UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

ERENILTON PEREIRA DA SILVA

**Fundição, Laminação e Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica de Ligas de
Magnésio com Adição de *Mischmetal***

São Carlos
2016

ERENILTON PEREIRA DA SILVA

**Fundição, Laminação e Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica de Ligas de
Magnésio com Adição de *Mischmetal***

Versão Final
Original na Unidade

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientador Prof. Dr. Haroldo Cavalcanti Pinto

**São Carlos
2016**

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Pereira da Silva, Erenilton

P434

Peref Fundição, Laminação e Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica de Ligas de Magnésio com Adição de Mishmetal / Erenilton Pereira da Silva; orientador Haroldo Cavalcanti Pinto. São Carlos, 2016.

Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento Caracterização e Aplicação de Materiais -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2016.

1. Magnésio. 2. Terras Raras. 3. Soldagem. 4. Fundição. 5. Laminação. 6. FSW. 7. ZK60. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Tecnólogo **ERENILTON PEREIRA DA SILVA.**

Título da tese: "Fundição, laminação e soldagem por fricção e mistura mecânica de ligas de magnésio com adição de mishmetal".

Data da defesa: 09/09/2016.

Comissão Julgadora:

Resultado:

Prof. Dr. **Haroldo Cavalcanti Pinto**
(Orientador)

(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Dr. **Guillermo Carlos Requena**

(Department of Metals and Hybrid Materials/Head-Alemanha)

APROVADO

Prof. Dr. **Daniel Rodrigo Leiva**

(Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

APROVADO

Prof. Dr. **Rodrigo Santiago Coelho**

(Faculdade de Tecnologia SENAI/Salvador)

APROVADO

Prof. Dr. **Omar Maluf**

(Faculdade de Tecnologia do Estado de São Paulo/FATEC-Sertãozinho)

APROVADO

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais:

Prof. Titular **Antonio José Felix de Carvalho**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:

Prof. Associado **Luis Fernando Costa Alberto**

**À minha mãe Nilza Marques da Silva e ao meu Pai José Pereira da Silva, com amor,
admiração e gratidão por terem me dado a vida, me incentivando a lutar pelos meus
objetivos e sempre procurar por novos sonhos.**

***Aos meus irmãos,
por todo apoio e carinho***

AGRADECIMENTOS

Ao meu Orientador Prof. Dr. Haroldo Cavalvanti Pinto, que nos anos de convivência, muito me ensinou, contribuindo para meu crescimento científico e intelectual.

Ao Prof. Guillermo Carlos Requena e ao Dr. Ulises Alfaro Mercado, pela atenção, apoio e orientação durante o período em Köln (Alemanha).

Aos alunos de iniciação científica Ricardo Henrique Buzolin, Ivan Feierabend, Larissa Fernandes Batista e Bruna Callegari e aos alunos de Pré-iniciação científica Bruna Vilela e André Zucolotto que contribuíram para o desenvolvimento desse projeto.

À Dra. Tamires de Souza Nossa e ao Prof. Omar Maluf por anos de amizade, companheirismo e apoio.

À Escola de Engenharia de São Carlos e ao departamento de Engenharia de Materiais, pela oportunidade de realização do curso de Doutorado.

Ao Deutschen Zentrums für Luft- und Raumfahrt (DLR) pela oportunidade de realização do doutorado sanduíche.

À Technische Universität Wien (TU Wien), Helmholtz-Zentrum Berlin (HZB), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) e ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM) por disponibilizar seus laboratórios para execução de parte desta pesquisa.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), pela concessão da bolsa de Doutorado e pelo apoio financeiro para a realização desta pesquisa.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de doutorado sanduíche no exterior.

Enfim, a todos que de forma direta ou indireta estiveram envolvidos na realização deste trabalho e na participação desta etapa da minha vida, os meus sinceros agradecimentos.

Muito obrigado a todos!

E guardemos a certeza pelas próprias dificuldades já superadas que não há mal que dure para sempre.

Chico Xavier

No meio da dificuldade encontra-se a oportunidade.

Albert Einstein

SILVA, E. P. Fundição, Laminação e Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica de Ligas de Magnésio com Adição de Mishmetal. 130p. Tese (Doutorado) –Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016.

RESUMO

A crescente escassez de recursos energéticos renováveis bem como o aumento contínuo dos seus custos, tem requerido uma redução drástica no consumo de energia utilizada para o transporte de cargas e passageiros nas últimas décadas. Uma alternativa é a redução de peso com a utilização de ligas leves em substituição às ligas convencionais utilizadas no setor de transporte. Nesse conceito o uso de ligas de magnésio é justificado pela sua baixa densidade. Dentre as ligas de magnésio, a matriz ASTM série ZK é a que apresenta maior resistência mecânica e a adição de elementos de terras raras (RE) elevam a resistência à corrosão, a temperatura de trabalho e o limite de escoamento, devido à formação de filmes de óxidos finos e densos, além de intermetálicos de alto ponto de fusão e de maior dureza. A formação de intermetálicos do tipo MgZn de baixo ponto de fusão, torna as ligas de matriz do tipo ZK susceptíveis à formação de trinca à quente durante a soldagem, inviabilizando o uso de processos de soldagem convencionais. Uma alternativa é a solda por fricção e mistura mecânica (SFMM) realizada abaixo da temperatura de fusão. Neste trabalho, foram produzidas ligas ZK60, ZK60-1,5RE (liga ZK60 com adição de 1,5 % em peso de mischmetal) por fundição convencional e ZK60-1,5RE tixofundidas com batimento mecânico no estado semissólido. Todas foram laminadas a quente em um laminador simétrico e soldadas por fricção e mistura mecânica. Os métodos de fundição e resfriamento apresentaram materiais isentos de defeitos e com homogeneidade química, além do batimento mecânico proporcionar uma microestrutura com grãos globulares homogêneos. A adição de mischmetal deu origem a uma microestrutura com granulometria aproximadamente 22 % menor. Quando comparado com o método de fundição, a liga fundida com batimento no estado semissólido apresentou uma diminuição no tamanho médio de grão de aproximadamente 26 %. A laminação deu origem a uma microestrutura parcialmente recristalizada, com tamanho médio de grãos entre 3 e 4 μm . A rede de intermetálicos foi quebrada, porém, manteve-se contínua para as ligas com adição de Mm. Quanto à resistência mecânica, a liga ZK60 foi superior, devido à menor quantidade e redes intermitentes de intermetálicos, uma vez que tanto para as ligas fundidas quanto para as laminadas, as trincas foram originadas nas regiões de aglomeração de intermetálicos. As ligas com adição de Mm apresentaram melhor estabilidade térmica durante a soldagem e melhor acabamento superficial, sendo possível a soldagem com rotação de 1200 rpm e velocidade de avanço de 400 mm/min enquanto a liga ZK60 só foi possível a soldagem com 200 mm/min. As análises das tensões residuais apresentaram valores e perfis semelhantes e seguem o fluxo de material, bem como a textura dos cordões de solda. Os mapas de microdureza na secção transversal do cordão de solda revelaram maior dureza nas zonas de mistura, e valores ainda maiores e mais homogêneos para liga ZK60, pode-se afirmar que os intermetálicos do tipo MgZn tem maior dureza que os do tipo MgZnRE.

Palavras-chave: Magnésio, Terras Raras, Soldagem, Fundição, Laminação, FSW, ZK60.

SILVA, E. P. Casting, Rolling and Friction Stir Welding in Magnesium alloys with Mischmetal Addition. . 2016. 130 f. Thesis (Doctorate) - São Carlos School of Engineering, University of São Paulo, São Carlos, 2016.

ABSTRACT

The growing scarcity of renewable energy resources, as well as the continued rise in costs has required in recent decades a dramatic reduction in energy used for transportation freight and passenger, which is increasing daily all over the world. An alternative is to weight reduction with the use of light alloys, this concept the use of magnesium alloys is justified by their low density, about 1/3 lower than that of aluminum. Among the magnesium alloy, the matrix is ZK type that has greater mechanical strength and the addition of rare earth elements (RE) to increase corrosion resistance, working temperature and yield strength due to the formation of thin films and density oxides, and intermetallic of the high melting point and higher hardness. The formation of intermetallic of the MgZn type, which has a low melting point, makes alloys with matrix of the ZK type susceptible to formation of hot crack during the welding, making impossible the use of conventional welding processes, an alternative is the friction stir welding (FSW) that the union is made below the melting point. This work shows the studies the addition of 1.5% wt. of mischmetal (Mm) in the ZK60 alloy and effects of the casting process with mechanical mixing in the semi-solid state. Were produced the alloys: ZK60, ZK60-1.5RE with conventional casting and ZK60-1.5RE Tixo with mechanical mixing in the semi-solid state, all were hot-rolled in a symmetrical laminator and welded with friction stir welding (FSW) process. The methods of casting and cooling gave resulted in materials free of defects and chemical homogeneity, and the mechanical mixing provides homogeneous microstructure with globular grains. The alloy with mischmetal addition had an average grain size of about 22% lower than ZK60 alloy, when compared to the casting method the ZK60-1.5RE Tixo alloy had an average grain size of about 26% lower than ZK60-1.5RE alloy. The rolling process gave rise to a partially recrystallized microstructure with average grain size of between 3.3 and 4.23 μm , the intermetallic network were broken, however, kept continuous for alloys with Mm addition. As for mechanical strength was higher for ZK60 alloy, due smaller amount and intermittent network of the intermetallic. The alloys with Mm addition had better thermal stability during welding and showed better surface quality, being possible to do a welding with rotation of 1200 rpm and advancing speed of 400 mm/min while the ZK60 alloy only was possible the welding with advancing speed of 200 mm/min. The analyzes of residual stresses had similar values and profiles and follow the flow of material as well as the texture of the weld beads. The micro hardness maps in the cross section of the weld bead showed a higher hardness in the mixing zones, and higher and more homogeneous values for ZK60 alloy, and can thus affirm that the intermetallic MgZn type has higher hardness than the MgZnRE type.

