0,27 ± 0,05
Al10NbC	76 ± 4	112 ± 4	0,68	0,51 ± 0,02	0,35 ± 0,02
Al15NbC	74 ± 2	106 ± 9	0,70	0,46 ± 0,04	0,32 ± 0,03

Fonte: Autoria própria (2022)

Ao se analisar o DCS das amostras globularizadas nota-se uma redução entre a amostra não reforçada para com a condição Al5NbC. Porém, entre as condições com 5 %, 10 % e 15 % não há uma diferença significativa, não sendo possível confirmar a influência do NbC no refinamento de grão da fase Al- α após a globularização, conforme se variou a porcentagem de reforço. Já na análise do GS, da condição sem reforço percebe-se que houve uma redução para a condição com 5 % de NbC, e uma estabilização de seu efeito após a inserção de 10 %.

A redução dos valores de GS das amostras globularizadas estão ligados a influência do NbC e suas interações com os elementos presentes na liga no estado fundido, conforme foi avaliado na secção 4.2.3. Também, pode estar relacionada com a manutenção da camada majoritária formada por Ti, conforme observada ao redor das partículas de NbC. Mesmo que o contato entre o NbC e matriz seja incoerente, a camada formada ao redor poderia ser uma das análises observadas na redução do tamanho de grão.

É perceptível um incremento na razão dos valores entre DCS/GS com o aumento na fração de NbC. Segundo Ferreira (2017) e Torres e Zoqui (2020), quanto mais longe da unidade este valor, maior será a interação entre as partículas sólidas quando material for submetido a compressão. Ou seja, quanto mais próximo de 1

menor o número das estruturas observadas sob microscopia ótica convencional, que se encontrarão interconectadas tridimensionalmente. Apesar de nenhuma amostra alcançar o valor de 1, o que indicaria uma estrutura completamente globular, uma redução de 22,8 % na conexão das estruturas foi alcançada com a inserção de 15 % de NbC, em comparação com a condição sem reforço.

Uma comparação entre os valores do SF, revela que há uma tendência de melhoria com a incremento na porcentagem de NbC. Entretanto não há uma diferença significativa entre as condições com reforço, pois os valores com seus respectivos desvios padrões encontram-se muito próximos. A dificuldade em promover uma maior circularidade com a inserção do elemento reforçante é comentada na literatura. No trabalho de Abdelsalam *et al.* (2015) um efeito similar foi encontrado, este pois a adição de Al_2O_3 não promoveu uma alteração no fator de forma se comparado com a liga A356 sem reforço.

As amostras apresentaram um aumento máximo do RQI em torno de 30,7 % na condição com 10 % de NbC, acima deste valor houve uma pequena queda. Resultados similares foram encontrados por Ferreira (2017) e Salleh *et al.* (2013), ressaltando a importância da redução do tamanho de grão na obtenção de materiais com boas características tixotrópicas. Desta forma nota-se a grande influência do processo de refino químico de grão aliado ao processo de *stir casting* para a obtenção de um material com menor tamanho de grão.

4.3.3 Alterações morfológicas e microestruturais após a tixoconformação

Para a análise da influência da inserção do NbC na microestrutura e morfologia das amostras após a realização do processo tixoconformação foram feitas imagens de MEV e análise de EDS. Na Figura 25 são ilustradas imagens obtidas por de MEV das quatro condições de amostras sendo elas Al0NbC, Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC.

Com base na Figura 25 é possível verificar formações cinza mais escuras ao fundo da fase Al- α , circundadas pelo eutético de Al-Si, outras formações quais seriam as fases intermetálicas como já mencionado anteriormente. Ao se observar a fase Al- α , constata-se sua morfologia globular, diferente a estrutura dendritica observada antes do processo de tixoconformação (Figura 18). Após a realização da tixoconformação não foi constatada a retenção de liquido no interior da fase Al- α (do

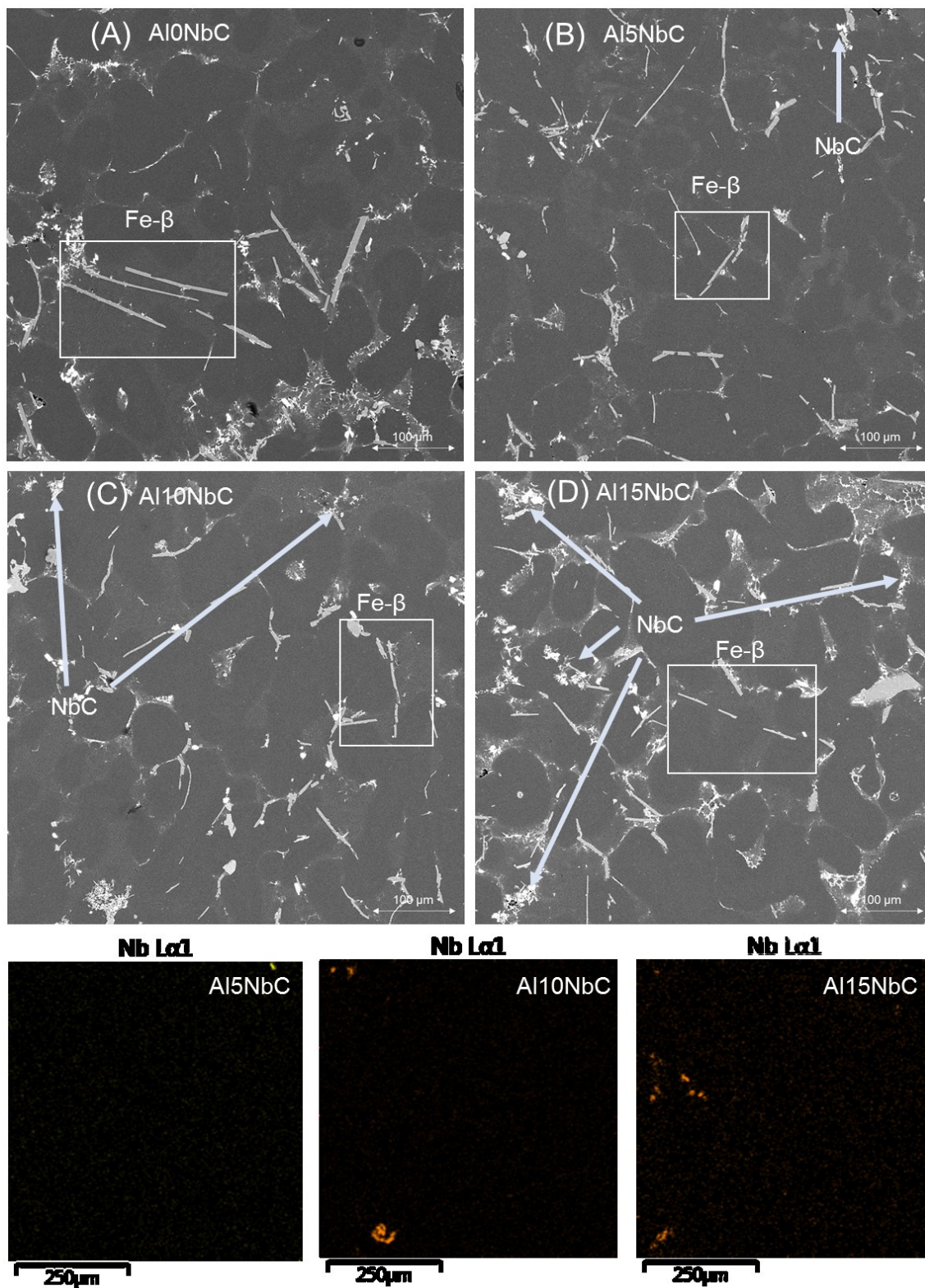
inglês *entrapped liquid*). Birol e Birol (2008) ao avaliarem a tixoconformação de ligas Al-Si-Cu-Fe, também observaram a ausência destas situações, comentando sobre o bom processamento efetuado.

A presença de líquido retido é algo indesejável para a tixoconformação. Pois no processamento semissólido sua ocorrência no interior das formações de fase Al- α vem a dificultar o processo de lubrificação, essencial no comportamento tixotrópico durante a tixoconformação (SALLEH; OMAR; ALHAWARI, 2016).

Nas amostras fundidas ilustradas nas Figura 15 e Figura 18, uma grande quantidade de formações aciculares, grandes e interconectadas são visíveis. Já na condição tixoconformada, estas formações da fase intermetálica Fe- β , aparecem em menor quantidade e com sinais de fragmentação, como é destacada nas marcações da Figura 25. Possivelmente este efeito está ligado com a fragilidade destas formações que ao serem pressionadas durante a tixoconformação, quebram-se em menores fragmentos. Se observou que este efeito foi intensificado nas amostras com o aumento da fração de NbC. Alhawari *et al.* (2017) avaliaram os efeitos microestruturais do processo de tixoconformação aplicado na liga Al-6Si-3Cu, e também perceberam alterações. Uma redução geral do tamanho das fases intermetálicas foi observada além disso, constatou-se uma fragmentação das acículas da fase Fe- β .

Na Figura 25 se constata a presença do NbC, os quais estão indicados por setas. Na parte inferior das imagens (B), (C) e (D) está alocado o EDS de mapa do Nb confirmando a presença e localização do NbC. Nota-se que mesmo na condição com 15 % de reforço, não há uma aglomeração massiva do carboneto, constatando um provável efeito do processo de tixoconformação na melhoria da distribuição dos NbC na matriz.

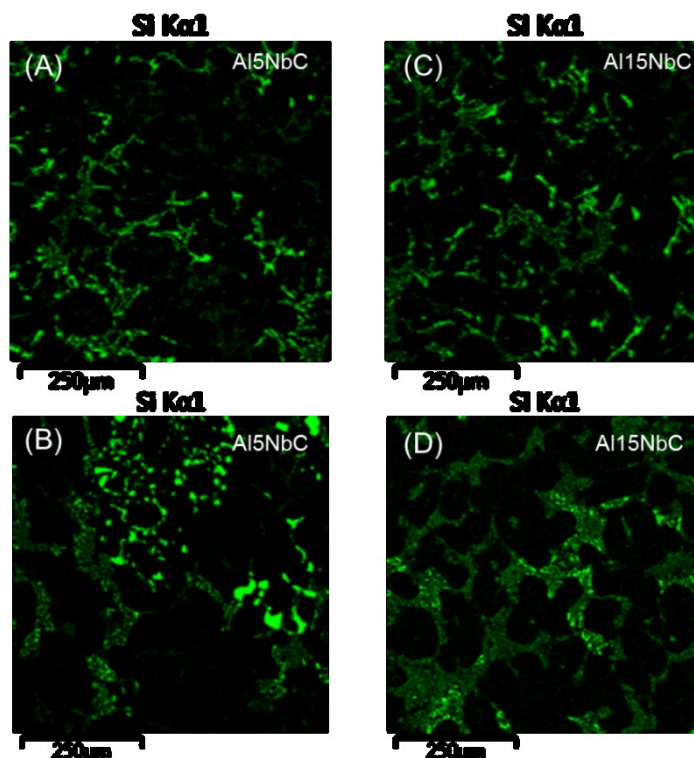
Figura 25 - Imagens de MEV elétrons retroespalhados mostrando a microestrutura dos materiais tixotomados com as diferentes quantidades de reforço todos com ampliação de 500x (A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC com mapas de EDS mostrando a distribuição do Nb



Fonte: Autoria própria (2022)

Na Figura 26 é possível visualizar a comparação do efeito da tixotomização na morfologia do Si presente na fase eutética, com as amostras de 5 % e 15 % de NbC.

Figura 26 - Imagens de EDS dos mapas de Si nas amostras Al5NbC fundida (A) e tixotomizada (B) e Al10NbC fundida (C) e tixotomizada (D)



Fonte: Autoria própria (2022)

Como se observa na Figura 26 as partículas de Si eutético nas amostras tixotomizadas apresentaram um arredondamento, quando comparadas com a condição fundida. Segundo Salleh; Omar e Alwahari (2016), que observaram o mesmo efeito na tixotomização de ligas A139, as partículas de Si arredondadas estão relacionadas com o processo de tixotomização. Além disso, as pequenas e finas partículas de Si estão relacionadas com o efeito do Fe durante a tixotomização. A as interfaces da fase Fe- β se nucleiam fase de alumínio primário Al- α , e o líquido ao redor são os locais para nucleação do eutético Al-Si em ligas hipoeutéticas. Esta situação aliada a aplicação da força de tixotomização favorece o refino do eutético Al-Si. Em razão do Al- α estar mais próximo na aplicação da força, é esperado que o fluxo entre as formações de Al- α mude da condição de laminar para turbulento, o que leva a mudar a morfologia das partículas de silício eutético de estrutura dendrítica para

estrutura arredondada. A explicação assim como um esquema detalhado deste processo pode ser encontrado no trabalho de Boostanie e Tahamtan (2010).

4.4 Análise comparativa da dureza dos compósitos antes e posteriormente ao emprego da tixoconformação

Com a finalidade de avaliar e compreender a mudança na dureza ocasionada pela inserção do NbC na liga A380 e suas alterações após o processo de tixoconformação realizou-se o ensaio de dureza Rockwell B. No Gráfico 9 é demonstrado a comparação de valores médios obtidos nas quatro amostras no estado como fundida e tixoconformada.