Keywords: Magnesium, Rare Earth, Welding, Casting, Rolling, FSW, ZK60.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Principais sistemas de deslizamento da célula unitária Hexagonal compacta (HC)[30].	34
Figura 2- Diagrama de fases do sistema Mg-Zn [33].	36
Figura 3- Diagrama de fases do sistema Mg-Zr [30].	37
Figura 4- Efeito da adição de Zr quanto ao tamanho de grão e microestrutura do Mg puro; a) Mg puro (Fratura), b) Mg Puro (Microestrutura), c) Mg com adição 0,7 % em peso de Zr (Fratura) e d) Mg com adição 0,7 % em peso de Zr (Microestrutura) [30].	38
Figura 5-Eschema da estrutura de subgrãos ao redor de uma partícula dura em material altamente deformado, mostrando a deformação acentuada ao redor da mesma [58].	43
Figura 6- Princípio do processo de soldagem por fricção e mistura mecânica[67].	44
Figura 7- Regiões micro estruturais de uma SFMM entre a liga AZ31 e a de Al AA6040, estudadas por EBSD [73][74].	46
Figura 8- Falha em painéis de Al sujeitos aos mesmos esforços; a) unidos por SFMM e b) unidos por rebites[70].	47
Figura 9 - Esquema da difração de Bragg	49
Figura 10 - Difratoograma esquemático de raios X: T = fonte de raios x; S = amostra; C = detector; O = o eixo ao redor do qual a amostra e o detector giram[84].	49
Figura 11 - Esquema difratômetro de 4 ciclos com a variável azimutal ϕ e o ângulo de inclinação ψ [85].	50
Figura 12 - Geometria da construção do vetor de difração ou direção de medição Q.	51
Figura 13 - Orientação do sistema de laboratório em relação ao sistema da amostra[86].	52
Figura 14 - Técnica $\sin 2\psi$ [86].	54
Figura 15 - Tipos de distribuição não linear [86].	56
Figura 16 – Definição da orientação g para um grão individual. KA é o sistema de coordenadas para um cristalito (ou grão), KB é o sistema de coordenadas da amostra ilustrado com as direções RD (direção de laminação), TD (direção transversal) e ND (direção normal).	57
Figura 17 – Anisotropia de monocristal e policristal [87].	57
Figura 18 – (a) projeção estereográfica. (b) Grades polares na qual são desenhadas as figuras de polo. (c) Parte da grade polar usada para figura de polo invertida de um material cubico[87].	58
Figura 19 – Geometria de difração nas medições de figuras de polo; a) em reflexão e b) em transmissão[87].	60
Figura 20 – a) Figura de polo medida com espaçamento de 5x5 na inclinação e rotação. Cada ponto é medido individualmente, por um ponto ou uma linha de detector. b) Imagem de difração de Mg extrudado em um detector de área. A figura de polo é coberta por uma linha de difração nesta imagem, por exemplo: (002) é marcado na imagem a) por uma linha preta[87].	60
Figura 21 – a) Formação de linhas de Kikuchi no MET. b) Padrões de ponto em MET-SCBED, padrões de Kossel-Möllenstedt no caso $2\alpha < 2\theta$ [87].	61
Figura 22- Representação esquemática do MEV no modo EBSD. a) Representação esquemática do arranjo interno do MEV para uso do EBSD, com o posicionamento da amostra inclinada 70° em relação ao feixe de elétrons e do detector de EBSD em frente da amostra; b) representação esquemática da difração de elétrons conforme lei de Bragg, mostrando como é formado as linhas de Kikuchi no MEV-EBSD.	63
Figura 23- TC esquemático [Tese Stefan].	64
Figura 24 – Imagem de radiográfica em uma amostra de ZK60 com 2,5% em peso de mischmetal comprimida [93].	65
Figura 25 – Reconstrução tridimensional- amostra de ZK60 com 2,5% em peso de mischmetal comprimida [93].	65
Figura 26- Imagens do forno resistivo usado para a fusão das ligas ZK60 e ZK60-RE.	68
Figura 27- Permanent Mould In direct Chill Casting (PMICC); a) imagem representativa do PMICC; b) imagem mostra o momento em que o cadinho contendo a liga de Mg é mergulhado de forma continua em água.	69
Figura 28- tomógrafo de dupla fonte calculada RayScan 250E	70

Figura 29- Imagens com equipamentos usados para laminação; a) Laminador de dois rolos; b) forno resistivo.....	71
Figura 30- Corpo de prova confeccionado para ensaios de tração. a) simulação em software e dimensionamento conforme norma ASTM E8M, b) CP pós-usinagem, c) CP com aplicação do lackspray e d) CP com preparação final e detalhando a superfície onde foram pulverizadas partículas de grafita.....	72
Figura 31- Posicionamento do corpo de prova (CP) e da câmera fotográfica durante ensaio de tração no equipamento Test.....	73
Figura 32- equipamento para soldagem por fricção e mistura mecânica - modelo RM1 - Manufacturing Technology, Inc, do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM).....	74
Figura 33-Imagem ilustrando a configuração das juntas, direção de soldagem e ferramenta, aplicadas nas soldas FSW das ligas estudadas.	75
Figura 34-Representação esquemática da ferramenta usada para a soldagem FSW das ligas estudadas.	75
Figura 35- Curvas Térmicas para as ligas: a) ZK60 e ZK60-1,5RE confeccionadas pelo método de fusão convencional e b) ZK60-1,5RE Tixo confeccionada por tixofundição.....	78
Figura 36- Curvas de resfriamento pelo método <i>Permanent Mould In direct Chill Casting</i> (PMICC); a) ZK60 e ZK60-1,5RE e b) ZK60-1,5RE Tixofundida.	78
Figura 37- Tarugos da liga ZK60-1,5 RE resfriado pelo método PMICC, a) tarugo depois de retirada do cadinho; b) tarugo após faceamento através de usinagem em torno convencional.....	79
Figura 38- Imagens de tomografia realizadas nos blocos como fundidos com intensidade máxima. ...	79
Figura 39- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) das ligas como fundidas: a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f) Zk60-1,5RE Tixo.	81
Figura 40- Mapeamento (IPFs <i>Mapping</i>) feito através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo de Difração de Elétrons Retro espalhados (EBSD) nas ligas como fundidas. a)ZK60, b)ZK60-1,5RE e c)ZK60-1,5RE Tixo.	82
Figura 41- Gráfico com as curvas de tensão <i>versus</i> deformação das ligas como fundidas, obtidas através de ensaios de tração com análise de deformação local, calculada pelo software ARAMIS.	83
Figura 42- Imagens da secção transversal dos corpos de prova de tração (calculadas através do software Aramis) com gradiente de cores representando a distribuição da deformação no ponto de resistência máxima para cada liga como fundida; a)ZK60; b)ZK60-1,5RE d c) ZK60-1,5RE Tixo.....	84
Figura 43- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) da secção transversal dos corpos de prova fraturados no ensaio de tração: a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f)Zk60-1,5RE Tixo, todas ligas como fundidas.	85
Figura 44- Imagens fractográficas obtidas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo SE, das ligas como fundidas. a-b) ZK60; c-d) ZK60-1,5RE e e-f) ZK60-1,5RE Tixo.....	86
Figura 45- Imagens da vista transversal da liga ZK60;1,5RE Tixo com sequencial de passes durante laminação, obtidas através de MEV no modo SE; a) sem deformação; b) 5º passe, redução de ~11,9%; c) 10º passe, redução de ~ 22,4%; d) 15º passe, redução de ~31,6%; e) 20ºpasse, redução de ~39,7%; f) 25º passe, redução de ~46,9%; g)29º passe, redução de ~52%; h)30º passe, redução de ~59,2% e i) 31º passe, redução de ~65,3%.....	91
Figura 46-Chapas das ligas estudadas após laminação com variáveis padronizadas.	92
Figura 47- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) das ligas laminadas: a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1.5RE e e)-f) Zk60-1.5RE Tixo.	93
Figura 48- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura no modulo de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) e processadas pelo Software CHANNEL 5, das ligas laminadas; a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f) ZK60-1,5RE Tixo. As imagens a), c) e e) são mapas de pole figura invertida (IPF) e b), d) e f) são mapas de Desorientação local (Kernel).	95
Figura 49- Representação esquemática da orientação geométrica das células unitárias (HC) de magnésio na microestrutura das chapas laminadas.....	96
Figura 50- Figuras de polo calculadas para a liga ZK60: a) Figura de polo para a família de planos {0002}; b) Figura de pólo para a família de planos {1011}; c) Figura de pólo para a família de planos {1010}; d) Figura de pólo para a família de planos {1120}.	97

Figura 51- Figuras de polo calculadas para a liga ZK60-1,5RE: a) Figura de polo para a família de planos {0002}; b) Figura de pólo para a família de planos {1011}; c) Figura de pólo para a família de planos {1010}; d) Figura de pólo para a família de planos {{1120}}.	97
Figura 52- Figuras de polo calculadas para a liga ZK60-1,5RE-Tixo: a) Figura de polo para a família de planos {0002}; b) Figura de pólo para a família de planos {1011}; c) Figura de pólo para a família de planos {1010}; d) Figura de pólo para a família de planos {1120}.	98
Figura 53- Figuras de polo das famílias de planos {0002}, {1120}, {1010} e {1011}, obtidas através de análise por MEV no modo EBSD e calculadas no software CHANNEL 5. a) ZK60, b)ZK60-1,5RE e c)ZK60-1,5RE Tixo.	99
Figura 54- Gráfico com as curvas de tensão <i>versus</i> deformação das ligas laminadas, obtidas através de ensaios de tração com análise de deformação local, calculada pelo software ARAMIS.	100
Figura 55- Imagens da secção transversal dos corpos de prova de tração, calculadas através do software Aramis, com gradiente de cores representando a distribuição de deformação no ponto de resistência máxima para cada liga laminada; a) ZK60; b)ZK60-1,5RE d c) ZK60-1,5RE Tixo.	101
Figura 56- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) da secção transversal dos corpos de prova fraturados no ensaio de tração: a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f)Zk60-1,5RE Tixo, todas laminadas.	102
Figura 57- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) da superfície de fratura das ligas laminadas; a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f)Zk60-1,5RE Tixo.	103
Figura 58- Gráficos com parâmetros das soldas SFMM nas juntas de topo das ligas como fundidas. O gráfico a) mostra o Torque e o gráfico b) mostra o aporte térmico para as juntas soldadas com avanço de 400 mm/min, rotação da ferramenta de 1200 rpm e força de 15 KN.	105
Figura 59- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60 como fundida. a) Metal Base (MB), b) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.	106
Figura 60- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60 como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	107
Figura 61- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona de mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60 como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	107
Figura 62- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60 como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	108
Figura 63- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60-1,5RE como fundida. a) Metal Base (BM), b) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.	109
Figura 64- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	110
Figura 65- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona de mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60-1,5RE como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	110
Figura 66- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção	

transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	111
Figura 67- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60-1,5RE Tixo como fundida. a) Metal Base (BM), b) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.	112
Figura 68- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	113
Figura 69- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona de Mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	113
Figura 70- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	114
Figura 71- Tensão residual feita através do método Sen2Psi por difração de Raios-X(DRX). a) picos de Magnésio (103), (112) e (201) usados para avaliação da tensão residual e b) gráfico com os valores de tensão residual para as três ligas como fundidas.	115
Figura 72-Mapeamento de micro dureza Vickers (HV0,3) realizada na secção transversal da junta de topo das ligas como fundida, soldada por SFMM. a) ZK60, b) ZK60-1,5RE e c)ZK60-1,5RE Tixo.	116
Figura 73- Gráfico com as curvas de tensão por deformação das juntas de topo das ligas como fundidas soldadas por SFMM.	117
Figura 74- Secção transversal das juntas de topo das ligas como fundidas e soldadas por SFMM, com a distribuição de deformação no ponto de resistência máxima calculada com o software Aramis e representada em gradiente de cores. a) ZK60; b)ZK60-1,5RE e c)ZK60-1,5RE Tixo.	118
Figura 75- Gráficos com parâmetros das soldas SFMM nas juntas de topo das ligas laminadas. O gráfico a) mostra o Torque e o b) mostra o aporte térmico para as juntas soldadas com rotação da ferramenta de 1200 rpm, força de 15 KN e avanço de 200 mm/min para a liga ZK60 e 400 mm/min para as ligas com adição de Mn(ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo).	119
Figura 76- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60 laminada. a) Metal Base (BM), b) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.	120
Figura 77- Análise por MEV no modo (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60 laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) direção transversal na horizontal (TD).	121
Figura 78- Análise por MEV no modo (EBSD) da secção transversal da Zona de Mistura (ZM) na junta de topo da liga ZK60 laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	121
Figura 79- Análise por MEV no modo (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60 laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	122
Figura 80- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60-1,5RE laminada. a) Metal Base(BM), b) Zona Termomecânicamente	

afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecanicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.....	123
Figura 81- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).....	124
Figura 82- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona de Mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60-1,5RE laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).....	124
Figura 83- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	125
Figura 84- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60-1,5RE Tixo laminada. a) Metal Base(BM), b) Zona Termomecanicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecanicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.....	125
Figura 85- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	126
Figura 86- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona de Mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo laminada. a) e b) mapas de figuras de polo invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).	127
Figura 87- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo laminada. a) e b) mapas de figuras de polo invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).....	127
Figura 88- Tensão residual feita através do método Sen2Psi por difração de Raio-X(DRX). a) picos de Magnésio (103),(112) e (201) usados para avaliação da tensão residual e b) gráfico com os valores de tensão residual para as três ligas laminadas.	128
Figura 89- Mapeamento de microdureza Vickers (HV 0,3) realizada na secção transversal da junta de topo das ligas laminadas, soldadas por SFMM. a) ZK60, b) ZK60-1,5RE e c)ZK60-1,5RE Tixo.	129
Figura 90- Gráfico com as curvas de tensão x deformação das juntas de topo das ligas laminadas soldadas por SFMM.	130
Figura 91- Secção transversal das juntas de topo das ligas laminadas e soldadas por SFMM, com a distribuição de deformação no ponto de resistência máxima calculada com o software Aramis e representada em gradiente de cores. a) ZK60; b)ZK60-1,5RE e c)ZK60-1,5RE Tixo.	131

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Concentração em peso de Magnésio em diferentes matérias primas	31
Tabela 2 - Comparação entre os processos de Redução Eletrolítico e térmico[30].	32
Tabela 3- Propriedades físicas do magnésio puro (99,9% em peso[30]).....	33
Tabela 4- Propriedades cristalinas e solubilização máxima dos elementos de liga no Magnésio[30]. ..	35
Tabela 5 – Parâmetros de rede para o Mg e Zr[33].....	37
Tabela 6- Valores de fração de intermetálicos e tamanho de grãos para as ligas como fundidas.	83
Tabela 7- Valores de tensões e deformação para as ligas como fundidas, obtidos através de ensaio de tração com análise de deformação local, calculados pelo software ARAMIS.	83
Tabela 8- Configurações de temperaturas e taxas de redução para laminação, onde A: ZK60; B: ZK60-1,5RE e C: ZK60-1,5RE-Tixo.	91
Tabela 9- Fração de intermetálicos, recristalização e tamanho de grãos das ligas laminadas.....	96
Tabela 10- Valores de tensões e deformação para as ligas laminadas, obtidos através de ensaio de tração com análise de deformação local, calculados pelo software ARAMIS.	100
Tabela 11- Valores de tensões e deformação para as juntas de topo das ligas como fundidas soldadas por SFMM, obtidos através de ensaio de tração com análise de deformação local, calculados pelo software ARAMIS.	117
Tabela 12- Valores de tensões e deformação para as juntas de topo das ligas laminadas soldadas por SFMM, obtidos através de ensaio de tração com análise de deformação local, calculados pelo software ARAMIS.	130

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AISI - American Iron and Steel Institute

ASTM - American Society for Testing and Materials

AT - Aporte Térmico

BSE – Backscatter Electrons

Ce - Cério

CFC – Cubica de Face centrada

CNPEN - Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais

CP – Corpo de Prova

Cr – Cromo

cv – Potência em Cavalo

DLR - Deutsche Zentrum für Luft- und Raumfahrt e. V.

DRX – Difração de Raios-X

EBSD – Electrons Backscatter Diffraction

EESC – Escola de Engenharia de São Carlos

FAPESP - Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo

Fe – Ferro

FSW – Friction Stir Welding

HAGBs – High Angle Grain Boundaries

HB – Hardness Brinell

HC – Hexagonal Compacta

HV - microdureza Vickers

Hz – Hertz

IPFs – Inverse Pole Figures

Kg – Quilograma

KV – Quilo volts

l – Litro

La - Lantânio

LAGBs – Low Angle Grain Boundaries

MB – Metal Base

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

MIG – Metal inert gas

mm – Milímetro

Mm - Mischmetal
MPa – Mega Pascal
Ms – milisegundos
Nd - Neodímio
ND – Normal Direction
OPS – Oxide Polishing Suspensions
PMICC – permanent mould in direct chill casting
Pr - Praseodímio
RD – Rolling Direction
RE - Rare Earth
Rpm - Rotações por minuto
SAE – Society of Automotive Engineers
SE – Secondary Electrons
SFMM – Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica
Si – Silício
SiC – Carbetto de Silício
SMM – Departamento de Engenharia de Materiais
Sn – Estanho
T - torque
TD – Transversal Derection
TIG – Tungsten inert gas
TR – Tensão residual
TU Wien - Technische Universität Wien
TWI – The Welding Institute
USP Universidade de São Paulo
WD – Weld Direction
ZM – Zona de Mistura
ZM – Zona de mistura
ZTA – Zona Termicamente Afetada
ZTMA – Zona Termomecanicamente Afetada
Mm – Mischmetal

LISTA DE SÍMBOLOS

mm – Milímetro
g – Grama
nm – Nanômetros
MJ – Megajoule
T - Torque
 cm^3 – Centímetro cubico
MWh - Megawatt-hora
 $^{\circ}\text{C}$ – Graus Celsius
US\$ - Dólar Americano
% - por cento
 θ – Theta
 β – Beta
 π – Pi
v - velocidade de avanço
 ω - velocidade de rotação
 α – Alfa
 μm – Mícron
 σ – Sigma

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO.....	27
1.1 - CONSIDERAÇÕES INICIAIS	27
1.2 - OBJETIVOS	29
1.3 - ESTRUTURA DA TESE	30
CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	31
2.1 - MAGNÉSIO.....	31
<u>2.1.1 - Aspectos Históricos e Propriedades</u>	31
2.2 - INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE ELEMENTOS DE LIGA	34
<u>2.2.1 - Zinco</u>	35
<u>2.2.2 - Zircônio</u>	36
<u>2.2.3 - Terras Raras (Mischmetal)</u>	38
2.3 - FUNDIÇÃO	39
<u>2.3.1 - Fundição sob Pressão</u>	39
2.4 - LAMINAÇÃO DE LIGAS DE Mg	41
2.5 - SOLDAGEM	43
2.5.1 - Soldagem do Magnésio	43
2.5.2 - Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica (Friction Stir Welding)	44
2.6 - DIFRAÇÃO DE RAIOS – X.....	48
2.6.1 - Análise da tensão residual por DRX - Método $\sin^2\psi$	51
2.6.2 - Textura Cristalográfica	56
2.6.2.1 - Medição de Textura em Laboratórios.....	59
2.6.2.1.1 - Difração de Raios-X.....	59
2.6.2.1.2 - Difração de Elétrons	61
2.7 - TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA (TC)	63
2.7.1 - Reconstrução de dados	64
CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS	67
3.1 - MATERIAIS	67
3.2 - FUNDIÇÃO	67
3.3 - MACRO TOMOGRAFIA	69
3.4 - ANÁLISES MICROESTRUTURAIS	70
3.5 - LAMINAÇÃO.....	70
3.6 - MACRO E MICROTEXTURA	71
3.7 - PROPRIEDADES MECÂNICAS	72
<u>3.7.1 - Ensaio De Tração</u>	72
<u>3.7.2 - Mapeamento De Microdureza</u>	73
<u>3.7.3 - Tensão Residual</u>	73
3.8 - SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA (FRICTION STIR WELDING- FSW)	74
CAPÍTULO 4 - LIGAS COMO FUNDIDAS	77
4.1 - INTRODUÇÃO.....	77
4.2 - FUNDIÇÃO	77
4.3 - ANÁLISES MICROESTRUTURAIS	80
4.4 - PROPRIEDADES MECÂNICAS	83
<u>4.4.1 - Ensaio De Tração</u>	83
CAPÍTULO 5 - LAMINADOS.....	89
5.1 - INTRODUÇÃO.....	89
5.2 - LAMINAÇÃO.....	90
5.3 - ANÁLISES MICROESTRUTURAIS	92
5.4 - TEXTURA.....	96
<u>5.4.1 - Análise De Macrotxtura Por Difração De Raios-X</u>	96
<u>5.4.2 - Análise De Microtextura Por Difração De Elétrons Retroespalhados (EBSD)</u>	98

5.5 - PROPRIEDADES MECÂNICAS	99
<u>5.5.1 - Ensaio De Tração</u>	99
CAPÍTULO 6 - SOLDAGENS	105
6.1 - SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA (SFMM) DAS LIGAS COMO FUNDIDAS.....	105
<u>6.1.1- Caracterização Microestrutural Das Juntas Soldadas</u>	106
<u>6.1.2 - Propriedades Mecânicas</u>	114
6.1.2.1- Tensão Residual.....	114
6.1.2.2- Mapeamento de Microdureza.....	115
6.1.2.3- Ensaio de Tração com análise de deformação local e instantânea	116
6.2 - SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA (SFMM) DAS LIGAS LAMINADAS.	118
<u>6.2.1 - Caracterização Microestrutural Das Juntas Soldadas</u>	119
<u>6.2.2 - Propriedades Mecânicas</u>	128
6.2.2.1- Tensão Residual.....	128
6.2.2.2- Mapeamento de Microdureza.....	128
6.2.2.3- Ensaio de Tração com análise de deformação local e instantânea	130
CAPÍTULO 7 – CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	133
7.1 - CONCLUSÕES	133
7.2 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	137
CAPÍTULO 8 – REFERÊNCIAS	139

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

1.1 - CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A crescente escassez dos recursos energéticos renováveis, bem como o contínuo aumento dos seus custos, tem requerido nas últimas décadas uma redução drástica no consumo de energia utilizada para o transporte de cargas e passageiros, o qual está aumentando diariamente em todo o mundo, em função do crescimento da economia mundial. Como consequência, os meios de transporte emitiram 36 % mais gases causadores do efeito estufa em 2000 do que em 1990 [1].

Motivado por estes fatores, as empresas do setor de transporte estão preferindo materiais leves [2][3]. O objetivo principal é a maximização da relação potência/peso dos veículos de transporte, o que conduz à significativa redução dos custos operacionais da frota pelo aumento da carga paga (*pay load*). Dentro deste contexto, uma demanda atual por materiais a base de magnésio (Mg) é justificada devido a sua baixa densidade (1/3 mais leve que o alumínio), a sua fácil usinabilidade e boa resistência mecânica específica, se comparado aos demais metais puros, aliados ainda a um elevado potencial de reciclagem [4]-[9][10]. Além disso, a sua utilização em escala industrial depende somente de aplicações economicamente justificáveis, visto que as suas reservas naturais podem ser consideradas como quase inesgotáveis. O Mg é o segundo elemento mais abundante nas águas do mar depois do sódio, e o quarto mais abundante no planeta, seguindo o ferro, o oxigênio e o silício [4],[11]-[13].

A produção mundial de Mg sofreu grandes modificações nos últimos 15 anos, com a migração de 90 % da capacidade mundial instalada para a China. No entanto, o Brasil permanece como um dos quatro países no mundo que dispõe de um produtor nacional de Mg competitivo, o Grupo RIMA Industrial, com capacidade de atender às necessidades de demanda por este metal, sem depender de importações da China [14].

Entretanto, o Mg ainda é um material pouco conhecido pelos engenheiros de materiais e processos no Brasil. O resultado da escassez de estudos e dados sobre fabricação, processamento e propriedades de estruturas à base de Mg, leva a aplicação dos commodities mais conhecidos, como aço, ferro fundido, alumínio (Al) e polímeros, os materiais de preferência na construção de veículos de transporte.

Assim, o consumo médio de Mg na indústria automobilística brasileira tem sido de apenas 2,74 Kg/veículo, contra uma média mundial de 4,40 Kg/veículo [14]. Visto que a indústria automotiva no Brasil produziu mais de 3 milhões de veículos em 2008 e tem,

portanto, se consolidado como um dos 5 maiores produtores mundiais, o crescimento do uso do Mg em veículos automotores é emergente e estratégico para a economia nacional.

Na indústria aeronáutica, o Mg foi amplamente utilizado nas décadas de 1950 a 1970 em aeronaves comerciais (Boeing 707, 727, 737 e 747) e militares, bem como em motores de helicópteros e em estruturas de projéteis e satélites. O seu uso decresceu significativamente depois da segunda guerra mundial, por causa de problemas reais de corrosão [10]. No entanto, as novas políticas ecológicas e econômicas têm motivado o desenvolvimento de grandes projetos a nível mundial, visando uma redescoberta do Mg para aplicações em estruturas aeronáuticas mais leves. Exemplos são os projetos FP6 AEROMAG e FP6 Mag Forming financiados pela União Europeia e que reúnem diversas empresas e instituições de pesquisa, com o objetivo de desenvolver e processar ligas com propriedades mecânicas superiores às das ligas de Al aeronáuticas, séries 5000 e 2000 [5][6]. Tendo em vista que a EMBRAER é a quarta produtora mundial de aeronaves comerciais, a pesquisa e o desenvolvimento de ligas de Mg surgem como pré-requisito para a modernização da indústria aeronáutica brasileira e a sua adequação às novas tendências internacionais.