Com as amostras em estado fundido é perceptível um incremento nos valores de dureza à medida que a fração de do reforço de NbC foi elevada. A partir da amostra sem reforço, houve um aumento de 47 %, 55 % e 58 % respectivamente para as condições Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC.

Após a realização da tixoconformação constatou-se o aumento na dureza em todas as condições, quando comparada à condição sem aplicação do processo. Ao se comparar a amostra Al0NbC tixoconformada com as demais condições tixoconformadas Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC, observou-se um aumento na dureza de respectivamente 19 %, 32 % e 41%.

Este aumento observado no valor da dureza é relatado na literatura relacionada à materiais compósitos com inserção de carbonetos por diversos métodos de manufatura, como no trabalho de Kumar *et al.* (2019). Em que se produziu o compósito com a liga AA7075 reforçada com NbC por processamento por fricção agitação. Os autores relacionaram o mecanismo de Orowan e a relação de Hall-Petch como sendo as razões para o endurecimento do compósito.

Mazahery e Shabani (2012) também perceberam que o valor da dureza da liga A356, é menor em relação ao compósito formado com a inserção das nanopartículas de SiC. O autor menciona que este aumento pode ser atribuído ao fato de os reforços atuarem como barreira à movimentação das discordâncias. Relacionaram também que este aumento de dureza também pode estar relacionado com a redução no tamanho de grão obtido.

Em seu trabalho Sekar e Vasanthakumar (2020) produziram um compósito híbrido da liga Al6063 reforçada com SiC/ZrO₂ pela técnica *stir casting* e aplicaram

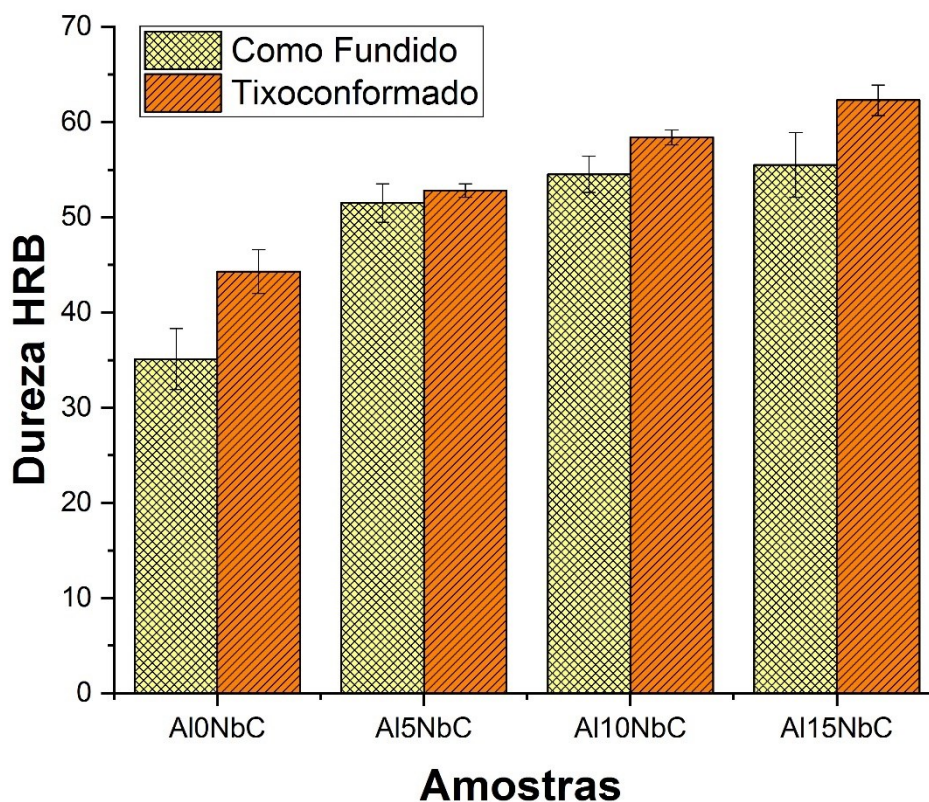
o processo de tixotrompção. Os resultados demonstraram que houve um aumento da dureza com o incremento na fração de reforços. Os autores também mostram que após o processo de tixotrompção houve um aumento do valor da dureza em todas as condições. Este resultado é muito próximo ao encontrado neste trabalho, em que a tixotrompção promoveu um pequeno aumento na dureza, apesar de estar dentro da faixa de desvio padrão em algumas amostras. Segundo os autores a explicação deste fato deve-se a redução de tamanho de grão, e a distribuição uniforme de partículas após o processo de tixotrompção que atuam como barreiras ao movimento das discordâncias.

O mesmo efeito de redução de tamanho de grão foi obtido neste trabalho, como mostrado na seção 4.2.3, aspecto que argumenta o aumento nos valores de dureza obtido após a inserção do NbC.

Srivastava e Chaudhari (2018) explicaram em seu trabalho que os mecanismos atuam em conjunto para o aumento da dureza. A redução do tamanho de grão é sustentada por meio da relação de Hall-Petch e o endurecimento pela inserção dos reforços como obstáculos no movimento das discordâncias. Ambos fatores aliados à uma uniforme distribuição das partículas são os principais mecanismos que atuam no aumento de dureza observado em compósitos.

Por outro lado, além do tamanho de grão e as partículas de reforço, a densidade e a porosidade demonstram ter um efeito na dureza do material compósito. Ao se comparar a porosidade, conforme vista na seção 4.3.1, nota-se que, a maior densidade e menor porosidade, obtidos na condição tixotrompçada, estão diretamente relacionados com os maiores valores médios de dureza. Akbar *et al.* (2020) ao avaliarem compósitos da liga Al6061 com diversos reforços, perceberam também uma relação entre a menor porosidade e aumento dos valores de dureza nos compósitos.

Gráfico 9 - Comparação dos valores de dureza Rockwell B dos compósitos antes e após o processo de tixoconformação



Fonte: Autoria própria (2022)

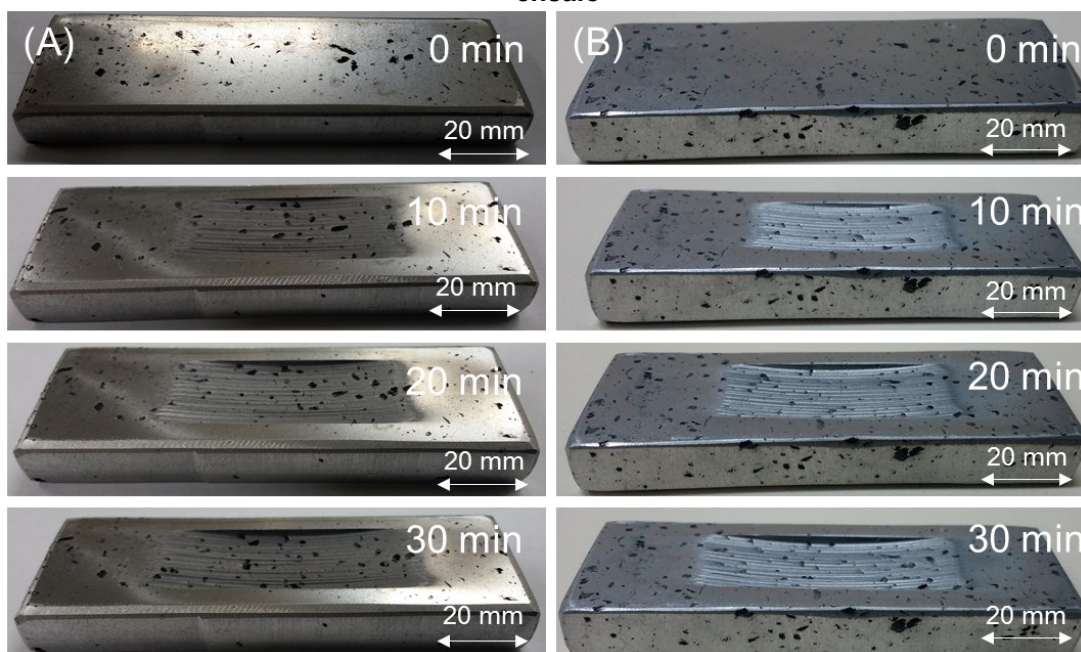
Contudo, ao se avaliar as amostras entre as condições como fundida e tixoconformada nota-se que a diferença não foi significativa na condição Al5NbC, com valores muito próximos também na condição Al10NbC. Os valores de desvio padrão da condição como fundida são maiores demonstrando uma maior diferença na microestrutura do material. Já quando se analisa a condição tixoconformada os valores de desvio padrão são menores. Estes valores de desvio reduzido demonstram uma maior homogeneidade entre as condições após o processo de tixoconformação. Apesar de na condição Al0NbC ser observada uma elevação nos valores da dureza além do desvio padrão, de forma geral devido ao grande desvio padrão das amostras fundidas, não é possível demonstrar uma diferença significativa e uniforme em relação a condição tixoconformada.

4.5 Ensaio de desgaste abrasivo

O ensaio de desgaste por abrasão foi realizado seguindo o procedimento “D” da norma ASTM G65 (2010). As amostras foram analisadas a cada 10 min até se completar o tempo total de ensaio de 30min, obtendo os valores de perda de massa e imagens nestes períodos.

Na Fotografia 5, são apresentadas imagens da superfície das amostras fundidas e tixoconformadas removidas do ensaio abrasivo, na condição inicial e após 10 min, 20 min e 30 min. Inicialmente é possível perceber nas amostras as marcações de pontos mais escuros, caracterizados como sendo os carbonetos, como na imagem (A) onde aparecem distribuídos por toda a amostra. Conforme se tem o prosseguimento do ensaio a marca feita pelo processo abrasivo fica cada vez mais nítida e maior, mostrando a maior perda de massa com o tempo.

Fotografia 5 - Evolução da marca provocada pelo ensaio de desgaste abrasivo na amostra Al15NbC fundida (A) e tixoconformada (B) nos tempos de 0 min, 10 min, 20 min e 30 min de ensaio



Fonte: Autoria própria (2022)

O Gráfico 10, apresenta a perda volumétrica de material das quatro condições de material, sendo com os tempos de 10 min, 20 min e 30 min no ensaio de desgaste abrasivo por roda de borracha. Foi encontrado como esperado, um aumento na perda de volume com o aumento no tempo de teste. Nota-se que nos

primeiros 10 min do teste todas as amostras na condição como fundida, independente da concentração de NbC não apresentaram perdas volumétricas com diferenças significativas entre elas. Já no caso das amostras tixoconformadas, uma pequena redução na condição Al15NbC é perceptível.

Neste período primário o desgaste abrasivo é caracterizado pelo processo de estabilidade, associado ao contato entre a roda de borracha, as partículas abrasivas e a superfície das amostras. Além disso, nesta etapa é destacado que as superfícies das amostras apresentaram um destacamento de reforço. A ocorrência deste fato pode estar relacionado a fragilização da molhabilidade dos aglomerados com a matriz, durante a usinagem, corte e preparação metalográfica (SOLTANI *et al.*, 2017). Nestas etapas a região central dos aglomerados, sem contato direto com a matriz, pode vir a apresentar uma menor molhabilidade e desta forma destacar-se, deixando vazios na amostra semelhantes a poros. Esta condição também foi observada nas análises metalográficas dos compósitos na condição fundida, em que a presença de vazios com resquícios de NbC foi perceptível por meio de análises de EDS.