Com exceção dos aços de alta resistência e baixa liga [3], o Mg apresenta importantes vantagens, se comparado às demais alternativas existentes para a construção de veículos de transporte mais leves [6]: maior potencial para desenvolvimento de novas ligas em comparação com o Al; custo reduzido se comparado aos laminados híbridos fibra-metal; bem como propriedades mecânicas superiores em baixas e altas temperaturas, além de melhor condutividade elétrica que os polímeros estruturais.

As principais ligas comerciais de Mg são as séries AZ (Mg-Al-Zn) e AM (Mg-Al-Mn). Elas sofrem de uma insatisfatória resistência à fluência a temperaturas acima de 125 °C, além de apresentarem propriedades inferiores às das ligas de Al aeronáuticas, tais como: resistência mecânica e a corrosão, além da inflamabilidade. Ligas de Mg-Zn-Zr do tipo ZK representam uma matriz de máxima resistência mecânica dentre todas as ligas de Mg [5][7]-[9] e, geralmente, melhor resistência à corrosão devido à maior pureza das ligas com adições de Zr [10][15]. No entanto, sua resistência mecânica ainda é menor quando comparada às ligas de Al aeronáuticas e, além disso, os precipitados do sistema Mg-Zn, assim como nas ligas tipo AZ, apresentam baixo ponto de fusão (aproximadamente 340 °C) e, conseqüentemente, tem baixa estabilidade térmica e tendência à formação de trincas a quente [16][17]. Uma importante alternativa para atingir patamares mais elevados de resistência mecânica nas ligas de Mg, em geral, é dada pela adição de elementos de terras raras (RE). As RE formam dispersões de precipitados quimicamente estáveis, além de elevado ponto de fusão (acima de

620°C) e maior dureza, aumentando o limite de resistência à temperatura ambiente [7][9][18][19][20] e estabilizando a microestrutura durante solicitações mecânicas a temperaturas mais elevadas. As resistências à corrosão [21][22] e à oxidação [21]-[29] também são melhoradas graças à formação de filmes óxidos densos a partir da presença de elementos RE em solução sólida.

1.2 - OBJETIVOS

O objetivo geral do trabalho foi a confecção de ligas de Magnésio através de fundição com batimento mecânico, estabelecendo uma comparação entre o método de fundição convencional e com batimento mecânico no estado semissólido, além de uma comparação entre a liga ZK60 sem e com adição de mischmetal, fundidas através do método de fundição convencional. Com a finalidade de avaliar a evolução microestrutural, bem como as propriedades mecânicas, as ligas foram processadas através de laminação convencional e estabelecida comparação entre as ligas como fundidas e laminadas. Com o intuito de estudar a soldabilidade, as ligas foram soldadas por Fricção e Mistura Mecânica (*friction stir welding*).

As ligas foram avaliadas em função do tamanho e distribuição dos grãos, recristalização, textura dos laminados e das zonas das juntas soldadas, distribuição e morfologia dos intermetálicos, resistência mecânica a tração e tensão residual através de $\sin^2\Psi$ das juntas soldadas. Ao mesmo tempo, cabe ressaltar que o presente projeto propiciou a nucleação de uma linha de pesquisa inovadora junto à USP São Carlos (USP-SC) em materiais metálicos leves e de elevada resistência mecânica específica, necessários ao desenvolvimento econômico sustentável do país, despertando interesse tanto na indústria do Mg, como em setores automobilístico e aeronáutico nacionais.

Os objetivos específicos foram:

1. Viabilizar a produção independente de novos materiais leves à base de magnésio junto ao Departamento de Engenharia de Materiais (SMM) da USP em São Carlos, ampliando a infraestrutura para tixofundição por agitação mecânica com atmosfera controlada, já existente no Departamento;
2. Estudar a influência do teor de terras raras nas propriedades da liga ZK60 e das suas juntas soldadas, visando demonstrar a sua aplicação em estruturas aeronáuticas mais leves;
3. Estudar a influência do processo de fundição em estado semissólido na microestrutura, nas propriedades mecânicas e na resistência das ligas ZK60 modificadas;
4. Estudo da laminação nas diferentes ligas, quanto à microestrutura, corrosão e resistência mecânica.

5. Estudar a soldabilidade das novas ligas de Mg de elevado desempenho pelo método de fricção e mistura mecânica;
6. Estudar a influência do aporte térmico de soldagem na formação e na susceptibilidade à corrosão das diferentes regiões microestruturais, bem como nas propriedades mecânicas e no estado de tensão residual da soldagem por fricção e mistura mecânica (SFMM) entre as ligas de Mg propostas;
7. Estudar a influência da textura cristalográfica produzida na ZM de SFMMs no comportamento mecânico das juntas de Mg;
8. Confrontar a soldabilidade por fricção e mistura mecânica e as propriedades obtidas nos metais de base tixofundidos e nas juntas soldadas das ligas ZK60-RE.

1.3 - ESTRUTURA DA TESE

A presente Tese foi organizada e dividida em capítulos em função dos objetivos apresentados.

O Capítulo 1 apresenta a introdução do trabalho contendo os aspectos teóricos mais relevantes referentes às ligas de Magnésio dentro do contexto atual. Também são apresentados os objetivos e a estrutura do trabalho.

O Capítulo 2 aborda a pesquisa bibliográfica na seguinte ordem: Magnésio e elementos de liga, fundição, Laminação, corrosão e soldagem.

O Capítulo 3 aborda todos os materiais e métodos utilizados no desenvolvimento deste estudo.

O Capítulo 4 apresenta os resultados e discussões sobre fundição, macro tomografia, caracterização microestrutural e propriedades mecânicas para as ligas como fundidas.

O Capítulo 5 apresenta os resultados e discussões sobre a laminação, caracterização microestrutural, micro e macro textura e propriedades mecânicas para as ligas laminadas.

O Capítulo 6 apresenta os resultados e discussões sobre a soldagem por fricção e mistura mecânica (SFMM), dividido em duas partes, uma para as ligas como fundidas e outra para as ligas laminadas, ambas são compostas por: Soldagem, caracterização micro estrutural das soldas, tensão residual e propriedades mecânicas das soldas.

O Capítulo 7 apresenta as conclusões e sugestões para trabalhos futuros.

O Capítulo 8 apresenta as referências bibliográficas.

CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 - MAGNÉSIO

2.1.1 - Aspectos Históricos e Propriedades

Em 1755 o químico escocês Joseph Black descobriu um novo elemento presente na Magnesita, o magnésio. Em 1808 o químico e cientista britânico Sir Humphrey Davy conseguiu isolar o metal (magnésio), devido a isso ele é homenageado como o descobridor. O magnésio é um dos elementos mais abundantes, sendo encontrado em diferentes fontes, conforme Tabela 1[30]- [32].

Tabela 1- Concentração em peso de Magnésio em diferentes matérias primas

<i>Matéria Prima</i>	<i>Concentração em Peso (%)</i>
<i>Magnesita</i>	28,8
<i>Dolomita</i>	28,8
<i>Bischofita</i>	11,96
<i>Carnallita</i>	8,75
<i>Serpentina</i>	26,33
<i>Água do Mar Morto</i>	4,2

A extração do Magnésio se dá por dois diferentes métodos, por redução eletrolítica e por redução térmica, a escolha de um ou do outro depende das condições energéticas, pessoal, financeiras e ambientais de cada país além da matéria prima, a Tabela 2 estabelece uma comparação entre ambas. Atualmente a China lidera a produção, e usa a tecnologia Pidgeon, que é o método mais básico de produção, porém, necessita de 20 a 25 toneladas de carvão para a produção de uma tonelada de magnésio, além de gastar quase o dobro de energia que os processos eletroquímicos usados pelos países desenvolvidos, não atendendo as preocupações ambientais, pois libera grandes quantidades de SO₂ para atmosfera [30][31].

Tabela 2 - Comparação entre os processos de Redução Eletrolítico e térmico[30].

<i>Parâmetro Comparativo</i>	<i>Tecnologia Eletrolítica</i>	<i>Tecnologia de Redução Térmica</i>
<i>Matéria prima</i>	<i>Magnesita</i>	<i>Dolomita</i>
	<i>Dolomita</i>	
	<i>Bischofita</i>	
	<i>Carnallita</i>	
	<i>Serpentina</i>	
	<i>Água do Mar</i>	
<i>Fontes de Energia</i>	<i>Hidrelétrica, gás e combustível</i>	<i>Carvão e Gás</i>
<i>Consumo de Energia por tonelada de Mg [MWh]</i>	<i>18-28</i>	<i>45-80</i>
<i>Condições operacionais</i>	<i>Processo Contínuo</i>	<i>Processo Descontínuo</i>
<i>Investimento de Capital por ton. de Mg (US\$)</i>	<i>10.000 – 18.000</i>	<i>Até 2000</i>
<i>Mão de obra operacional</i>	<i>X</i>	<i>Até 5X</i>

Apesar de descoberto em 1808, o magnésio levou mais de 100 anos para ter uma demanda real, foi amplamente utilizado na produção de aeronaves para combate durante a segunda guerra mundial (1939-1945). A baixa densidade combinada à boa resistência específica das ligas de magnésio, o faz o material a ser escolhido em projetos de componentes leves, por outro lado o potencial eletronegativo muito alto combinado com impurezas, tornam estas ligas propícias à corrosão galvânica e essa limitação a faz perder espaço no mercado. A partir deste contexto, pesquisadores vêm se empenhando com a finalidade de aumentar o potencial de aplicação do Mg, e somente em 1992 atingiu o ápice novamente. Nas duas ultimas décadas seu uso vem crescendo significativamente com aplicação na indústria aeronáutica e de equipamentos esportivos, porém, só será economicamente viável com uma maior aplicação na indústria automobilística, assim aumentando a demanda e diminuindo os custos de obtenção da matéria prima e da fabricação das ligas [33][30][31].

O magnésio com densidade específica de $1,74 \text{ g/cm}^3$ supera a outros materiais comumente utilizados na indústria, como o Aço ($7,85 \text{ g/cm}^3$) e o Alumínio ($2,7 \text{ g/cm}^3$) e com isso é caracterizado como o mais leve metal estrutural. Algumas propriedades físicas do magnésio estão apresentadas na Tabela 3[30][31].

Tabela 3- Propriedades físicas do magnésio puro (99,9% em peso[30].

<i>Símbolo do Elemento</i>	<i>Mg</i>
<i>Numero Atômico</i>	<i>12</i>
<i>Peso Atômico</i>	<i>24,3040</i>
<i>Estrutura cristalina</i>	<i>Hexagonal Compacta (HC)</i>
<i>Parâmetro de rede a</i>	<i>0.32094 nm ($\pm 0.01\%$)</i>
<i>Parâmetro de rede c</i>	<i>0.52107 nm ($\pm 0.01\%$)</i>
<i>Razão de raios c/a</i>	<i>1.6236</i>
<i>Raio atômico</i>	<i>0,159 nm</i>
<i>Ponto de fusão</i>	<i>650 °C(± 2)</i>
<i>Mudanças de volume durante a solidificação</i>	<i>4,2%</i>
<i>Mudanças de volume durante resfriamento (650-20 °C)</i>	<i>5%</i>
<i>Calor latente de fusão</i>	<i>0,37 [MJ/kg]</i>
<i>Potencial de Oxidação</i>	<i>-2.4 Volts</i>

2.1.2 - Magnésio como Material Estrutural

O Magnésio puro não pode ser usado como material estrutural, devido ao seu baixo limite elástico em compressão e tração (21 MPa) e baixa resistência a penetração (37 HBR-dureza Brinell). Para que o Magnésio seja usado como material estrutural sua resistência mecânica e ductilidade tem que ser melhoradas a fim de suportar as solicitações de carregamento. Por isso o magnésio deve ser ligado a outros metais, que possibilitam a formação de mecanismos de endurecimento para aumento da resistência, tais como: soluções sólidas, formação de precipitados e endurecimento por encruamento. A ductilidade é melhorada com a redução do tamanho de grão e por adição de elementos solubilizados na matriz. A adição de elementos de liga influencia também nas propriedades de radioatividade do material fundido, moldabilidade e resistência à corrosão. São aproximadamente dez, os elementos que podem ser usados como elementos de liga para o magnésio, os mais usados são: Alumínio, Zinco, Manganês e Zircônio além dos elementos de Terras Raras e Ítrio que são usados para elevar a temperatura de aplicação da liga. A melhora nas propriedades fica limitada à quantidade possível de solubilização destes elementos no magnésio, diminuindo assim o número de variações possíveis de ligas [33][30][31][32].