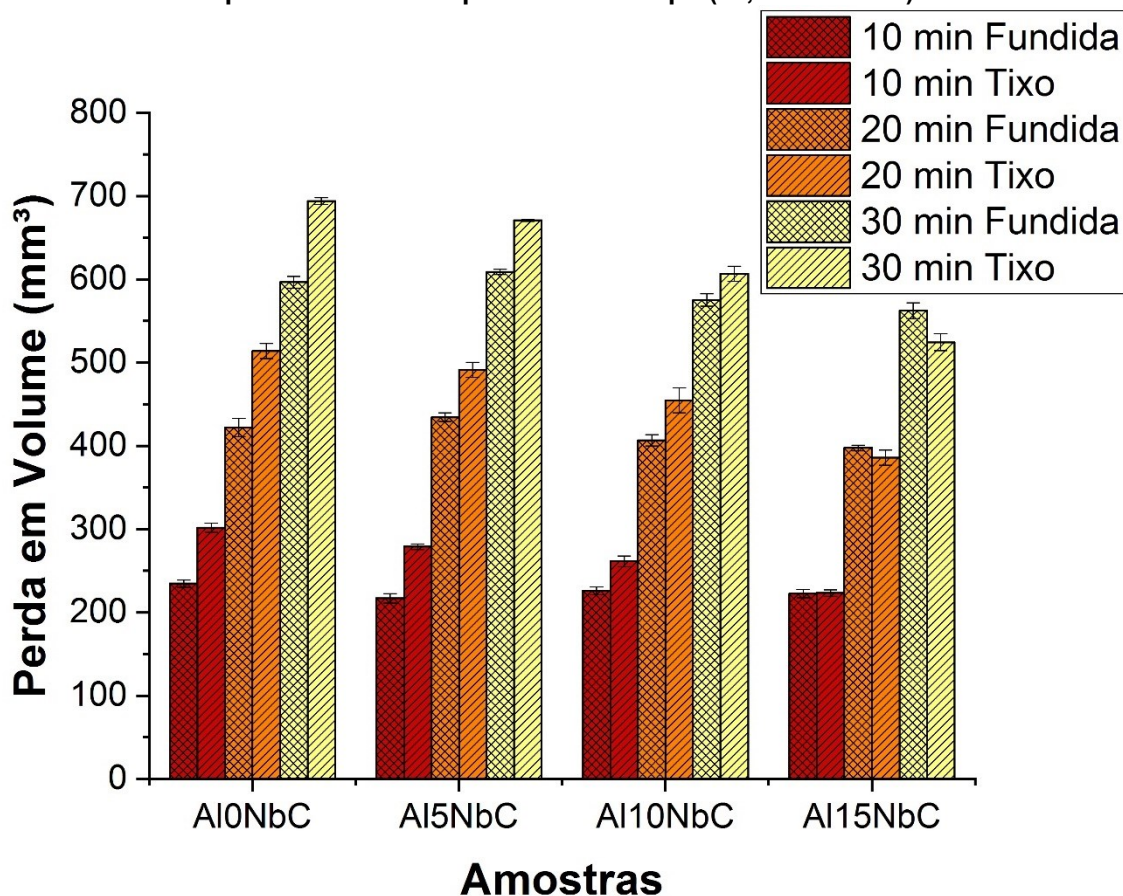
Com o aumento do tempo de desgaste para 20 min, em geral as amostras não reforçadas mostraram uma grande diferença na perda volumétrica em relação a condição com 15% de NbC na condição fundida. Com as amostras tixoconformadas houve um incremento desta diferença, porém, notou-se uma maior redução da perda volumétrica com o aumento das partículas de NbC. Contudo, nos tempos de 10 min e 20 min a amostra Al5NbC, fundida e tixoconformada não mostrou uma grande diferença na perda volumétrica em relação a amostra Al10NbC.

Na parte final do ensaio aos 30 min, verificou-se que entre as condições fundidas Al10NbC e Al15NbC, não foi perceptível uma redução significativa na perda volumétrica. Já com as mesmas frações de reforço nas amostras tixoconformadas é possível perceber uma redução da perda em volume.

Ao se comparar os compósitos como fundido e tixoconformado percebe-se um aumento na perda volumétrica de quase todas as condições. Contudo, um ponto destaca-se na amostras Al15NbC, onde o menor valor da perda volumétrica é encontrada na condição tixoconformada em relação a fundida. Em todas as outras amostras a condição tixoconformada apresentou maior perda. Estes resultados podem estar relacionados a fragmentação da fase dura e frágil Fe- β , após a tixoconformação. Sua formação inteirissa pode ter contribuído com o menor valor de perda volumétrica na condição fundida. Pois segundo Chotěborský *et al.* (2019)

grandes fases fortemente ligadas à matriz podem fraturar partículas abrasivas reduzindo assim o desgaste. Já no caso da condição tixoconformada Al15NbC a menor perda volumétrica pode estar relacionada com a maior quantidade de NbC e sua melhor distribuição, dificultando o processo de desgaste.

Gráfico 10 - Variação na perda volumétrica nas 4 condições (Al10NbC, Al15NbC, Al10NbC e Al15NbC) na condição como fundida e tixoconformada (tixo) testadas no ensaio de desgaste por abrasão nos 3 períodos de tempo (10, 20 e 30 min)



Fonte: Autoria própria (2022)

A influência da temperatura de processamento semissólido e a fração sólida no desgaste de compósitos de matriz de alumínio tixoconformado, tem sido estudadas. Jiang *et al.* (2018) produziu um compósito da liga Al7075 reforçada com SiC por meio do processo de agitação ultrassônica seguido do processo de tixoconformação, e avaliou a resistência ao desgaste. Seus resultados mostraram que a utilização de uma maior fração sólida, resulta em uma melhora na resistência ao desgaste. Segundo os autores a deformação plástica dos grãos sólidos é mais severa em baixas frações líquidas, o que permitiu a ocorrência de mais discordâncias nos grãos sólidos. Estas discordâncias podem ajudar na resistência ao desgaste. Os

melhores valores de resistência foram alcançados com uma fração sólida próxima a utilizada neste trabalho, salientando a importância da escolha de parâmetros do processo.

Apesar não ocorrer uma melhora uniforme na perda volumétrica após a tixoconformação, a condição Al15NbC após os 30 min concorda com os resultados obtidos na literatura. Saghafian *et al.* (2020) mostraram uma redução no desgaste alcançada após a aplicação do processo de tixoconformação do compósito Al com 20 % em massa de Mg₂Si. O autor ainda relata que a explicação para este processo pode ser atribuída a alguns fatores microestruturais como: formação da morfologia globular do Al- α , modificação do eutético de Si e das fases intermetálicas ricas em Fe.

Para entender a variação do desgaste ao longo do tempo realizou uma análise da taxa de desgaste. A Tabela 9 mostra uma comparação dos valores obtidos da taxa de desgaste de cada amostra ao longo de tempo de ensaio, e uma média como valor final de taxa de desgaste. Pode ser verificado que há uma redução na taxa de desgaste média com o aumento na concentração de NbC, e também no tempo. A redução na taxa de desgaste com o acréscimo no tempo de ensaio, está provavelmente ligada ao efeito explicado por Rakshat *et al.* (2020), onde o aumento na dureza superficial está relacionado com o aumento da taxa de deformação durante o teste. Este fato promove uma redução na área real de contato entre as superfícies, o que leva a uma redução na taxa de desgaste.

Por outro lado, foi observado que concomitante com o aumento na concentração de NbC, houve uma redução na taxa de desgaste e perda volumétrica. Este fato está diretamente relacionado com o incremento na dureza do compósito, apesar da ocorrência do desprendimento das partículas e seu efeito nos mecanismos de desgaste.

Em todas as amostras fundidas, no período inicial de teste (10 min), todas as taxas de desgaste são superiores a 21 mm³/min, reduzindo com o aumento de NbC. Por outro lado, com o aumento no tempo de teste a taxa de desgaste diminuiu para todas as concentrações de NbC. Após 30 min de teste a menor taxa de desgaste encontrada foi de 18,75 mm³/min na condição Al15NbC, mostrando a maior diferença (5,7 %) em relação a liga não reforçada. Além disso a condição com 15 % de reforço mostrou a menor taxa de desgaste média, com uma redução de 5,5 % em relação a amostra Al0NbC.

Já após os 10 min iniciais das amostras tixoconformadas, encontra-se uma taxa de desgaste $30,17 \text{ mm}^3/\text{min}$ na amostra Al0NbC, com uma redução de valores à medida que se aumenta a fração de NbC. Observando o valor de $22,34 \text{ mm}^3/\text{min}$ na condição Al15NbC, uma diferença de aproximadamente 35,05 %, taxas estas que ainda ficam acima dos respectivos valores da condição fundida. Em 20 min de ensaio um comportamento similar é encontrado nas amostras Al0NbC, Al5NbC e Al10NbC porém, na amostra Al15NbC a taxa de desgaste já é inferior a encontrada na situação como fundida. Ao final do ensaio em 30 min, as condições (Al0NbC, Al5NbC e Al10NbC) apresentaram um padrão semelhante aos 20 min, ou seja, uma redução na taxa de cada amostra, e os valores de suas respectivas taxas de desgaste da tixoconformação superior ao da situação como fundida. Contudo, a amostra Al15NbC apresentou uma redução ainda maior na taxa de desgaste em relação a condição fundida.

De forma geral a inserção das partículas de NbC promoveram uma redução nas taxas de desgaste. Na literatura há diversos trabalhos como os sintetizados na revisão de Kala; Mer e Kumar (2014), que mostram uma redução na perda volumétrica e na taxa de desgaste com a inserção de carbonetos como reforço na matriz de Al.

Diversos fatores são estudados como modificadores das taxas de desgaste. A quantidade e distribuição das partículas são alguns dos principais responsáveis. Porém, a resistência ao desgaste é amplamente afetada pela resistência da interface entre as partículas e a matriz. Desta maneira se as partículas estiverem bem aderidas à matriz, durante o processo abrasivo a matriz de Al no entorno será desgastada, e de forma geral a taxa de desgaste será controlada pela taxa de desgaste das partículas até que estas se desconectem (KORKUT, 2004). Entretanto, devido à complexidade dos mecanismos de desgaste, não estabeleceu-se uma relação geral entre os parâmetros encontrados no processo, fatores microestruturais e a resistência ao desgaste dos compósitos (ALPAS; ZHANG, 1992).

Portanto, em uma média a taxa de desgaste encontrada para as amostras tixoconformadas é superior a encontrada nas fundidas. Possivelmente este fato pode estar ligado com características microestruturais. Uma vez que, em uma relação com a dureza mostrada na secção 4.4, as amostras tixoconformadas tiveram um aument. não sendo possível determinar uma relação direta com o desgaste. Birol e Birol (2008) ao avaliarem propriedades de desgaste de ligas AlSiCuFe tixoconformadas, perceberam uma maior influência das propriedades microestruturais. Os autores

comentaram que, a partir do desempenho das ligas Al-Si tratadas termicamente e tixoconformadas o desgaste é governado principalmente pelo tamanho e distribuição das partículas grosseiras de Si, e que o impacto da dureza é apenas secundário.

Tabela 9 - Comparação da taxa de desgaste (mm^3/min) das quatro amostras ao longo dos tempos de ensaio com a média final na condição como fundida e tixoconformada

Amostra	Tempo (min)	Taxa de Desgaste (mm^3/min)	Taxa de Desgaste (mm^3/min)	Taxa de Desgaste (mm^3/min)	Taxa de Desgaste (mm^3/min)
		AlONbC	Al5NbC	Al10NbC	Al15NbC
Como Fundida	10	23,46	21,69	22,59	22,22
	20	21,10	21,72	20,33	19,87
	30	19,89	20,30	19,17	18,75
	Média	$21,48 \pm 1,82$	$21,23 \pm 0,81$	$20,70 \pm 1,74$	$20,29 \pm 1,78$
Tixoconformada	10	30,17	27,89	26,12	22,34
	20	25,70	24,56	22,73	19,28
	30	23,13	22,36	20,22	17,48
	Média	$26,34 \pm 3,56$	$24,94 \pm 2,79$	$23,02 \pm 2,96$	$19,70 \pm 2,45$

Fonte: Autoria própria (2022)

Para caracterizar os mecanismos que definem o processo de desgaste nos compósitos, realizou-se uma análise da superfície, por meio da técnica de perfilometria ótica. Na Figura 27 são mostrados os perfis tridimensionais e lineares de desgaste das amostras após o ensaio de desgaste abrasivo em roda de borracha. Nota-se a formação de picos e vales com a formação de ranhuras contínuas, e a presença de alguns buracos que aparecem com o aumento na fração de NbC. De forma geral nota-se um aumento das irregularidades presentes na superfície das amostras com o aumento da porcentagem de NbC. Uma uniformidade no perfil longitudinal da condição AlONbC, é perceptível. Já no caso da amostra Al15NbC uma grande diferença é observada, com uma desirregularidade dos perfis.

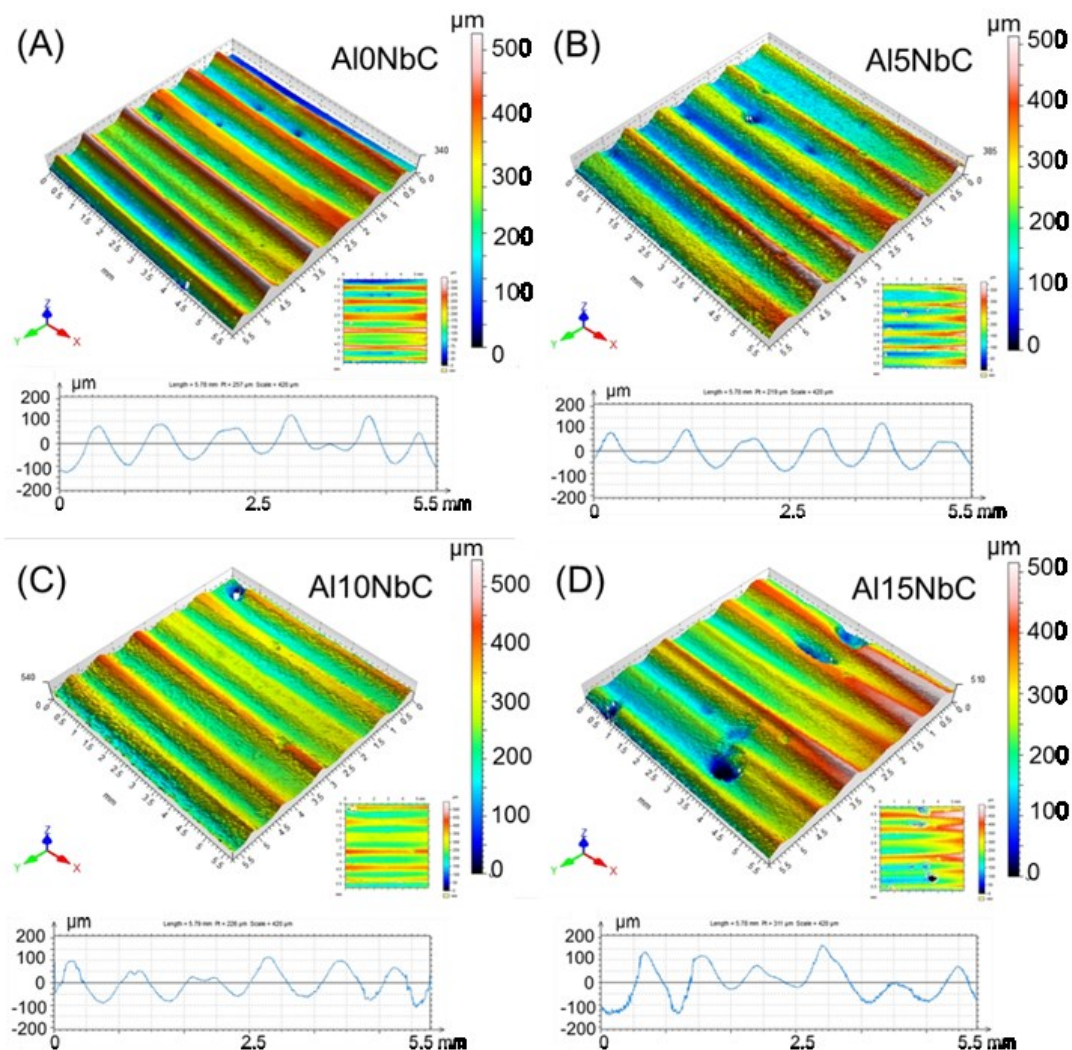
O perfil longitudinal de picos e vales pode ser visto de forma macroscópica nas amostras conforme é mostrado na Fotografia 5. Segundo Ribas (2019) a formação deste perfil está relacionado às partículas de areia que ao serem pressionadas contra uma superfície, provocam o escoamento do material abaixo dela formando cristas laterais. Estes vales formados na amostra tornam-se regiões mais suscetíveis ao desgaste pela acumulação de abrasivo assim como pelo acúmulo posterior de danos durante a realização do ensaio.

Na Figura 27, é possível observar os perfis longitudinais da superfície no eixo “Y”, realizados no centro a imagem. Percebe-se a formação de perfis mais irregulares à medida que a concentração de NbC aumenta, principalmente devido a formação de

buracos promovidos pelo desprendimento das partículas de reforço. Estas ocorrências observadas anteriormente são diferentes da condição AlONbC, onde suas dimensões são menores. Por não haver a presença dos carbonetos, sua origem está ligada com possíveis poros que se formaram, e tiveram um incremento em seu tamanho após o desgaste, pela concentração na retirada de material. Além disso uma irregularidade dos picos e vales é visível nas condições com NbC principalmente na condição Al15NbC. Nesta condição possivelmente este efeito deve-se a concentração de partículas que ao serem arrancadas, desprendem consigo um grande volume de material, fragilizando a superfície e aumentando o desgaste. Já em outras regiões com uma melhor distribuição das partículas de reforço, este fato estaria ligado a promoção de uma maior resistência ao desgaste e por consequência dificulta a perda de material. Pois segundo Chotěborský *et al.* (2019) a profundidade de indentação provocada pelas partículas abrasivas é reduzida por fases de reforço duras, e se a distância média livre entre elas for menor que o tamanho das partículas abrasivas.

No perfil da amostra Al15NbC mostrada na Figura 27 (D), percebe-se a formação de alguns buracos, causados principalmente pelo destacamento dos reforços. Nestas amostras também ocorrem na superfície a formação de micro cortes e micro ranhuras, devido à abrasão (KANTHAVEL; SUMESH; SARAVANAKUMAR, 2016).

Figura 27 - Perfil tridimensional de desgaste das amostras (A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC no estado como fundida após o ensaio de desgaste por abrasão em roda de borracha com perfil linear da superfície obtido na região central da amostra no eixo "Y"



Fonte: Autoria própria (2022)

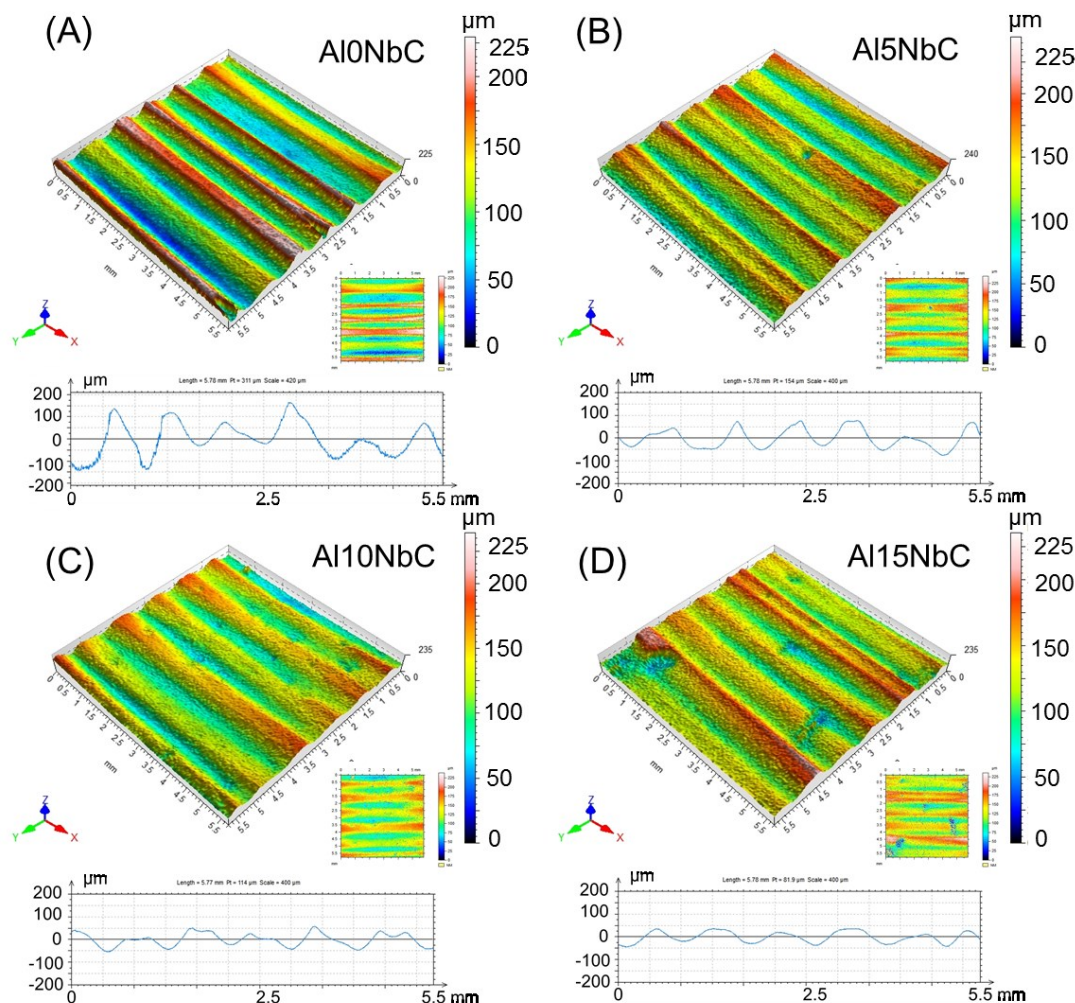
As análises de perfilometria ótica também foram realizadas após a realização do processo de desgaste abrasivo das amostras tixoconformadas.

Na Figura 28 são ilustrados os perfis tridimensionais das amostras tixoconformadas após o ensaio de desgaste abrasivo. Na visualização das superfícies é possível observar a presença de picos mais agudos e desuniformes na amostra Al0NbC. Esta informação pode ser comprovada por meio da observações dos perfis longitudinais no eixo "Y". A condição sem reforço apresenta picos acima de 150 μm , já com 15 % de NbC o perfil não apresenta variações acima de 50 μm . Com o aumento na fração de NbC nota-se que a superfície tende a ficar mais regular, assim como a profundidade das linhas de desgaste apresentam uma menor profundidade, so se observa os perfis longitudinais da superfície no eixo "Y". Este comportamento é

oposto ao observado na condição como fundida, onde com o aumento da porcentagem de partículas reforçantes tem-se uma maior irregularidade nas linhas. Fenômeno este que possivelmente está ligado ao efeito da melhor distribuição das partículas de NbC por meio do líquido deslocado na tixoconformação. Além disso, percebe-se uma redução da amplitude com um aumento da largura dos picos e vales das superfícies. Situações que podem estar relacionadas ao aumento da resistência ao desgaste nas amostras Al5NbC, Al10NbC e Al15NbC.

Conforme mostrado na seção 4.3.1, a tixoconformação promoveu alterações na densidade e porosidade do material, assim com também pode também ter atuado na distribuição e tamanho dos aglomerados de carbonetos. Uma vez que ao pressioná-los ocorre uma tendência de separação levando a uma dispersão das partículas. Fato que pode estar ligado aos resultados encontrados na verificação das superfícies desgastadas e suas taxas de desgaste, com o perfil longitudinal mostrando uma menor amplitude dos picos e vales.

Figura 28 - Perfil tridimensional de desgaste das amostras (A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC tixocoformadas e após o ensaio de desgaste por abrasão em roda de borracha com perfil linear da superfície obtido na região central da amostra no eixo "Y"



Fonte: Autoria própria (2022)

Com a finalidade de entender os mecanismos de desgaste presentes nas amostras após o processo de desgaste abrasivo, foi realizada análises da superfície por meio de MEV. Na Figura 29 observa-se imagens de MEV de elétrons secundários, onde as quatro condições de amostras estão representadas com as respectivas marcações dos prováveis mecanismos de desgaste envolvidos.

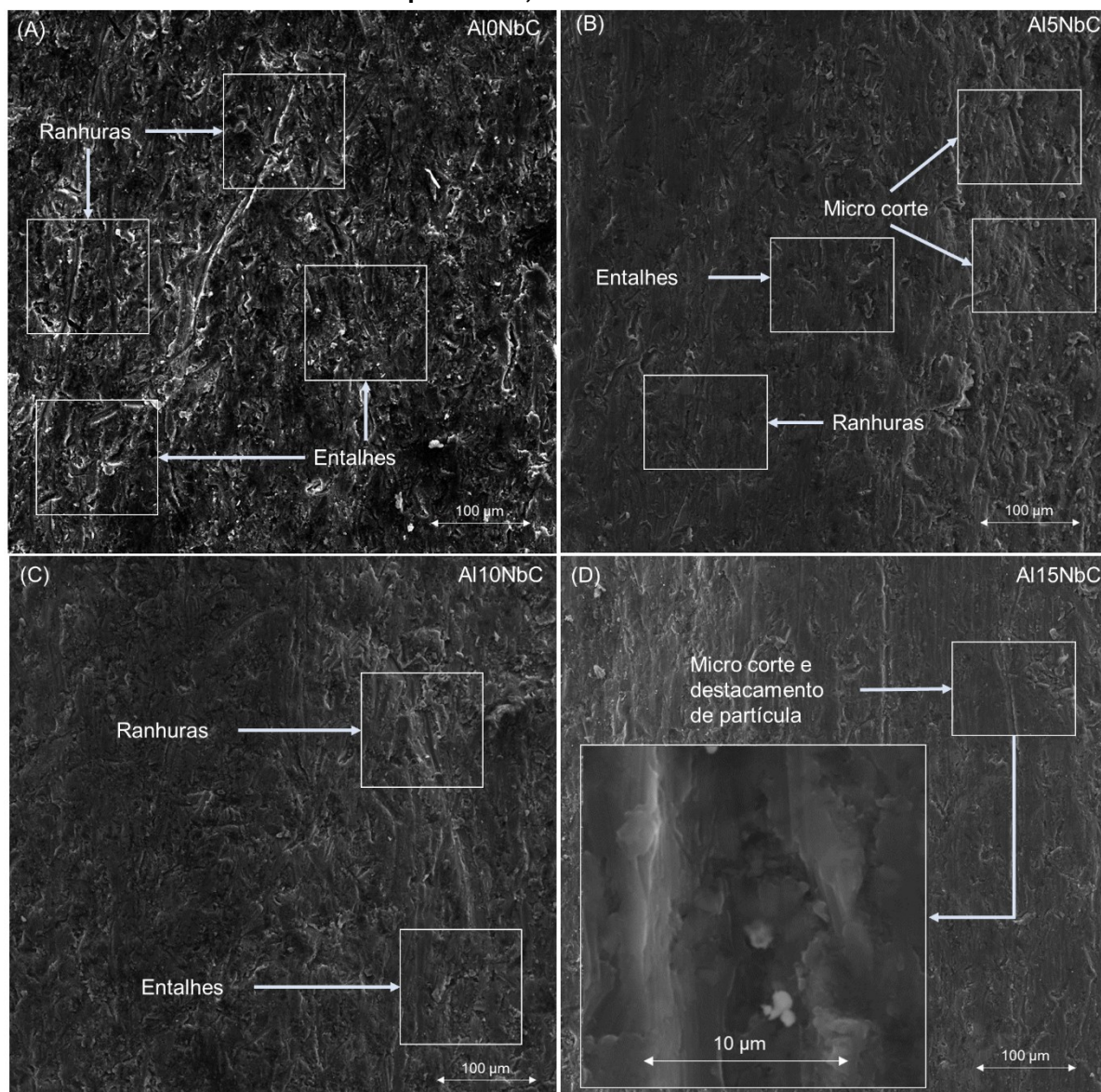
A amostra sem reforço apresentou marcas de ranhuras contínuas, provenientes da areia devido ao movimento contínuo da roda, que ao entrar em contato com a superfície dúctil provocou a tais formações. Também é perceptível a formação de diversos entalhes na superfície em regiões que as partículas do agente abrasivo foram pressionadas contra a matriz e sem provocar seu deslizamento, acarretaram nas diversas marcações visualizadas na Figura 29 (A). Já no caso da amostra Al5NbC, mostrada na Figura 29 (B), observa-se formação de micro cortes.