2.1.3 - Comportamento de Deformação do Magnésio

A deformação do Magnésio é extremamente influenciada pela assimetria de sua estrutura cristalina hexagonal compacta (HC), a qual limita a ativação simultânea de sistemas de deslizamentos. Estes sistemas são formados pelos planos com maior densidade atômica e

as direções mais compactas nele contida. Independentemente das estruturas cristalinas, a deformação ocorrerá quando uma força de cisalhamento máxima for aplicada no plano de maior densidade atômica e na direção mais compacta deste plano, uma vez que, estes planos são os mais espaçados na estrutura cristalina e a resistência ao deslizamento são menores que em outros grupos de planos.

A Figura 1 ilustra os principais planos e sistemas de deslizamentos da estrutura cristalina Hexagonal Compacta (HC). A estrutura HC tem um único plano com alta densidade atômica, que é o plano basal (0001) e tem a direção $\langle 1\bar{1}20 \rangle$ como a mais compacta. A força crítica de corte para o sistema de deslizamento basal é cem vezes menor que a necessária para ativar os sistemas de deslizamento prismático $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ e piramidal $\{10\bar{1}1\}\langle 1\bar{1}20 \rangle$, por isso o deslizamento no Mg em temperatura ambiente vai ocorrer no plano basal [33][30][31].

Figura 1- Principais sistemas de deslizamento da célula unitária Hexagonal compacta (HC)[30].

2.2 - INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE ELEMENTOS DE LIGA

A adição de elementos de liga no magnésio melhora significativamente suas propriedades mecânicas, tais como: ductilidade, resistência a tensões de tração e de compressão e resistência à fluência. Estas propriedades podem ser diretamente melhoradas através do aumento do soluto em forma de solução sólida, ou indiretamente na formação de fases intermetálica e por efeitos de refinamento de grãos. A adição de elementos de liga no Magnésio é limitada quanto à solubilização. A Tabela 4 apresenta uma relação da

solubilização máxima dos principais elementos usados neste trabalho: Zn, Zr, Ce, La, Pr e Nd[30][31][32].

Tabela 4- Propriedades cristalinas e solubilização máxima dos elementos de liga no Magnésio[30].

<i>Elemento</i>	<i>Estrutura Cristalina</i>	<i>Densidade (g/cm³)</i>	<i>Raio Atômico</i>	<i>c/a</i>	<i>Ponto de fusão</i>	<i>Máxima solubilização em Mg (% em peso)</i>
Mg	HC	1,74	0,159	1,623	648,8	-
Zn	HC	7,14	0,133	1,86	419,6	6,2 a 340 °C
Zr	HC	6,57	0,159	1,59	1852	0,6 a 654 °C
Ce	CFC	6,77	0,182	-	798	0,74 a 590 °C
La	HC	6,15	0,187	1,619	920	0,22 a 600 °C
Pr	HC	6,48	0,182	1,614	931	1,7 a 575 °C
Nd	HC	7,00	0,181	1,614	1010	3,6 a 552 °C

A seguir estão listados os elementos de ligas utilizados neste trabalho, e seus efeitos no magnésio.

2.2.1 - Zinco

O zinco é, ao lado do Alumínio, o elemento de liga de maior uso em magnésio e para as ligas binárias de Mg-Zn as adições ternárias mais importantes são de zircônio ou terras raras. O Zinco como elemento de liga em Magnésio atua como refinador de grãos e com isso pode aumentar o limite de escoamento seguindo o conceito do efeito Hall-Petch, além disso, contribui para superar os efeitos prejudiciais de impurezas de ferro e de níquel sobre as propriedades de corrosão das ligas e durante a fusão e fundição melhora a fluidez da massa fundida, porém, pode introduzir microporosidades no material vazado[33][30].

Conforme ilustrado no diagrama binário Mg-Zn na Figura 2, a solubilidade do Zn no Mg é máxima e igual a 6,2 % em peso à 340 °C e diminui gradualmente com a variação da temperatura chegando a aproximadamente 1,8 % em peso à temperatura ambiente. Na temperatura ambiente, a decomposição da solução sólida supersaturada de Zinco pode ser controlada através de tratamentos térmicos, sendo aplicados para elevar a resistência das ligas através de endurecimento por precipitação[33][30].

Figura 2- Diagrama de fases do sistema Mg-Zn [33].

Nas ligas como fundidas, a adição de zinco promove um aumento na ductilidade à temperatura ambiente, em concentração de 1 % em peso. A ductilidade se dá pelo amaciamento promovido pelo zinco nos planos prismáticos dos cristais simples. Entretanto, para concentrações superiores a 1 % em peso, a taxa de endurecimento por deformação aumenta coincidindo com diminuição no alongamento, sendo assim o amolecimento promovido pelo deslizamento secundário é gradualmente compensado pelo endurecimento através da formação de solução sólida em concentrações elevadas de solutos, aumentando assim a resistência mecânica da liga [33][30][31].

2.2.2 - Zircônio

As ligas de magnésio em sua maioria, com exceção de algumas ligas contendo Lítio, apresentam estrutura hexagonal compacta (HC), limitando assim a conformabilidade do metal à temperatura ambiente, devido ao baixo número de sistemas de deslizamento. Isso ocorre devido ao deslizamento localizado e ao acúmulo de tensões nos contornos de grão em locais onde a deformação ocorre. Com o refino dos grãos ocorre também um aumento de contornos de grão e melhores distribuições destas tensões, aumentando a fluidez e conformabilidade das ligas[33][30].

O Zircônio é o aditivo de refino de maior eficiência em ligas metálicas, no geral grãos de 10-100µm de diâmetros são obtidos, dependendo das condições de resfriamento. Embora o mecanismo preciso de refinamento ainda seja objeto de pesquisa, alguns fatores contribuem para o processo de refinamento, tais como:

- A semelhança entre os parâmetros de rede do zircônio e do magnésio (Tabela 5).
- A presença de uma reação peritética entre o Zr e Mg próximo ao ponto de solidificação (Figura 3).
- A saturação do magnésio líquido pelo zircônio ocorrer logo acima do ponto de solidificação.

Tabela 5 – Parâmetros de rede para o Mg e Zr[33].

<i>Elemento</i>	<i>A[nm]</i>	<i>C[nm]</i>	<i>c/a</i>	<i>Estrutura</i>
Mg	0,320	0,514	1,606	HC
Zr	0,323	0,520	1,610	HC

Figura 3- Diagrama de fases do sistema Mg-Zr [30].

Para as ligas saturadas de Zr- α na fase líquida, o resfriamento induz a precipitação de partículas de Zr ao se aproximar da temperatura de solidificação. Na temperatura peritética (aproximadamente 654 °C) as partículas de Zr em suspensão podem formar núcleos para a reação peritética entre as partículas de Zr e o líquido de Mg saturado de Zr, produzindo assim um sólido de Mg- α com alta concentração de Zr, esta reação é favorecida devido a grande semelhança entre os parâmetros de rede do Mg e Zr. Os cristais de Mg- α são formados a partir de núcleos de precipitados de Zr dispersos no líquido, seu crescimento é inibido pelo crescimento de cristais vizinhos, o resultado final é a solidificação de uma estrutura homogênea de grãos hexagonais finos. A Figura 4 mostra o efeito da adição do Zr quanto ao refino dos grãos e a microestrutura[33][30].

Figura 4- Efeito da adição de Zr quanto ao tamanho de grão e microestrutura do Mg puro; a) Mg puro (Fratura), b) Mg Puro (Microestrutura), c) Mg com adição 0,7 % em peso de Zr (Fratura) e d) Mg com adição 0,7 % em peso de Zr (Microestrutura) [30].

2.2.3 - Terras Raras (Mischmetal)

A adição de terras raras (RE) em liga de magnésio é usada em especial para melhorar a resistência à fluência, mas também seu uso apresenta melhora na resistência mecânica e estabilidade térmica. Quando adicionado em pequenas quantidades, são observado refinamento de grãos e melhoria na ductilidade[33][30][31].

Os elementos de terras raras podem ser adicionados ao magnésio de forma individual ou em mistura (*mischmetal*) e ambas as adições promovem características semelhantes no resultado final da liga. Também conhecidos como lantanídeos, cério, lantânio, praseodímio, neodímio, tório, ítrio e escândio são os elementos de terras raras mais aplicados como ligantes no magnésio, porém, a aplicação individual de alguns deles foi descontinuada, tais como: tório (por ser muito reativo), praseodímio e escândio (devido ao alto custo)[33].

O uso dos elementos de RE está limitado ao seu alto custo, elevando o preço final da liga e diminuindo sua competitividade. Uma alternativa para diminuir os custos é o uso de *mischmetal*, o mais conhecido entre eles é o cério-mischmetal (Ce-Mm) composto por cério, lantânio, neodímio e praseodímio. Segue um exemplo de composição de Ce-Mm (% em peso): Ce 50,6; La 22,6; Nd 18,2; Pr 6,4; Fe 0,59; Si 0,16; Cr 0,03; e outras impurezas 1,42 %p/p[33][30].

2.3 - FUNDIÇÃO

2.3.1 - Fundição sob Pressão

O mercado mundial, de ligas e componentes leves à base de Mg é concentrado no segmento de fundição sob pressão [33][34][35], sendo utilizado mais frequentemente na indústria automobilística para a fabricação de: blocos de motor, painéis, estruturas internas, rodas, direção, pedais de freio, entre outros [33][36]. As ligas conformadas mecanicamente representam somente 1 % do consumo total de Mg, devido a dois fatores: as baixas taxas de produção (a extrusão de uma liga de magnésio é realizada, por exemplo, com velocidades de 5 a 10 vezes menores que aquelas aplicadas às ligas de alumínio) que estão associadas à estrutura cristalina hexagonal do Mg com poucos sistemas de escorregamento; e a oferta atual, ainda limitada, em novas ligas com uma melhor combinação de resistência mecânica, ductilidade e resistência à corrosão[33][35].

Apesar disso, a fundição sob pressão apresenta algumas dificuldades relacionadas à velocidade de preenchimento do molde que é muito alta e causa um fluxo turbulento de material [33][37]. Isto resulta em fundidos com inclusões de gás comprimido, os quais provocam porosidade ou bolhas após o tratamento térmico. Visando a redução destes problemas, a fundição sob pressão a vácuo tem sido desenvolvida. No entanto, o foco da fundição está na fabricação de fundidos de grandes dimensões com paredes finas e, não necessariamente, de partes que estejam submetidas a elevadas solicitações mecânicas [33].

2.3.2 - Fundição de Semi-sólidos

Uma importante alternativa à fundição sob pressão, visando baixos níveis de porosidade, bem como um aumento da resistência mecânica e do alongamento até a ruptura nas ligas de Mg, é a fundição em estado semissólido [[33][37]-[39]. Esta técnica se baseia nas observações realizadas por Spencer de que ligas metálicas agitadas durante o seu resfriamento produziam uma microestrutura composta por partículas sólidas esféricas, ao contrário da morfologia dendrítica convencional [10][40]. A agitação, promovida normalmente de forma mecânica ou pela ação de um campo magnético imposto ao líquido em solidificação, causa o rompimento da estrutura dendrítica em formação e estimula a multiplicação cristalina. Após a solidificação, são obtidas microestruturas refinadas de grãos globulares e composição química mais homogênea, sem a macrosegregação dos elementos de liga.

Mesmo na presença de significativas frações de sólido (de 30 a 50%), a agitação de semissólidos pastosos pode requerer somente um ligeiro aumento da tensão de cisalhamento,

quando a temperatura é diminuída [41]. Este aumento de tensão é, no entanto, função da taxa de cisalhamento aplicada, podendo ser extremamente elevada para baixos valores de tensão [42]. Isto possibilita a manipulação das pastas como um sólido (sem exercer pressão), mesmo que esta contenha ainda 50% de fase líquida. A viscosidade destas pastas ainda depende do tempo de aplicação da tensão. Este comportamento reológico é caracterizado pelo que se denomina tixotropia.

A fabricação de pastas tixotrópicas se subdivide, de forma geral, em dois tipos de processos, dependendo da condição inicial do material: reofundição, quando a matéria-prima está no estado líquido e é resfriada até a temperatura *liquidus* ou próxima dela; e tixofundição, quando a matéria-prima se encontra no estado sólido e é reaquecida entre as temperaturas *solidus* e *liquidus* [33][40].

A possibilidade de manuseio das pastas tixotrópicas como sólidos aliado à redução da sua viscosidade com o aumento da tensão aplicada, também torna o processamento destes materiais mais viável a submissão em conformação mecânica sob a ação de pressões, como o forjamento, a extrusão, a laminação e a estampagem, no caso de pastas com altas frações sólidas; ou a própria fundição sob pressão, no caso de pastas predominantemente líquidas[40][15]-[44].

Outra importante vantagem é a temperatura reduzida de processamento. A sua influência positiva no rendimento do equipamento e na economia de energia manifestada na ausência de manipulação do metal líquido, nos tempos de vida mais longos para os moldes e no melhor aproveitamento da matéria prima devido à redução de perdas causadas principalmente pela oxidação e evaporação do líquido superaquecido[20]-[46]. No caso específico do Mg, a redução da temperatura ainda contribui para a segurança do processo de fusão, visto o risco devido a sua elevada combustibilidade[38][39].

Ao mesmo tempo, reduções contínuas de temperatura abaixo da linha *liquidus* aumentam a fração de matéria sólida na pasta. A reduzida fração de líquido na massa tixotrópica contribui para reduzir a porosidade residual e o rechupe, melhorando a integridade do produto e também alcançando os resultados de uma moldagem definitiva (*near-net-shape*)[47]-[50]. Desta forma, os produtos fundidos em estado semissólido podem ser, em geral, soldados e tratados termicamente, sem a necessidade de outros estágios intermediários de processamento [33] [51].

2.4 - LAMINAÇÃO DE LIGAS DE Mg

A laminação convencional de ligas de Mg é normalmente conduzida a quente no intervalo de temperatura entre 300 °C e 480 °C, dependendo da liga e do pré-tratamento da matéria prima. Ligas com fases intermetálicas de baixo ponto de fusão carecem de um tratamento térmico prévio de homogenização intensiva por até 24 h a 400 °C para solubilização. Durante a deformação a quente, a microestrutura grosseira de fundidos ou materiais solubilizados é refinada, apresentando um tamanho de grão intermediário de 20 µm ou menos [52].

Em geral, reduções por passe da ordem de 10 a 30 % podem ser realizadas no processamento de ligas comerciais de Mg conformadas, como as do tipo AZ31 ou AZ61, sem risco de ocorrência de trincas. Como estes percentuais de redução são limitados, diversos reaquecimentos intermediários são normalmente necessários, tornando o processo ineficiente e de custo mais elevado. Microestruturas completamente recristalizadas são observadas somente após os passes finais de laminação a quente com redução efetiva acima de 99,5 %. As propriedades mecânicas dos laminados são determinadas pelo tamanho de grão final, conforme discutido na seção anterior, mas também pela sua textura cristalográfica. Para a otimização das microestruturas, um controle rigoroso de diversos fatores é indispensável, entre eles: o encruamento, recuperação e recristalização, os quais são determinados pela composição química da liga; a temperatura de laminação; os parâmetros de deformação, como a redução por passe ou o parâmetro de Zener-Hollomon (Z , taxa de deformação corrigida pela temperatura de deformação); os ciclos de reaquecimento; a taxa de resfriamento até a temperatura ambiente; e tratamento térmico posterior [52].

No caso da textura, acima de 90 % de redução, as chapas desenvolvem uma forte orientação cristalográfica preferencial, na qual planos basais da célula unitária hexagonal do Mg se alinham paralelamente ao plano da chapa ($\langle 0001 \rangle // ND$) [53][54], e que não é afetada por tratamentos térmicos posteriores. Este tipo de textura basal promove um baixo fator de Schmid, ou seja, uma baixa tensão de cisalhamento decomposta (*resolved shear stress*) atuante no plano basal e na sua direção de escorregamento de discordâncias, durante operações posteriores de estampagem. Desta forma, a força para deformação é aplicada na direção normal da chapa, causando uma baixa estampabilidade de chapas de Mg com forte orientação cristalográfica preferencial. Além de dificultar a estampagem, uma chapa de Mg com forte textura cristalográfica apresenta ainda comportamento mecânico altamente anisotrópico com coeficiente de anisotropia normal R bastante diferente de 1 e forte

assimetria nos regimes de tração e compressão das chapas a temperatura ambiente. No caso do Mg, existem no máximo quatro sistemas de escorregamento e, por isso, a maclação também é um importante mecanismo de deformação [54]. Visto que a maclação, ao contrário do escorregamento de discordâncias, é um processo unidirecional, ela ocorrerá na liga apenas quando o eixo cristalográfico ‘c’ da maioria dos grãos apontar em uma direção da amostra, ocorrendo uma deformação trativa, devido à razão $c/a \approx 1,624 < \sqrt{3}$ observada no Mg. Sendo assim, em geral é observada a ocorrência de maclação e, conseqüentemente de um menor limite de escoamento, na compressão de chapas com textura basal pronunciada.

Portanto, a melhoria da estampabilidade, bem como a redução da anisotropia normal requerem a randomização das orientações dos grãos nos laminados de Mg [11]. Pesquisadores tem demonstrado [12]-[14] que o uso de um processo de laminação assimétrico aumenta consideravelmente a conformabilidade plástica das chapas de Mg através do enfraquecimento da textura basal e a manutenção de tamanhos de grão refinados. O uso de velocidades diferentes de rotação nos cilindros superior e inferior do laminador provoca deformações de cisalhamento na direção da espessura da chapa, enfraquecendo assim a textura basal. A laminação com a rotação de apenas um dos cilindros também tem sido eficiente.

Uma alternativa para a randomização das orientações dos grãos em laminados de Mg é o uso de ligas com adição de elementos RE [55]-[57]. Estes elementos causam a formação de diversas partículas intermetálicas e, por isso, tem sido referenciados na literatura, pela ocorrência da formação de núcleos de recristalização estimulada por partículas (*particle-stimulated nucleation*, PSN) nas ligas. A deformação de uma liga com partículas grosseiras (geralmente $> 1\mu\text{m}$) e indeformáveis ocorre de forma mais acentuada nas vizinhanças das partículas, causando um acúmulo de discordâncias geometricamente necessárias nestas regiões. Assim, a nucleação da recristalização é favorecida nestas regiões devido à elevada desorientação no reticulado (Figura 5). Isso tem como consequência a aceleração da cinética de recristalização em ligas contendo dispersões grosseiras de partículas. PSN tem sido citado frequentemente como um importante mecanismo para randomização de texturas com utilização no processamento de outras ligas metálicas, como por exemplo, as de Al [55].

Figura 5-Esquema da estrutura de subgrãos ao redor de uma partícula dura em material altamente deformado, mostrando a deformação acentuada ao redor da mesma [58].

Recentemente, foi mostrado que uma laminação de acabamento a frio para produção de chapas finas de Mg (aprox. 0,5 mm de espessura) em diversos passes com cerca de 5 % de redução também pode contribuir para minimizar a textura dos laminados, se combinado adequadamente com recozimentos para recristalização estática [59].

2.5 - SOLDAGEM

2.5.1 - Soldagem do Magnésio

Apesar da boa fundibilidade de diversas ligas de Mg, não é sempre economicamente justificável a fundição de componentes com geometria complexa. Com a crescente demanda por construções leves, o desenvolvimento de tecnologias de união adequadas para a montagem de partes estruturais de Mg, como, por exemplo, na carroceria de automóveis ou na fuselagem de aeronaves, tem se tornado um fato de relevância tecnológica [60]. Atualmente, junções em componentes de Mg são efetivadas principalmente através de fixadores de Al ou aço, ou da soldagem por fusão a arco TIG (do inglês, *Tungsten Inert Gas*) e MIG (do inglês, *Metal Inert Gas*) com proteção de argônio [33] [61].

Estruturas fixadas mecanicamente apresentam, além do aumento de peso, problemas reais com a corrosão galvânica e com a manutenção do torque de contenção, devido às deformações de origem mecânica e/ou térmica. Já na soldagem por fusão, as propriedades físicas do Mg impõem desafios aos processos. Em comparação com as ligas de Al, existem diferenças significativas, que fazem com que os conhecimentos adquiridos com a soldagem do Al não sejam diretamente aplicáveis [33]:

- O Mg possui apenas a metade da temperatura de vaporização do Al, isto é 1100°C. Assim, a sua pressão de vaporização no intervalo de temperatura relevante para a soldagem por fusão é de 3 a 4 ordens de grandeza maior que a do Al. Isto causa grandes problemas com relação ao aporte de calor introduzido no metal de adição, podendo resultar na ocorrência de excessivos respingos durante a soldagem.

- Devido ao seu elevado coeficiente de expansão térmica (maior que duas vezes o do aço carbono e ainda 10 % maior que o do Al), o Mg apresenta grande tendência à distorção e às tensões residuais, além da necessidade de aparatos rígidos de fixação, capazes de resistir às elevadas tensões térmicas. Ligas fundidas devem ser submetidas a tratamentos térmicos de alívio de tensões pós-soldagem [62].
- As ligas de Mg possuem ainda um intervalo de solidificação relativamente amplo, que varia de aproximadamente 420 a 620 °C. Isto cria sérios riscos de formação de trincas a quente e porosidade significativa, se aliado à presença de fases eutéticas de baixo ponto de fusão [63]. Ligas de maior resistência mecânica, como as do tipo ZK com elevados teores de Zn, são sensíveis à formação de trincas, apresentando uma soldabilidade por fusão especialmente baixa.

2.5.2 - Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica (Friction Stir Welding)

Diante do presente contexto, a técnica de soldagem no estado sólido por fricção e mistura mecânica (SFMM), patenteada pelo The Welding Institute (TWI) na Inglaterra, surge como uma rota promissora para ampliar as aplicações industriais do Mg[64]-[66]. A Figura 6 ilustra o princípio do processo que consiste em uma ferramenta rotativa não-consumível composta por um pino e um ombro. Esta ferramenta penetra na junção a ser soldada, plastificando o material e se movimentando na direção do cordão de solda, consolidando a junta. As partes soldadas têm que ser fixadas sobre uma chapa de sustentação, que deve ter rigidez suficiente para suportar as elevadas cargas exigidas no processo e para prevenir a separação da junta [64]-[66]

Figura 6- Princípio do processo de soldagem por fricção e mistura mecânica[67]

O calor é gerado pelo atrito entre a ferramenta, principalmente pelo seu ombro, e as peças a serem soldadas. Este calor promove o amolecimento do material sem atingir o seu ponto de fusão, permitindo o movimento da ferramenta ao longo do cordão de solda. O material plastificado é transferido da superfície da ferramenta até a base do ombro, onde é forjado pelo contato íntimo entre a superfície inferior do ombro e a superfície superior da chapa soldada. O processo produz um furo remanescente ao final da solda, que vai sendo preenchido durante a sequência de operação. Além disso, as camadas de óxido se rompem durante a operação, permitindo uma soldagem autógena e limpa [66].