Causados pelo desprendimento das partículas de NbC, o que ao serem pressionadas e arrastadas provocam este mecanismo, conforme mostrado em detalhe na Figura 29 (D). Embora tenha se obtido um aumento na dureza a maior ocorrência deste efeito pode estar associado ao aumento de perda volumétrica encontrada no Gráfico 10.

Analisando-se a condição com 10 % e 15 % de reforço constatou-se uma considerável redução dos mecanismos de entalhe e ranhuras. A presença de micro cortes, é perceptível, mas em menor quantidade. Neste sentido, entende-se que a molhabilidade entre as partículas de NbC e o metal líquido, promovem uma importante influência no desgaste abrasivo, uma vez que atuam na melhora de adesão entre ambas e com isso na resistência do material. Entende-se desta forma que um material compósito com uma boa adesão das partículas favorece o conjunto, o que pode estar ligado a redução do desgaste. Resultados similares foram encontrados por Sivaprasad; Babu e Natarajan (2008). No trabalho dos autores com a adição de partículas de TiB_2 na liga A6063, foi constatada uma redução na tendência de entalhamento com aumento da fração de reforço. Em seu trabalho Radhika e Raghu (2017), ao estudaram a resistência ao desgaste abrasivo da matriz da liga LM13 reforçada com 10 % em massa de TiB_2 por meio de gradiente de concentração. Em suas análises os autores também perceberam que a região com a maior concentração de partículas apresentou a menor quantidade de entalhamento, assim como a região com menor fração de reforço exibiu uma maior quantidade de ranhuras contínuas.

Além disso, como verificado neste trabalho, outro fator que melhora a resistência ao desgaste abrasivo da condição Al15NbC foi a redução no tamanho de grão. Uma consequência do aumento dos núcleos de solidificação da inserção da liga refinadora Al-5Ti-1B e dos efeitos produzidos pelo processo de agitação.

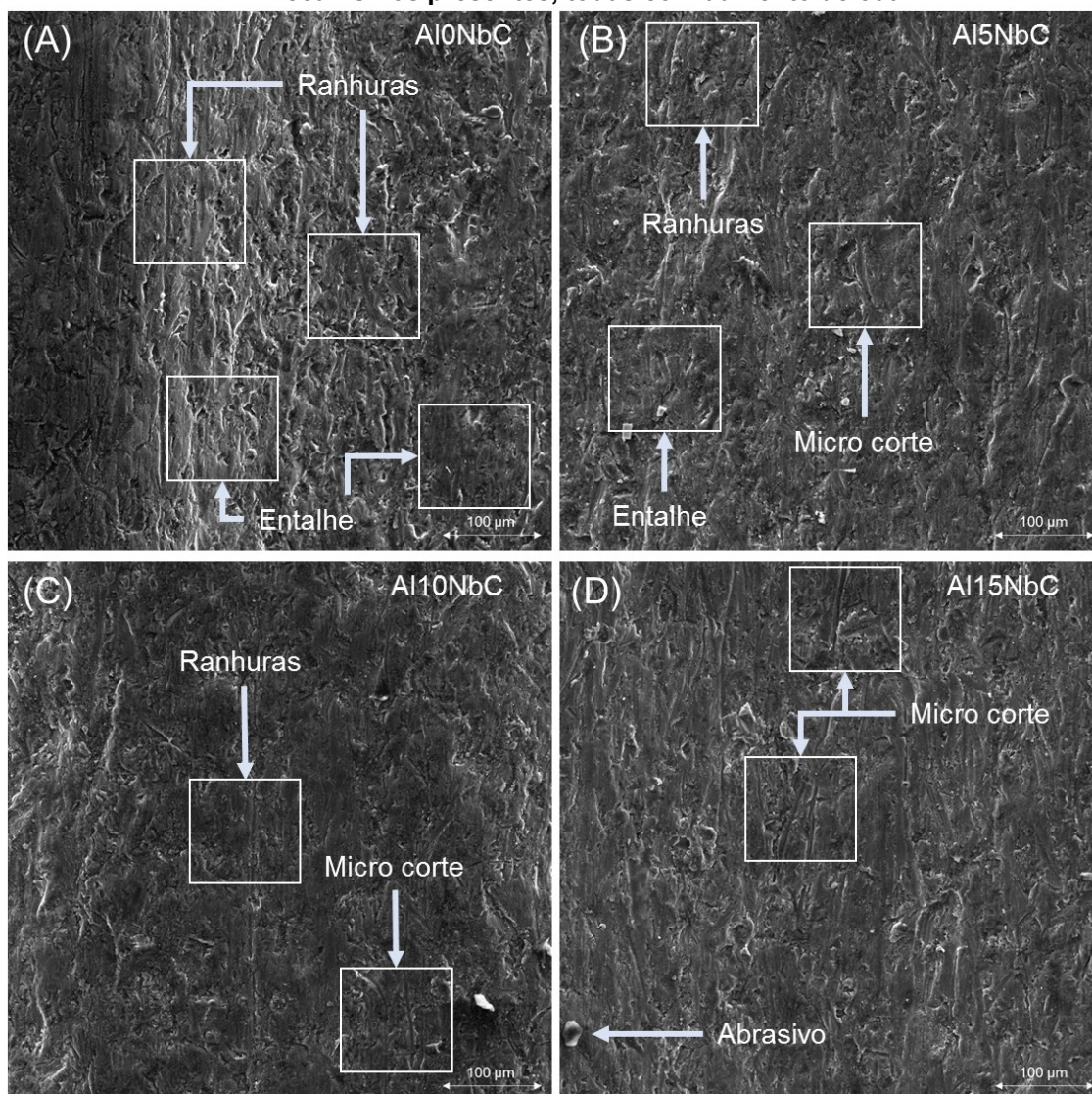
Figura 29 – Imagens de MEV elétrons secundários das quatro condições como fundido A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC após o processo de desgaste, avaliando os mecanismos presentes, todas com aumento de 500x



Fonte: Autoria própria (2022)

A fim de compreender também as alterações provocadas pela tixoconformação nos mecanismos de desgaste dos compósitos, na Figura 30 são ilustradas imagens de MEV da superfície desgastada das amostras tixoconformadas. Nestas imagens estão demarcadas as regiões e os prováveis mecanismos de desgaste envolvidos.

Figura 30 - Imagens de MEV elétrons secundários das quatro condições tixoconformadas A) Al0NbC (B) Al5NbC (C) Al10NbC (D) Al15NbC após o processo de desgaste, avaliando os mecanismos presentes, todas com aumento de 500x.



Fonte: Autoria própria (2022)

As superfícies desgastadas apresentaram morfologias e mecanismos semelhantes aos encontrados nas amostras fundidas. Uma deformação plástica do material está presente em todas as condições, devido a força exercida pela roda de borracha com as partículas abrasivas sobre os compósitos. Tais fenômenos marcaram as amostras gerando os mecanismos destacados, como entalhes e ranhuras contínuas. Uma redução destes mecanismos é observada com o aumento na fração de reforço, possivelmente ligado a maior resistência a deformação oferecida, devido ao endurecimento das amostras provocados pela inserção do NbC.

Nas amostras reforçadas com NbC, nota-se a presença de micro cortes. Este mecanismo ocorre devido ao destacamento de pequenas partículas de NbC, que ao

serem pressionadas cortam a matriz retirando material (KANTHAVEL; SUMESH; SARAVANAKUMAR, 2016). Além disso, percebe-se uma redução dos mecanismos de ranhuras e entalhes, conforme aumenta-se a fração de reforço. Relacionando com a dureza como avaliado na secção 4.4, verifica-se uma relação entre a dureza conforme tem-se a redução dos mecanismos de ranhuras e entalhes. Yadav *et al.* (2021) comenta que este aumento de dureza promove uma redução da penetração da partículas, reduzindo a área efetiva de ranhuras e entalhes.

Ao se analisar as imagens das amostras tixoconformadas por MEV presentes na Figura 30 e os perfis tridimensionais da Figura 28, percebeu-se que o aumento da fração de NbC, há uma redução na profundidade dos sulcos provocados pelo desgaste abrasivo. Neste sentido, Muthu e Rajesh (2016) observaram um comportamento similar, com o aumento da fração de Al₂O₃, demonstrando que a quantidade e profundidade dos sulcos de desgaste diminuíram. O autor ainda menciona que as partículas de Al₂O₃ suportam a pressão contra o material e reduzem o desgaste. De modo que possivelmente uma melhor distribuição das partículas de NbC está relacionada ao efeito observado.

Além destes fatores, as características microestruturais tem forte efeito no desempenho das ligas principalmente nos desgaste. Partículas das fases intermetálicas maiores reduzem a área de contato com a matriz, de forma que quanto maiores as partículas maior será a probabilidade de fissuras em razão de sua fragilidade. O tamanho pequeno e distribuição uniforme pela matriz promove uma melhor aderência entre elas e a matriz (ALHAWARI *et al.*, 2015). Desta maneira, conforme visto na secção 4.3.3, há uma quebra das formações aciculares da fase Fe-β, fato este que pode estar relacionado com a melhora na resistência ao desgaste das amostras tixoconformadas com maior fração de NbC.

As partículas cerâmicas de NbC se mostraram como um material promissor para ser utilizado como reforço em ligas de alumínio. A prerrogativa do Brasil possuir a maior reserva deste elemento, auxilia no desenvolvimento futuro de processos com sua utilização no aprimoramento das características mecânicas das ligas de Al-Si. Dentre os meios possíveis, a utilização do processo de *stir casting* na obtenção do compósito mostrou-se viável do ponto de vista de produção, pois a simplicidade e eficiência justificam sua utilização. Contudo, com base no processamento e testes preliminares a qualidade do compósito obtido revelou-se fortemente dependente da otimização dos parâmetros do processo.

As características apresentadas pelos compósitos fabricados revelaram que a inserção das partículas de NbC promoveram um incremento dos valores da dureza. Os mecanismos propostos como possíveis responsáveis por este aumento, são embasados em uma distribuição uniforme das partículas na matriz de alumínio. Em razão deste fato, percebeu-se a importância da eficiência do processo de fabricação.

O tratamento de globularização seguido da tixoconformação, possibilitou uma aparente melhoria na distribuição dos reforços de NbC, e ainda a fragmentação das estruturas frágeis dos intermetálicos Fe- β . Tais fatos indicaram que além das características já conhecidas do processamento em estado semissólido em ligas de alumínio, sua aplicação em compósitos revelou-se como uma técnica de grande potencial. Além das características microestruturais, nos ensaios de desgaste abrasivo a integridade do material mostrou-se relevante com os resultados obtidos, uma vez constatada a redução na taxa de desgaste e perda volumétrica com aumento da porcentagem de NbC.

A partir destas observações, salienta-se o grande potencial de utilização industrial de novos materiais compósitos, nas mais diversas aplicações. A utilização das partículas de NbC como reforços na liga de alumínio A380, por meio da técnica de *stir casting* constituiu-se eficaz na produção do compósito, o qual possui diversas outras características a serem avaliadas em estudos posteriores.