A geometria da ferramenta determina o fluxo de material, sendo um dos principais parâmetros responsáveis pela qualidade da zona processada. Diversos tipos de ombros (plano, côncavo, usinado, etc.) e pinos (cilíndrico, cônico, sem rosca, rosqueado, rosqueado com canais, etc.) têm sido estudados e projetados, aumentando o leque de aplicações do processo. No caso da soldagem do Mg, estudos experimentais combinados às simulações por elementos finitos revelaram que o aumento do diâmetro do ombro e a textura rosqueada do pino, principalmente, bem como ângulos maiores em pinos cônicos geram um aumento do limite de resistência, bem como da ductilidade das juntas produzidas por SFMM [68][69].

Além da geometria da ferramenta, outras importantes variáveis devem ser ajustadas para cada aplicação [67][70][71], são elas:

- Velocidade de rotação (ω , rpm) e de avanço (v , mm/min) da ferramenta: com o aumento da velocidade de rotação ou diminuição da velocidade de avanço, é gerado um aumento no aporte de calor mecânico introduzido pelo processo. Para evitar a formação de poros e defeitos, o material que flui em torno da ferramenta deve ser suficientemente aquecido, facilitando, assim, a deformação plástica. No entanto, elevadas temperaturas podem promover a liquefação de fases minoritárias presentes no material a ser unido.
- Ângulo de ataque e profundidade de penetração da ferramenta: são fundamentais para a qualidade da junção. Asseguram uma força suficiente de forjamento na zona traseira do pino e previne que o canto da zona frontal seja introduzido dentro do material a ser soldado.
- Força axial: controla a pressão que a ferramenta exerce sobre o material deformado plasticamente. Quando controlado, ajuda a reduzir a variância do processo. O controle da carga normalmente estabiliza a soldagem.

Estudos realizados em diversos materiais demonstraram que as soldas SFMM são caracterizadas por quatro regiões microestruturais (Figura 7) [64][72]-[75], são estas classificadas como:

Figura 7- Regiões micro estruturais de uma SFMM entre a liga AZ31 e a de Al AA6040, estudadas por EBSD [73][74].

- **Zona de mistura (ZM):** é a região que sofre intensa deformação plástica (Figura 7(b) e (c)) e desenvolve uma elevada densidade de discordâncias, que pode ser a causa para a ocorrência de uma recristalização dinâmica. A microestrutura é fina, de grãos relativamente equiaxiais e recristalizados. Dependendo da liga e dos parâmetros do processo, a zona de mistura pode ser também caracterizada pela presença de uma estrutura similar à de casca da cebola (*onion rings*). A formação desta estrutura tem sido atribuída a um efeito geométrico do processo e está associado com o movimento de avanço do pino durante uma rotação.
- **Zona termomecanicamente afetada (ZTMA):** ocorre a cada lado da zona de mistura (Figura 7(a) e (b)). Estas regiões sofrem deformação plástica a níveis inferiores à zona de mistura, podendo, por isso, não revelar sinais de recristalização. Nestas zonas os grãos aparecem alongados e deformados.
- **Zona termicamente afetada (ZTA):** é a região submetida ao ciclo térmico e onde não existem sinais de deformação plástica (Figura 7(a)). É comum a todos os processos de soldagem e a sua extensão está relacionada com o fluxo de calor, que, por sua vez, é controlado pelos parâmetros de soldagem, bem como pela liga selecionada.

- Área de contato do ombro: é a região formada acima da zona de mistura, quando o braço da ferramenta passa por cima da solda.

As juntas também apresentam uma assimetria característica em torno do cordão de solda. As forças resultantes que atuam na ferramenta nos movimentos de avanço e de rotação exibem diferenças significativas, quando comparado o lado de avanço com o lado de retrocesso. Estas diferenças na velocidade efetiva da ferramenta podem causar diferentes níveis de deformação e, conseqüentemente, microestruturas distintas nos dois lados do cordão [64][65][73].

Por se tratar de um processo realizado no estado sólido, não ocorrem estruturas de solidificação no cordão de solda e o problema relacionado com fases interdendríticas frágeis e causadoras de porosidade em ligas de Mg é eliminado. Através do aporte reduzido de calor, materiais de baixa soldabilidade em processos de fusão, (como ligas de Al tratáveis termicamente, da série 2000, por exemplo), podem ser soldados e menores distorções são produzidas em comparação com os processos de soldagem convencionais. As propriedades mecânicas resultantes são excelentes em diversos materiais metálicos [64]-[65][70], conforme provado por testes de fadiga, tração e dobramento, a Figura 8 mostra uma comparação entre a união por rebites e solda SFMM. Com respeito ao Mg, estudos iniciais realizados sobre as juntas revelam que a eficiência das juntas é elevada (de 80 a 100 %) [64][69][76].

Figura 8- Falha em painéis de Al sujeitos aos mesmos esforços; a) unidos por SFMM e b) unidos por rebites[70].

Outra característica das soldas por fricção e mistura mecânica é a formação de texturas cristalográficas de deformação na ZM [64], as quais, em geral, se diferem daquelas observadas no metal de base. No caso do Mg que é um metal de estrutura hexagonal, existem no máximo quatro sistemas de escorregamento e, por isso, a maclação também é um

importante mecanismo de deformação [77][78]. Visto que a maclação, ao contrário do movimento de discordâncias, é um processo unidirecional, ela ocorrerá apenas em direções de deformação trativa, devido à razão $c/a \approx 1,624 < \sqrt{3}$ observada no Mg. Isto implica na formação de texturas na ZM diferentes daquelas observadas no metal de base, o que favorece a ocorrência localizada de maclação na ZM, e as propriedades mecânicas das juntas soldadas são afetadas [79]-[81]

Com relação à formação de tensões residuais, em geral, o processo SFMM gera apenas baixos valores de tensão, devido às reduzidas temperaturas de soldagem. No entanto, quando comparado com técnicas de soldagem por fusão, o processo SFMM necessita de uma fixação mais rígida das partes a serem unidas, causando, portanto, uma restrição muito maior das chapas soldadas. Esta restrição impede mecanicamente a contração térmica da ZM, bem como das ZTMA e ZTA, causando tensões longitudinais e transversais ao cordão de solda [67][72][82]. As tensões residuais são de relevância para as propriedades mecânicas da junção, especialmente na fadiga [64][65][83].

O contínuo desenvolvimento da SFMM indica que ela está se tornando comercialmente atraente para aplicações, tais como: navios, painéis de fuselagem aeronáutica, fabricação de tubos, fabricação de caminhões, vagões ferroviários, e fabricação de equipamentos. No Brasil, a Embraer já trabalha há vários anos no desenvolvimento desta tecnologia, que promete ser mais rápida e de maior durabilidade que a união por rebites.

2.6-DIFRAÇÃO DE RAIOS – X

Quando um feixe de raios-X monocromáticos incide sobre um material cristalino ocorre o fenômeno da difração. Imagine inicialmente que a incidência ocorra em um único átomo isolado. Os elétrons deste átomo ficarão excitados e vibrarão com a mesma frequência do feixe incidente. Estes elétrons vibrando emitirão raios-X em todas as direções com a mesma frequência do feixe incidente. O átomo pode ser visto como uma fonte de emissão esférica de radiação (princípio de Huyghens)[84].

Ao se incidir um feixe de raios-X sobre um cristal, onde os átomos estão regularmente espaçados (periodicidade do arranjo cristalino), cada átomo será uma fonte de emissão esférica de radiação. Netas condições poderá haver interferências construtivas ou destrutivas entre as ondas eletromagnéticas se estiverem em fase entre si ou defasadas, respectivamente. O comprimento de onda da radiação incidente deve ser da mesma ordem de grandeza do tamanho da partícula a ser analisada.

Considere os planos cristalinos formados por átomos ordenados conforme mostra Figura 9.

Figura 9 - Esquema da difração de Bragg

A lei de Bragg (Eq. 1) estabelece as condições necessárias para que as interferências construtivas aconteçam, dadas por:

$$n\lambda = d \sin \theta \quad \text{Eq. 1}$$

onde n = número de átomos, λ é comprimento de onda do raios-X em Angstrom (Å), d é distância interplanar, θ é o ângulo de incidência ou reflexão do feixe incidente.

A Figura 9 ilustra um difratômetro de raios X com a geometria Bragg-Brentano com um goniômetro horizontal θ - 2θ .

Figura 10 - Difratograma esquemático de raios X: T = fonte de raios x; S = amostra; C = detector; O = o eixo ao redor do qual a amostra e o detector giram[84].

O feixe monocromático de raios X é gerado no ponto T, e as intensidades dos feixes

difratados são detectadas por meio de um detector (C), que está montado sobre uma plataforma móvel que pode girar ao redor do eixo O. Em um goniômetro convencional do tipo θ - 2θ , a amostra e a plataforma estão acopladas mecanicamente de modo que uma rotação da amostra em um ângulo θ correlaciona na rotação do detector equivalente a 2θ .

Em uma medição convencional do tipo θ - 2θ , a informação estrutural é obtida apenas com respeito à direção normal à superfície da amostra, geralmente usado para análises de fases. Isso não é suficiente, por exemplo, para se analisar a textura cristalográfica e a tensão residual presentes em um material. Para estas análises é necessário determinar em diferentes direções do material a frequência de ocorrência das famílias de planos difratantes, através do monitoramento da área dos picos de difração, assim como o deslocamento dos picos sobre o eixo 2θ .

A Figura 11 ilustra um difratômetro de quatro círculos, utilizado neste trabalho, contendo um goniômetro euleriano. Este tipo de goniômetro permite analisar a área e a posição dos picos de difração em diferentes direções do material através dos seus distintos eixos de rotação e inclinação da amostra. Neste tipo de difratômetro, o círculo θ é desacoplado do círculo 2θ e ambas as posições angulares podem ser variadas independentemente. Em vez de θ , esse grau de rotação é chamado de ω , e os quatro círculos deste tipo de difratômetro são atribuídos aos seus quatro ângulos variáveis ω , 2θ , ϕ e ψ . Para $\psi = \pm 90^\circ$ os eixos de rotação dos três círculos ω , 2θ e ϕ coincidem [85]. Este goniômetro euleriano permite realizar a medição de difractogramas em diferentes direções do material ao rotacionar e inclinar a amostra em torno dos ângulos ω , ϕ e ψ .

Figura 11 - Esquema difratômetro de 4 ciclos com a variável azimuthal ϕ e o ângulo de inclinação ψ [85].

2.6.1 - Análise da tensão residual por DRX - Método $\sin^2\Psi$

A análise de tensão residual por DRX pela técnica de $\sin^2\Psi$ ou múltipla exposição, tem por base a variação das distâncias interplanares $d(hkl)$ geradas pela deformação elástica contida no material para um conjunto particular de planos cristalográficos $\{hkl\}$. Dessa forma, tem-se o registro de um conjunto de distâncias interplanares para uma família $\{h\ k\ l\}$ como função da inclinação Ψ da amostra com respeito à direção de medição ou vetor de difração Q . A direção do vetor Q é definida pela bissetriz do ângulo entre os vetores correspondentes aos feixes incidentes (k_0) e difratante (k). Vetorialmente, $Q = k - k_0$, conforme ilustra a Figura 12. Na inclinação $\Psi = 0^\circ$ da amostra, a direção de medição Q corresponde à normal à superfície da amostra.