5 CONCLUSÕES

Em razão dos resultados obtidos e atendendo aos objetivos estabelecidos podem ser elaboradas as seguintes conclusões:

- Com a metodologia de fundição agitação *stir casting*, obteve-se a formação do compósito de matriz metálica, por meio da incorporação dos reforços de NbC na liga A380.
- A verificação do Mg presente junto ao NbC por meio da técnica de EDS, sugeriu sua atuação como agente umectante.
- Houve a formação de uma camada interfacial entre as partículas de NbC e a matriz de A380, majoritariamente constituída de Ti. A sua composição pode vir a indicar que suas formações em conjunto com a presença do NbC atuaram como um dos responsáveis pelo refino de grão observado. Entendeu-se que esta camada possivelmente esteve relacionada com a inibição da formação de reações interfaciais com a matriz de alumínio, possivelmente prejudiciais a aderência das partículas de NbC à matriz. Assim como
 - A densidade dos compósitos aumentaram com o incremento na fração de NbC. Assim como a determinação da densidade mostrou valores muito próximos aos esperados teoricamente.
 - A inserção e o aumento na fração de NbC, provocaram um aumento da porosidade na condição fundida.
 - A microestrutura fundida apresentou uma formação microestrutural constituída majoritariamente da fase Al- α , fases intermetálicas de Fe- β (Al₅FeSi), e Cu- θ (Al₂Cu) e uma morfologia fibrosa da fase eutética de Si proveniente da adição do modificador de Sr. Não foi verificado a presença da fase Fe- α (Al₁₅Si₂(Fe,Mn)₃).
 - A aplicação do processo de *stir casting*, em conjunto com os reforços de NbC e a liga refinadora Al-5Ti-1B, promoveram uma significativa redução do tamanho de grão. Com a adição de 10 % de NbC uma redução adicional de 62% foi obtida na condição fundida.
 - Os carbonetos de nióbio estiveram distribuídos principalmente nas regiões de fase eutética. A diferença de difusividade térmica entre o NbC e a matriz, pode ser avaliada como uma das razões da ocorrência do mecanismo de rejeição das partículas de NbC durante a solidificação.

- Os valores de DCS foram reduzidos com a inserção de 5 % de NbC. Porém, não apresentaram diferença significativa com a variação do percentual de NbC.
- Os valores do índice RQI e fator de forma indicaram que a inserção do NbC promoveu uma melhoria na estrutura semissólida do compósito. Com destaque para um aprimoramento de 31.7 % no RQI com a adição de 10 % de reforço.
- O tempo de retenção de 90s se mostrou eficaz na formulação das características de processamento semissólido.
- A execução da tixoconformação provocou uma fragmentação da fase Fe- β , observada em forma de acículas na condição fundida. Além de atuar na melhoria da distribuição do NbC ao longo da matriz.
- Após a tixoconformação todas as amostras, independente da fração de reforço, apresentaram uma redução nos valores de porosidade.
- A dureza da liga A380 não reforçada apresentou valor médio de 35.1 HRB na condição como fundida. Após a inserção de 10 % de NbC, a dureza aumentou em 55 % chegando a 54,5 HRB, muito próximo a condição com 15 % de reforço com 55,5 HRB. Após a tixoconformação um pequeno aumento foi perceptível, porém muito similar a condição fundida considerando a margem de erro nas condições com reforço.
- A inserção do NbC promoveu uma redução na perda volumétrica de material no teste de desgaste abrasivo à três corpos. A taxa de desgaste também foi reduzida em função do tempo de ensaio, e principalmente pela inserção do NbC.
- Após a tixonconformação um leve aumento da perda volumétrica e da taxa de desgaste foi perceptível, nas condições sem reforço, e com 5 % e 10 % de NbC. A amostra com 15 % de reforço contudo, mostrou uma redução média de 7 % na perda volumétrica.
- A análise da superfície desgastada mostrou uma maior concentração dos mecanismos de entalhe e ranhura na condição sem reforço. Com o aumento da fração de NbC uma redução destes mecanismos foi observada, porém notando-se a presença de micro cortes ocasionados pelo destacamento de partículas durante o ensaio
- A metodologia de obtenção do compósito foi efetiva na reprodutibilidade dos resultados. A partir do equipamento desenvolvido percebeu-se a simplicidade aliada ao bom resultado obtido com o uso da técnica da técnica de *stir casting*. A partir

da obtenção do material A380/Nbc, revelou-se a sua posterior tixoconformação como uma técnica eficaz no processamento de compósitos de matriz metálica reforçados por dispersão de partículas. De forma a obter-se um material com redução de defeitos e conciso.

- Assim a técnica de stir casting conjuntamente com o processamento do semissólido mostra possível obter peças com boas características. Desta forma, conclui-se que a condição com 10 % de NbC seria a mais apropriada para seu emprego na fabricação de produtos, baseado no favorecimento da redução no tamanho de grão, aumento significativo da dureza e resistência ao desgaste.

Durante a realização deste trabalho surgiram alguns aspectos que se mostraram interessantes para uma análise mais aprofundada. A seguir são elencadas algumas sugestões para trabalhos futuros:

- A nível de produção avaliar a utilização de materiais particulados do NbC com diferentes tamanhos, para averiguar sua influência nos parâmetros do material compósito.

- A nível de caracterização promover um estudo aprofundado na caracterização e entendimento da formação da camada rica em Ti, observada ao redor do NbC. Com o objetivo de possivelmente prevê-la e aprimorar suas consequências.

- Sobre as propriedades, analisar os efeitos da presença do NbC sob as condições tribológicas e de corrosão, visando a aplicação industrial do material.

- Na tixoconformação, realizar a determinação da alteração efetiva do NbC nas temperaturas de respectivas a fração sólida dos compósitos. Assim como a aplicação de diferentes frações sólidas no processamento, visando entender as condições aprimoradas em propriedades mecânicas.

REFERÊNCIAS

- ABDELSALAM, A. A.; *et al.* Study of microstructures characteristics of A356-Al₂O₃ composites produced by cooling slope and conventional stir cast. **International Journal of Current Engineering and Technology**, v. 5, n. 6, p. 3560–3571, 2015.
- ACAR, S.; ACICI, N.; GULER, K. A. Evaluation of the reheating behavior of the cooling slope cast A356 and A380 aluminum alloys. **Materials Research Express**, v. 6, n. 12, p. 1265c7, 2019.
- AKBAR, H. I.; *et al.* Effect of reinforcement material on properties of manufactured aluminum matrix composite using stir casting route. **Procedia Structural Integrity**, v. 27, p. 62–68, 2020.
- ALAGARSAMY, S. V.; RAVICHANDRAN, M. Synthesis, microstructure and properties of TiO₂ reinforced AA7075 matrix composites via stir casting route. **Materials Research Express**, v. 6, n. 8, p. 86519, 2019.
- ALHAWARI, K. S.; *et al.* Effect of thixoforming on the wear properties of al-si-cu aluminum alloy. **Jurnal Teknologi**, v. 79, n. 5–2, p. 83–87, 2017.
- ALHAWARI, K. S.; *et al.* Evaluation of the microstructure and dry sliding wear behaviour of thixoformed A319 aluminium alloy. **Materials and Design**, v. 76, p. 169–180, 2015.
- ALI, N. F. R.; *et al.* Effects of induction heating on thixoformed MWCNT-Al alloy composite. **Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 15, n. 1, p. 27–37, 2021.
- ALPAS, A. T.; ZHANG, J. Effect of SiC particulate reinforcement on the dry sliding wear of aluminium-silicon alloys (A356). **Wear**, v. 155, n. 1, p. 83–104, 1992.
- ANNIGERI, U. K.; KUMAR, G. B. V.; VEERESH KUMAR, G. B. Method of stir casting of Aluminum metal matrix Composites: A review. **Materials Today: Proceedings**, v. 4, n. 2, p. 1140–1146, 2017.
- ARUNKUMAR, S.; *et al.* A review on aluminium matrix composite with various reinforcement particles and their behaviour. **Materials Today: Proceedings**, v. 33, p. 484–490, 2020.
- ASTHANA, R.; TEWARI, S. N. The engulfment of foreign particles by a freezing interface. **Journal of Materials Science**, v. 28, n. 20, p. 5414–5425, 1993.
- ASTM. ASTM B85: **Standard Specification for Aluminum-Alloy Die Castings**. 2018. West Conshohocken, PA.
- ASTM. ASTM E18: **Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials**. 2016. West Conshohocken, PA.

ASTM. ASTM E112: **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. 2012. West Conshohocken, PA.

ASTM. ASTM G40: **Standard Terminology Relating to Wear and Erosion**. 2015. West Conshohocken, PA.

ASTM. ASTM G65: **Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand/Rubber Wheel Apparatus**. 2010. West Conshohocken, PA.

ATKINSON, H. V. Modelling the semisolid processing of metallic alloys. **Progress in Materials Science**, v. 50, n. 3, p. 341–412, 2005.

BAKER, H. **ASM handbook: alloy phase diagrams**. 10^o ed. Ohio: ASM International, 1992.

BALOG, M.; *et al.* Industrially fabricated in-situ Al-AlN metal matrix composites (part A): processing, thermal stability, and microstructure. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 883, p. 160858, 2021.

BARTOLUCCI, S. F.; *et al.* Graphene–aluminum nanocomposites. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 27, p. 7933–7937, 2011.

BIROL, Y.; BIROL, F. Wear properties of thixoformed AlSiCuFe alloys. **International Journal of Material Forming**, v. 1, p. 981–984, 2008.

BOOSTANI, A. F.; TAHAMTAN, S. Effect of a novel thixoforming process on the microstructure and fracture behavior of A356 aluminum alloy. **Materials and Design**, v. 31, n. 8, p. 3769–3776, 2010.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials science and engineering: an introduction**. 10. ed. Hoboken: Wiley (WileyPLUS Products), 2018.

CAO, H.; *et al.* Effect of flow state of pure aluminum and a380 alloy on porosity of high pressure die castings. **Materials**, v. 12, n. 24, p. 4219, 2019.

CHAK, V.; CHATTOPADHYAY, H.; DORA, T. L. A review on fabrication methods, reinforcements and mechanical properties of aluminum matrix composites. **Journal of manufacturing processes**, v. 56, p. 1059–1074, 2020.

CHATTOPADHYAY, A. K.; *et al.* Wettability and machinability study of pure aluminium towards uncoated and coated carbide cutting tool inserts. **Surface and Coatings Technology**, v. 203, n. 8, p. 941–951, 2009.

CHAWLA, K. K. **Composite materials science and engineering**. 3. ed. New York: Springer, 2012.

CHAWLA, N.; CHAWLA, K. K. **Metal matrix composites**. 1. ed. Cambridge: Springer, 2013.

CHEN, B.; ZHOU, X. Y.; ZHANG, B.; et al. Microstructure, tensile properties and deformation behaviors of aluminium metal matrix composites co-reinforced by ex-situ carbon nanotubes and in-situ alumina nanoparticles. **Materials Science and Engineering: A**, v. 795, p. 139930, 2020.

CHOTĚBORSKÝ, R.; et al. Effect of abrasive particle size on abrasive wear of hardfacing alloys. **Research in Agricultural Engineering**, v. 55, n. 2, p. 101–113, 2019.

CLYNE, T. W.; WHITERS, P. J. **An introduction to metal matrix**. 1. ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1995.

COOKSEY, C. J.; KONDIC, V.; WILCOOK, J. The Casting Fluidity of Some Foundry Alloys. **The British Foundryman**, v. 52, p. 381, 1959.

DAVIS, J. R. Alloying: Understanding the Basics. **Aluminum and Aluminum Alloys**. 1º ed, p.351–416, 2001. Russell: ASM International.

DUARTE, I. R. Minicurso: processamento de ligas alumínio silício fundidas minicurso. *In*: CONGRESSO DE INOVAÇÃO TECNOLÓGICA (SINTEC) FUNDIÇÃO. 2014. Joinville. **Anais [...]** Joinville, 2014.

EL-AZIZ, K. A.; et al. Development of Al–Mg–Si alloy performance by addition of grain refiner Al–5Ti–1B alloy. **Science Progress**, v. 104, n. 2, p. 00368504211029469, 2021.

ESKANDARI, H.; TAHERI, R.; KHODABAKHSHI, F. Friction-stir processing of an AA8026-TiB₂-Al₂O₃ hybrid nanocomposite: Microstructural developments and mechanical properties. **Materials Science and Engineering: A**, v. 660, p. 84–96, 2016.

FALAK, P.; NIROUMAND, B. Rheocasting of an Al–Si alloy. **Scripta Materialia**, v. 53, n. 1, p. 53–57, 2005.

FANG, L. **Development of as-cast high strength aluminum alloys with Ni and Sr addition**. 2018. 232 f. Tese (Doutorado), University of Windsor, Windsor 2018.

FAYOMI, J.; et al. Understanding the microstructural evolution, mechanical properties, and tribological behavior of AA8011-reinforced nano-Si₃N₄ for automobile application. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 111, n. 1–2, p. 53–62, 2020.

FERRARINI, C. F. **Microestrutura e propriedades mecânicas de ligas Al-Si hipoeutéticas conformadas por spray**. 2005. 108 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2005.

FERREIRA, J. P. G. **Estudo Microestrutural E Reológico Da Liga Reciclada De Alumínio A380 Modificada Pela Adição De Estrôncio**. 2017. 104 f. Dissertação

(Mestrado em Engenharia Mecânica) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2017.

FERREIRA, J. P. G.: *et al.* The Influence of Strontium on Microstructural and Rheological Behavior of the Semi-solid A380 Aluminum Alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 51, n. 12, p. 6421–6431, 2020.

FERREIRA, T. **Desenvolvimento de Camadas Ricas no Intermetálico α -Al_x(Fe,Mn,Cr,Cu)_ySi_z em ligas Al-Si por Solidificação Controlada**. 2016. 109 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2016.

FLEMINGS, M. C. **Materials science and engineering series: solidification processing**. 1. ed. New York: McGraw-Hill Companies, 1974.

FLEMINGS, M. C. Behavior of metal alloys in the semisolid state. **Metall Mater Trans A**, v. 22, p. 957–981, 1991.

FLEMINGS, M. C.; RIEK, R. G.; YOUNG, K. P. Rheocasting. **Materials Science and Engineering**, v. 25, n. C, p. 103–117, 1976.

FLYNN, J. H. Analysis of DSC results by integration. **Thermochimica Acta**, v. 217, p. 129–149, 1993.

GARG, P.; *et al.* Advance research progresses in aluminium matrix composites: manufacturing & applications. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 8, n. 5, p. 4924–4939, 2019.

IRIZALP, S. G.; SAKLAKOGLU, N. Effect of Fe-rich intermetallics on the microstructure and mechanical properties of thixoformed A380 aluminum alloy. **Engineering Science and Technology, an International Journal**, v. 17, n. 2, p. 58–62, 2014.

GHANDVAR, H.; *et al.* Microstructure development, mechanical and tribological properties of a semisolid A356/xSiCp composite. **Journal of Applied Research and Technology**, v. 15, n. 6, p. 533–544, 2017.

GOMES, M. A. **Caracterização mecânica e microestrutural de compósitos de matriz metálica Al/SiCp e Al/Al₂O₃p obtidos via interação por laminação acumulativa**. 2015. 102 f. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais) - Escola de Engenharia, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

GONZAGA, M. A. M.; PASSOS, T. A. DOS; GOMES, R. M. Caracterização de compósitos de alumínio reforçado com partículas quasicristalinas produzidos por stir casting/laminação. **Matéria**, v. 25, n. 2, 2020.

GOVENDER, G.; MÖLLER, H.; DAMM, O. F. R. A. Semisolid processes. **Comprehensive Materials Processing**, v. 5, p.109–134, 2014.

GREGOLIN, A.; FACCHINI, C. A.; ZOQUI, E. J. The use of ECAP in the microstructural conditioning of the 355 aluminum alloy for thixoforming. **Materials Research**, v. 23, n. 4, p. 20200133, 2020.

GUAN, R.-G.; TIE, • DI. A review on grain refinement of aluminum alloys: progresses, challenges and prospects. **Acta Metallurgica Sinica (English Letters)**, v. 30, n. 5, 2017.

GURSOY, O.; TIMELLI, G. Lanthanides: a focused review of eutectic modification in hypoeutectic Al–Si alloys. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 4, p. 8652–8666, 2020.

HADAD, M.; BABAZADE, A.; SAFARABADI, M. Investigation and comparison of the effect of graphene nanoplates and carbon nanotubes on the improvement of mechanical properties in the stir casting process of aluminum matrix nanocomposites. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 109, n. 9, p. 2535–2547, 2020.

HANIZAM, H.; SALLEH, M. S.; OMAR, M. Z.; SULONG, A. B.; ARIF, M. A. M. Effects of hybrid processing on microstructural and mechanical properties of thixoformed aluminum matrix composite. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 836, p. 155378, 2020.

HARICHANDRAN, R.; SELVAKUMAR, N. Effect of nano/micro B4C particles on the mechanical properties of aluminium metal matrix composites fabricated by ultrasonic cavitation-assisted solidification process. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, v. 16, n. 1, p. 147–158, 2016.

HASHIM, J.; LOONEY, L.; HASHMI, M. S. J. The wettability of SiC particles by molten aluminium alloy. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 119, n. 1–3, p. 324–328, 2001.

HEDAYATIAN, M.; *et al.* Microstructural and Mechanical Behavior of Al6061-Graphene Oxide Nanocomposites. **Metals and Materials International**, v. 26, n. 6, p. 1–13, 2019.

HERNANDEZ, F. C. R.; RAMÍREZ, J. M. H.; MACKAY, R. **Al-Si Alloys**: automotive, aeronautical, and aerospace applications. 1. ed. Cham: Springer, 2017.

HIRT, G. The thixotec research project. *In*: PROCEEDINGS INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SEMI-SOLID PROCESSING OF ALLOYS AND COMPOSITES. 6. 2000. Turin. **Anais[...]** 2000. Turin.

HU, Y.; *et al.* Microstructure evolution of semi-solid Mg₂Si/A356 composites during remelting process. **China Foundry**, v. 17, n. 5, p. 384–388, 2020.

HUANG, S.; *et al.* Effect of carbon content on the microstructure and mechanical properties of NbC-Ni based cermets. **Metals**, v. 8, n. 3, p. 178, 2018.

HUSAIN, N. H.; AHMAD, A. H.; RASHIDI, M. M. An overview of thixoforming process. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. **Anais...** . v. 257, p.12053, 2017. Kuantan: IOP Publishing.

JIANG, J.; *et al.* Tribological behavior of nano-sized SiCp/7075 composite parts formed by semisolid processing. **Metals**, v. 8, n. 3, p. 148, 2018.

KALA, H.; MER, K. K. S.; KUMAR, S. A review on mechanical and tribological behaviors of stir cast aluminum matrix composites. **Procedia Materials Science**, v. 6, p. 1951–1960, 2014.

KANNAN, C.; RAMANUJAM, R. Comparative study on the mechanical and microstructural characterisation of AA 7075 nano and hybrid nanocomposites produced by stir and squeeze casting. **Journal of Advanced Research**, v. 8, n. 4, p. 309–319, 2017.

KANTHAVEL, K.; SUMESH, K. R.; SARAVANAKUMAR, P. Study of tribological properties on Al/Al₂O₃/MoS₂ hybrid composite processed by powder metallurgy. **Alexandria Engineering Journal**, v. 55, n. 1, p. 13–17, 2016.

KARANTZALIS, A. E.; *et al.* Solidification behaviour of ceramic particle reinforced Al-alloy matrices. **Journal of Materials Science**, v. 45, n. 8, p. 2165–2173, 2010.

KASILINGAM, R.; NARAYANAN, R.; VIJAYRAM, T. R. A review on aluminium matrix hybrid composites by semisolid processing and its process parameters. **International Journal of Engineering and Techniques**, v. 2, n. 5, p. 116–124, 2016.

KAUFMAN, J. G.; ROOY, E. L. R. **Aluminum alloy castings: properties, processes, and applications**. 1. ed. Ohio: ASM, 2004.

KHALKHO, J. S.; CHEVURI, S. V.; DAGARAPU, B. K. Evaluation of microstructure and mechanical properties of TiO₂ reinforced aluminium composites developed through multi-step stir casting. **International Journal of Metalcasting**, p. 1–12, 2022.

KOLAHDOOZ, A. Investigation of the hardness improvement for Al-A380 alloy using the controlled atmosphere in the mechanical stirring casting method. *In*: PROCEEDINGS OF THE INSTITUTION OF MECHANICAL ENGINEERS, PART A: JOURNAL OF PROCESS MECHANICAL ENGINEERING. 2019. **Anais [...]**. v. 233, p.225–233, 2019.

KORKUT, M. H. Effect of particulate reinforcement on wear behaviour of aluminium matrix composites. **Materials Science and Technology**, v. 20, p. 73–81, 2004.

KUCHARIKOVÁ, L.; *et al.* The effect of the β -Al₅FeSi phases on microstructure, mechanical and fatigue properties in A356.0 cast alloys with higher Fe content without additional alloying of Mn. **Materials**, v. 14, n. 8, p. 1943, 2021.

KUMAR, A.; LAL, S.; KUMAR, S. Fabrication and characterization of A359/Al₂O₃ metal matrix composite using electromagnetic stir casting method. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 2, n. 3, p. 250–254, 2013

KUMAR, S. A.; *et al.* Production and investigation on mechanical properties of TiC reinforced Al7075 MMC. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, n. 9, p. 17924–17929, 2018.

KUMAR, S. D. D.; *et al.* Production of semi-solid feedstock of A356 alloy and A356-5TiB₂ in-situ composite by cooling slope casting. *In*: IOP CONFERENCE SERIES: MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING. **Anais [...]** v. 75, 2015.

KUMAR, S. D.; GHOSE, J.; MANDAL, A. Thixoforming of light-weight alloys and composites: an approach toward sustainable manufacturing. **Sustainable Engineering Products and Manufacturing Technologies**. p.25–43, 2019.

KUMAR, T. S.; *et al.* Characterization of NbC-reinforced AA7075 alloy composites produced using friction stir processing. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, v. 72, n. 6, p. 1593–1596, 2019.

KURZ, W.; FISCHER, D. **Fundamentals of solidification**. 4. ed. Lausanne: Trans Tech Publications, 1998.

LI, G.; *et al.* Semi-solid processing of aluminum and magnesium alloys: status, opportunity, and challenge in China. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 31, n. 11, p. 3255–3280, 2021.

LI, Q.; LEI, Y.; FU, H. Growth mechanism, distribution characteristics and reinforcing behavior of (Ti, Nb)C particle in laser clad Fe-based composite coating. **Applied Surface Science**, v. 316, p. 610–616, 2014.

LI, Y.; *et al.* Achievement in grain-refining hypoeutectic Al-Si alloys with Nb. **Scripta Materialia**, v. 160, p. 75–80, 2019.

LIANG, X.; *et al.* Effects of grain refiner on the microstructural evolution during making semi-solid slurry of the A357 alloy. **Solid State Phenomena**, v. 256, p. 88–93, 2016.

LIN, C.; *et al.* Microstructures and properties of v-modified a380 aluminum alloy produced by high pressure rheo-squeeze casting with compound field treatment. **Metals**, v. 11, n. 4, p. 587, 2021.

LONG, B. D.; *et al.* Comparison of two powder processing techniques on the properties of Cu-NbC composites. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2014, 2014.

LOURENÇATO, L. A. **Tixofornabilidade e tixoforjamento de ligas Al-xwt%Si0,5wt%Mg em prensa excêntrica com matriz aberta**. 2008. 156 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

MALAKI, M.; *et al.* Wettability in metal matrix composites. **Metals**, v. 11, n. 7, p. 1034, 2021.

MALAVAZI, J. **Caracterização microestrutural dos compostos intermetálicos e seu efeito no comportamento mecânico nas ligas de Al-9%Si com adições De Fe e Mn**. 2013. 94 f. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais) - Instituto De Pesquisas Energéticas E Nucleares Autarquia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

MANENTE, A.; TIMELLI, G. **Recent trends in processing and degradation of aluminium alloys**. London: IntechOpen, 2011.

MAZAHERY, A.; SHABANI, M. O. Characterization of cast A356 alloy reinforced with nano SiC composites. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 22, n. 2, p. 275–280, 2012.

MEHTA, V. R.; SUTARIA, M. P. Investigation on the effect of stirring process parameters on the dispersion of sic particles inside melting crucible. **Metals and Materials International**, v. 27, n. 8, p. 2989–3002, 2020.

MOHAMMED, M. N *et al.* Semisolid metal processing techniques for nondendritic feedstock production. **The Scientific World Journal**, v. 2013, p. 16, 2013.

MONIRI, S.; SHAHANI, A. J. Chemical modification of degenerate eutectics: a review of recent advances and current issues. **Materials Science**, v. 34, n. 1, p. 20–34, 2019.

MUTHU, P.; RAJESH, S. Dry sliding wear behaviour of aluminum/SiC/flyash hybrid metal matrix composites. **Journal of the Australian Ceramic Society**, v. 52, n. 1, p. 125–130, 2016.

NAFISI, S.; GHOMASHCHI, R. **Semi-solid processing of aluminum alloys**. 1. ed. Cham: Springer, 2016.

NAMI, H.; HALVAEE, A.; ADGI, H. Transient liquid phase diffusion bonding of Al/Mg₂Si metal matrix composite. **Materials & Design**, v. 32, n. 7, p. 3957–3965, 2011.

NASSAR, A. E.; NASSAR, E. E. Properties of aluminum matrix nano composites prepared by powder metallurgy processing. **Journal of King Saud University - Engineering Sciences**, v. 29, n. 3, p. 295–299, 2017.

NOGITA, K.; DAHLE, A. K. Eutectic solidification in hypoeutectic Al-Si alloys: electron backscatter diffraction analysis. **Materials Characterization**, v. 46, n. 4, p. 305–310, 2001.

OLIVEIRA, J. DE. **Caracterização fratógráfrica de compósito de matriz metálica submetido a ensaios de impacto, flexão e fadiga**. 2013. 145 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2013.

OZBEN, T.; KILICKAP, E.; ÇAKIR, O. Investigation of mechanical and machinability properties of SiC particle reinforced Al-MMC. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 198, n. 1–3, p. 220–225, 2008.

PAI, B. C.; *et al.* Role of magnesium in cast aluminium alloy matrix composites. **Journal of Materials Science**, v. 30, n. 8, p. 1903–1911, 1995.

PIO, L. Y.; *et al.* Grain refinement of LM6 Al-Si alloy sand castings to enhance mechanical properties. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 162–163, p. 435–441, 2005.

POLA, A.; *et al.* Rheological characterization of a new alloy for thixoforming. **Solid State Phenomena**. v. 141–143, p. 301–306, 2008.

PRASAI, D.; *et al.* Graphene: corrosion-inhibiting coating. **ACS Nano**, v. 6, n. 2, p. 1102–1108, 2012.

PRONI, C. T. W.; ZOQUI, E. J. The effect of heating rate on the microstructural breakdown required for thixoformability. **International Journal of Materials Research**, v. 108, n. 3, p. 228–236, 2017.

QIU, D.; *et al.* A mechanism for the poisoning effect of silicon on the grain refinement of Al-Si alloys. **Acta Materialia**, v. 55, n. 4, p. 1447–1456, 2007.

RADHIKA, N.; RAGHU, R. Synthesis of functionally graded aluminium composite and investigation on its abrasion wear behaviour. **Journal of engineering science & technology**, v. 12, n. 5, p. 1386–1398, 2017.

RAHMAN, A. A.; *et al.* investigation of mechanical & wear characteristics of t6 heat treated thixoformed aluminium alloy composite. **Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 14, n. 3, p. 1–14, 2020.

RAHMAN, M. H.; AL RASHED, H. M. M. Characterization of silicon carbide reinforced aluminum matrix composites. **Procedia Engineering**, v. 90, p. 103–109, 2014.

RAJ, R.; THAKUR, D. G. Influence of boron carbide content on the microstructure, tensile strength and fracture behavior of boron carbide reinforced aluminum metal matrix composites. **Materials Science & Engineering Technology**, v. 49, n. 9, p. 1068–1080, 2018.

RAJU, H. P.; REDDY, M. S. P. Effect of stirring speed and stirring time on distribution of nano Al₂O₃ particles in Al7075 metal matrix composite. **Asian Journal of Engineering and Applied Technology**, v. 8, n. 2, p. 86–89, 2019.

RAMANATHAN, A.; KRISHNAN, P. K.; MURALIRAJA, R. A review on the production of metal matrix composites through stir casting –Fdesign, properties, challenges, and research opportunities. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 42, p. 213–245, 2019.

RANIERI, K. **Processamento semissólido de liga hipoeutética Al - Si reforçada com Al₂O₃**. 2009. 136 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2009.

RAVI, K. R.; PILLAI, R. M.; AMARANATHAN, K. R.; PAI, B. C.; CHAKRABORTY, M. Fluidity of aluminum alloys and composites: A review. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 456, n. 1–2, p. 201–210, 2008.

RIBAS, M. T. **Influência da razão propano-oxigênio e do fluxo total de gases do processo HVOF na resistência ao desgaste de revestimentos Cr₃C₂- 25NiCr depositados pelo processo HVOF**, 2019. 143 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2019.

RIBEIRO, M. P. **Avaliação das propriedades mecânicas e resistência ao desgaste abrasivo de aço fundido de baixo carbono ligado ao Ni-Cr-Mo com adição de nióbio**, 2020. 101 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2020.

SADHASIVAM, R. M. S.; *et al.* A study on tribological behaviour and analysis of ZnO reinforced AA6061 matrix composites fabricated by stir casting route. **Industrial Lubrication and Tribology**, v. 73, n. 4, p. 642–651, 2021.

SAGHAFIAN, H.; *et al.* The wear behavior of a cast Al-20wt%Mg₂Si composite thixoformed via SIMA. **Iranian Journal of Materials Science and Engineering**, v. 17, n. 3, p. 59–69, 2020.

SALLEH, M. S.; OMAR, M. Z.; ALHAWARI, K. S.; *et al.* Microstructural evolution and mechanical properties of thixoformed A319 alloys containing variable amounts of magnesium. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)**, v. 26, n. 8, p. 2029–2042, 2016.

SALLEH, M. S.; *et al.* An Overview of Semisolid Processing of Aluminium Alloys. **ISRN Materials Science**, v. 2013, p. 679820, 2013.

SAMBATHKUMAR, M.; *et al.* Mechanical and corrosion behavior of Al7075 (hybrid) metal matrix composites by two step stir casting process. **Latin American Journal of Solids and Structures**, v. 14, n. 2, p. 243–255, 2017.

SEKAR, K.; VASANTHAKUMAR, P. Mechanical and tribological properties of Al6063 hybrid composites reinforced with SiC/ZrO₂ by stir casting and thixoforming process. **Materials Science Forum**. v. 979, p. 47–51, 2020.

SELVAM, J. D. R. R.; *et al.* matrix and reinforcement materials for metal matrix composites. **Encyclopedia of Materials: Composites**. 1^o ed, p.615–639, 2021.

SETHI, D.; *et al.* Synthesis and characterization of AA7075/TiB₂ aluminum matrix composite formed through stir casting method. **Materials Today: Proceedings**, v. 26, p. 1908–1913, 2020.

SHANKAR, B. L.; NAGARAJ, P. M.; ANIL, K. C. Optimization of Wear Behaviour of AA8011-Gr Composite using Taguchi Technique. **Materials Today: Proceedings**, v. 4, n. 10, p. 10739–10745, 2017.

SHIKIKA, A.; *et al.* A review on extractive metallurgy of tantalum and niobium. **Hydrometallurgy**, v. 198, p. 105496, 2020.

SIJO, M. T.; JAYADEVAN, K. R. Analysis of stir cast aluminium silicon carbide metal matrix composite: a comprehensive review. **Procedia Technology**, v. 24, p. 379–385, 2016.

SILVA, P. F. **Desgaste e fadiga térmica de ligas “aço matriz + NbC”**. 2006. 164 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

SINGH, S.; SINGH, R.; GILL, S. S. experimental investigations for development of aluminum mmc with hybrid reinforcement and vacuum molding. **Encyclopedia of Renewable and Sustainable Materials**. 1. Ed. P .301–311, 2020.

SINGH, A. K.; SONI, S.; RANA, R. S. A critical review on synthesis of aluminum metallic composites through stir casting: challenges and opportunities. **Advanced Engineering Materials**, v. 22, n. 10, p. 2000322, 2020.

SIVAPRASAD, K.; BABU, S. P. K.; NATARAJAN, S.; *et al.* Study on abrasive and erosive wear behaviour of Al 6063/TiB₂ in situ composites. **Materials Science and Engineering: A**, v. 498, n. 1, p. 495–500, 2008.

SOLTANI, S.; *et al.* Stir casting process for manufacture of Al–SiC composites. **Rare Metals**, v. 36, n. 7, p. 581–590, 2017.

SPENCER, D. B.; MEHRABIAN, R.; FLEMINGS, M. C. Rheological behavior of Sn-15 pct Pb in the crystallization range. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 3, n. 7, p. 1925–1932, 1972.

SRIVASTAVA, N.; CHAUDHARI, G. P. Microstructural evolution and mechanical behavior of ultrasonically synthesized Al6061-nano alumina composites. **Materials Science and Engineering A, Structural Materials: properties, microstructure and processing**, v. 724, p. 199–207, 2018.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. 4. ed. Oxônia: Butterworth-Heinemann, 2013.

- SURAPPA, M. K.; ROHATGI, P. K. Heat diffusivity criterion for the entrapment of particles by a moving solid-liquid interface. **Journal of Materials Science**, v. 16, n.2 p. 562-564. 1981.
- TAMILANBAN, T.; RAVIKUMAR, T. S. Influence of stirring speed on stir casting of SiC reinforced Al Mg Cu composite. **Materials Today: Proceedings**, v. 45, p. 5899–5902, 2021.
- TAYLOR, J. A. The effect of iron in Al-Si casting alloys. *In*: AUSTRALIAN FOUNDRY INSTITUTE NATIONAL CONFERENCE. 35., 2004, Adelaide. **Anais [...]** Adelaide, 2004, p.148–157.
- TERTULIANO, A. J. DE O. **Consolidação do carboneto de nióbio (NbC) e compósitos por Spark Plasma Sintering (SPS): caracterização microestrutural e mecânica**. 2021. 165 f. Tese (Doutorado em Ciências) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2021.
- THIRUPPATHI, K.; MOHAN, R. R.; KUMAR, S. Y.; et al. Experimental study on the effect of sintering cycle and reinforcement of 1% niobium carbide (NbC) in aluminium metal matrix composite (Al-MMC). **Materials Today: Proceedings**, v. 37, n. Part 2, p. 75–79, 2021.
- TOPTAN, F.; KILICARSLAN, A.; KERTI, I. The effect of Ti addition on the properties of Al-B₄C interface: a microstructural study. **Materials Science Forum**. v. 636–637, p.192–197, 2010.
- TORRES, L. V. Processamento de ligas metálicas no estado semissólido: fenômenos, características e vantagens de sua utilização. **Revista de Engenharia e Tecnologia**, v. 13, n. 2, p. 94–100, 2021.
- TORRES, L. V. **Tixoconformação de Novas Ligas Al-Si-Cu**. 2013. 226 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2013.
- TORRES, L. V.; ZOQUI, E. J. Comparação metalúrgica das ligas semissólidas Al₂Si_{2.5}Cu e Al₄Si_{2.5}Cu produzidas via processo de extrusão em canal angular. **Revista Materia**, v. 25, n. 2, p. 1–7, 2020.
- TRAVESSA, D. N.; SILVA, M. J.; CARDOSO, K. R. Niobium Carbide-Reinforced Al Matrix Composites Produced by High-Energy Ball Milling. **Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science**, v. 48, n. 3, p. 1754–1762, 2017.
- TULI, A. K.; *et al.* Analysis of microstructural, mechanical and thermal behaviour of thixocast LM25-10wt% SiC composite at different processing temperatures. **Sadhana - Academy Proceedings in Engineering Sciences**, v. 46, n. 4, p. 1–12, 2021.
- UMM-E-FARWA; *et al.* Synthesis, characterization and PVD assisted thin film fabrication of the nano-structured bimetallic Ni₃S₂/MnS₂ composite. **Surfaces and Interfaces**, v. 12, p. 190–195, 2018.

VIANA, M. F. **Investigações sobre processos de fabricação de compósitos de liga de Al reforçados com macro e micro partículas cerâmicas**. 2017. 227 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017.

VIEIRA, E. A. **Interações entre comportamento reológico e evolução microestrutural da liga Al-7Si0,3Mg no estado semi-sólido**. 2004. 103 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos – SP, 2004.

WANG, J. J.; *et al.* An innovative two-stage reheating process for wrought aluminum alloy during thixoforming. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 46, n. 9, p. 4191–4201, 2015.

WANG, J.; *et al.* Microstructural evolution and wear behaviors of NbC-reinforced Ti-based composite coating. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 107, n. 5, p. 2397–2407, 2020.

WILDE, G.; PEREPEZKO, J. H. Experimental study of particle incorporation during dendritic solidification. **Materials Science and Engineering A**, v. 283, n. 1–2, p. 25–37, 2000.

XU, J.; *et al.* Development of Al-Nb-B master alloy with high Nb/B ratio for grain refinement of hypoeutectic Al-Si cast alloys. **Journal of Materials Science**, v. 54, 2019.

YADAV, P. K.; *et al.* Effect of eutectic silicon and silicon carbide particles on high stress scratching wear of aluminium composite for various testing parameters. **Wear**, v. 482–483, p. 203921, 2021.

YU, Z.; *et al.* Effect of ball milling time on graphene nanosheets reinforced Al6063 composite fabricated by pressure infiltration method. **Carbon**, v. 141, p. 25–39, 2019.

ZHANG, Z.; CHEN, X. G.; CHARETTE, A. Particle distribution and interfacial reactions of Al-7%Si-10%B 4C die casting composite. **Journal of Materials Science**, v. 42, n. 17, p. 7354–7362, 2007.

ZHAO, N.; XU, Y.; FU, Y. Mechanical properties of one-step in situ synthesized NbC-Fe composite coating. **Surface and Coatings Technology**, v. 309, p. 1105–1110, 2017.

ZHAO, Z.; *et al.* An overview of graphene and its derivatives reinforced metal matrix composites: Preparation, properties and applications. **Carbon**, v. 170, p. 302–326, 2020.

ZHU, J.; *et al.* Microstructure and mechanical properties of SiCnp/Al6082 aluminum matrix composites prepared by squeeze casting combined with stir casting. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 283, p. 116699, 2020.

ZOQUI, E. J. Alloys for semisolid processing. **Comprehensive Materials Processing**. 1º ed, v. 5, p.163–190, 2014.

ZOQUI, E. J. **Obtenção e caracterização de ligas Al-Si refundidas**. 2001. 192 f. Tese (Livre Docência) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.

ZULFIA, A.; FAHMI, A.; WICAKSONO, A. H. A. H. Effect of Al₂O₃ addition on characteristics of Al-4Cu-4Mg composites produced by thixoforming process. **Materials Today: Proceedings**, v. 17, p. 1658–1667, 2019.

ZULFIA, A.; PUTRIANA, L. T. Effect of strontium on the microstructure and mechanical properties of aluminium adc12/nano-sic composite with al-5tib grain refiner by stir casting method. **Materials Research Express**, v. 6, n. 7, p. 74002, 2019.