Figura 12 - Geometria da construção do vetor de difração ou direção de medição Q .

Essa técnica pode ser usada para materiais que apresentam uma distribuição de orientação dos grãos aleatória ou quase aleatória, que justifique um comportamento quase isotrópico ou isotrópico das propriedades elásticas (módulo de Young e coeficiente de Poisson) do material.

As alterações no parâmetro de rede representam a deformação elástica induzida por um esforço mecânico interno ou externo. A presença de tensão trativa leva à expansão da distância interplanar de uma família de planos $\{h\ k\ l\}$, enquanto que tensões compressivas reduzem as distâncias interplanares na direção de atuação da força. Sendo assim, a deformação ε medida no reticulado cristalino será dada por [86]:

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad \text{Eq. 2}$$

Onde

d_0 = é a distância interplanar do material livre de tensões.

d = é a distância interplanar após a deformação elástica.

Derivando-se a lei de Bragg (Eq. 1), podemos obter:

$$\Delta\theta = -\varepsilon \tan \theta \quad \text{Eq. 3}$$

Assim, a análise da variação das distâncias interplanares permite a determinação dos valores de deformação. Devido às características de tensão e deformação pode ser necessário realizar as medições em várias direções na amostra, e para isso, a definição de pelo menos dois sistemas de coordenadas cartesianas. Os dois sistemas cartesianos, assim como o ângulo azimutal ψ e o ângulo polar ϕ são ilustrados na Figura 13.

- Sistema de coordenadas da amostra S: o eixo S_3 é a normal à superfície da amostra enquanto que S_1 e S_2 são direções muitas vezes dadas pela própria amostra, por exemplo, paralela e perpendicular a uma solda.
- Sistema de coordenadas do laboratório L: o eixo L_3 é definido como a direção da medição Q, que é a normal aos planos hkl refletidos. O eixo L_2 é paralelo à superfície da amostra e o eixo L_1 é dado pelo produto dos vetores $\vec{L_2} \times \vec{L_3}$.

Figura 13 - Orientação do sistema de laboratório em relação ao sistema da amostra[86].

A matriz de transformação ω_{ij} para os sistemas de coordenadas da amostra e de laboratório é dada por [86]:

$$\omega_{ij} = \begin{pmatrix} \cos \phi \cos \psi & \sin \phi \cos \psi & -\sin \psi \\ -\sin \phi & \cos \phi & 0 \\ \cos \phi \sin \psi & \sin \phi \sin \psi & \cos \psi \end{pmatrix} \quad \text{Eq. 4}$$

Uma vez que o eixo L_3 é definido pelos ângulos de medição ϕ e ψ , define-se a componente de deformação ε'_{33} medida no sistema de coordenadas do laboratório e que está relacionada com as componentes do tensor $\vec{\varepsilon}$ de deformações na amostra e da matriz de transformação ω cf. Eq. 5:

$$\begin{aligned} \varepsilon'_{33} &= \varepsilon'_{\phi,\psi} = \omega_{3k} \omega_{3l} \varepsilon_{kl} \\ &= \varepsilon_{11} \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{22} \sin^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{33} \cos^2 \psi \\ &\quad + \varepsilon_{12} \sin 2\phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{13} \cos \phi \sin 2\psi + \varepsilon_{23} \sin \phi \sin 2\psi \end{aligned} \quad \text{Eq. 5}$$

Assim um mínimo de seis medições em direções diferentes para ϕ e ψ permitem a determinação do tensor de deformação triaxial. Uma vez que o tensor de deformações $\vec{\varepsilon}$ é determinado, podem-se calcular as componentes do tensor de tensões $\vec{\sigma}$, aplicando-se a Lei de Hooke. Entretanto, substitui-se usualmente o módulo de elasticidade E e o coeficiente de poisson ν macroscópicos pelas constantes elásticas de difração s_1 e $\frac{1}{2} s_2$ [86], que, para materiais não isotrópicos, dependem da família de planos $\{hkl\}$ usada na medição das deformações:

$$s_1(hkl) = \frac{-\nu^{hkl}}{E^{hkl}} \quad \text{Eq. 6}$$

$$\frac{1}{2} s_2(hkl) = \frac{1 + \nu^{hkl}}{E^{hkl}} \quad \text{Eq. 7}$$

Dessa

forma, a equação básica para a análise da tensão residual usando a DRX é obtida [86]:

$$\begin{aligned} \varepsilon'_{33} &= \varepsilon'_{\phi,\psi} = s_1(hkl) (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1}{2} s_2(hkl) \sigma_{33} \\ &+ \frac{1}{2} s_2(hkl) [(\sigma_{11} - \sigma_{33}) \cos^2 \phi \sin^2 \psi + (\sigma_{22} - \sigma_{33}) \sin^2 \phi \sin^2 \psi] \\ &+ \frac{1}{2} s_2(hkl) [\sigma_{12} \sin 2\phi \sin^2 \psi + \sigma_{13} \cos \phi \sin 2\psi + \sigma_{23} \sin \phi \sin 2\psi] \end{aligned} \quad \text{Eq. 8}$$

Quando as deformações $\varepsilon'_{\phi,\psi}$ medidas em várias direções da amostra, definidas pelos ângulos ϕ e ψ , não são afetadas por gradientes de tensão próximos à superfície, o estado de tensão médio é o mesmo para cada medição. Além disso, frequentemente as componentes de cisalhamento σ_{13} e σ_{23} podem ser desprezadas. Cumprindo-se razoavelmente estes requisitos

a Eq. 8 reduz-se para:

$$\begin{aligned}\varepsilon'_{33} &= \varepsilon'_{\phi,\psi} \\ &= s_1(hkl) [(\sigma_{11} - \sigma_{33}) + (\sigma_{22} - \sigma_{33})] + \left(3s_1(hkl) + \frac{1}{2} S_2(hkl)\right) \sigma_{33} \\ &\quad + \frac{1}{2} S_2(hkl) [(\sigma_{11} - \sigma_{33}) \cos^2\phi + (\sigma_{22} - \sigma_{33}) \sin^2\phi + \sigma_{12} \sin 2\phi] \sin^2\psi\end{aligned}\quad \text{Eq. 9}$$

Com:

$$\begin{aligned}\sigma_\phi &= \sigma_{11} \cos^2\phi + \sigma_{22} \sin^2\phi + \sigma_{12} \sin 2\phi \text{ e a diferenciação } \frac{d\varepsilon'_{\phi\psi}}{d \sin^2\psi}, \text{ e} \\ \frac{d\varepsilon'_{\phi\psi}}{d \sin^2\psi} &= +\frac{1}{2} S_2(hkl) (\sigma_\phi - \sigma_{33})\end{aligned}\quad \text{Eq. 10}$$

Já para medições próximas a superfície ou no caso de amostras finas (estado de tensão plana), pode-se assumir que $\sigma_{33} = 0$. Assim, o valor da tensão residual σ_ϕ é obtido diretamente a partir da inclinação m de $d\varepsilon'_{\phi\psi}/d \sin^2\psi$.

$$\sigma_\phi = \frac{m}{\frac{1}{2} S_2(hkl)}\quad \text{Eq. 11}$$

A Figura 14 ilustra a relação linear para uma série de medidas de difração para diferentes ângulos ψ , obtendo assim uma curva da deformação interplanar versus $\sin^2\psi$.

Figura 14 - Técnica $\sin^2\psi$ [86].

Realizando medições em diferentes direções ϕ (por exemplo, $\phi = 0^\circ, \phi = 90^\circ, \phi = 45^\circ$), o tensor de tensão bidimensional é obtido. Observa-se que não é necessário o conhecimento de d_0 do material livre de tensões e o valor de σ_ϕ é obtido pela inclinação m no diagrama ε'_{33} por $\sin^2\psi$. Já d_0 pode ser obtido pelas direções de ψ^* livre de tensões, que é dada por:

$$\sin^2\psi = \frac{-S_1(hkl)}{\frac{1}{2}S_2(hkl)} \left[1 + \frac{\sigma_{22}}{\sigma_{11}} \right] \quad \text{Eq. 12}$$

A Figura 15 mostra as possíveis distribuições não lineares para o gráfico de $\varepsilon'_{\phi,\psi}$ por $\sin^2\psi$. Na Figura 15(a) tem-se o comportamento que indica a anisotropia (propriedades físicas que variam com a direção) do material. E pode ocorrer por diferentes razões:

- Efeitos da granulometria grosseira - quando o numero de cristalitos no volume medido é pequeno para cumprir a exigência do estado quase isotrópico do material, então a anisotropia tensão deformação dos cristalitos individuais que contribuem para a intensidade da difração causa as oscilações no gráfico de $\varepsilon'_{\phi,\psi}$ por $\sin^2\psi$. Neste caso o número de cristalitos analisados deve ser aumentado, seja pelo volume de grãos analisados, ou por oscilação (rotação e/ou translação) da amostra durante a medição, aumentando dessa forma o número de cristalitos refletos.
- Textura: no caso de amostra com cristalitos com orientação preferencial, a anisotropia elástica e/ou plástica do material leva a não linearidade no gráfico de $\varepsilon'_{\phi,\psi}$ por $\sin^2\psi$.

A curvatura obtida na distribuição da deformação interplanar (Figura 15(b)) ocorre quando o volume estudado depende da medida na direção para ϕ e ψ , e tensão ou gradientes de d_0 estão presentes. Então cada medida representa outro estado de tensão média ou médio d_0 .

A distribuição da deformação interplanar com uma divisão entre positivo e negativo de ψ (Figura 15(c)) ocorre pela presença dos componentes de tensor em σ_{13} e σ_{23} . Esse tipo de distribuição é característico de um estado de tensão após usinagem intensa na superfície.

Figura 15 - Tipos de distribuição não linear [86].

2.6.2 - Textura Cristalográfica

A textura cristalográfica descreve a distribuição de orientação dos cristalitos (ou grãos) em uma amostra policristalina e representa um dos parâmetros básicos para caracterização de um material policristalino. A análise de textura é um método estatístico, portanto, é necessário analisar um número suficiente de cristalitos, que são caracterizados pelos seus respectivos sistemas de coordenadas do cristal K_A (Figura 16). Em primeiro lugar, a distribuição de orientação tem que ser relacionada com um sistema de coordenadas da amostra (ou do material) K_B usando a orientação g de todos os grãos. O sistema de coordenadas da amostra pode ser definido pelo modo de deformação ou pela forma da amostra. Na Figura 16, o sistema de coordenadas da amostra é ilustrado para um processo de laminação (RD – direção de laminação, TD – direção transversal e ND – direção normal). A função de distribuição da orientação $f(g)$ resultante representa a fração volumétrica dV de grãos com um determinado incremento de orientação dg . Uma descrição detalhada dos diferentes modos de se descrever a orientação g dos grãos através dos ângulos Eulerianos, dos índices $(hkl)[uvw]$ ou da matriz de rotação pode ser encontrada em [87][88].

Em segundo lugar, a distribuição da orientação pode depender da localização do elemento de volume dentro de uma amostra compacta, de modo que um gradiente de textura é observado. Exemplos típicos são os produtos semiacabados. Consequentemente, a orientação do cristal tem que ser relacionada não somente com o sistema de coordenadas da amostra, mas também com as posições x , y e z na amostra, no que se denomina estereologia de orientação[87].

Em terceiro lugar, a textura cristalográfica medida, documenta o presente estado do material. Qualquer tratamento termomecânico ou recozimento pode alterar a textura, de modo que durante um tratamento a textura muda com o tempo em função dos parâmetros do processo. Para um entendimento detalhado de tais processos, é de grande interesse

acompanhar a mudança de textura durante o processamento. Portanto, recentemente métodos in-situ para análise de textura têm sido desenvolvidos e requerem possibilidades de varredura rápida adaptadas às velocidades de reação, como por exemplo, em casos de recristalização ou carregamento mecânico[87].

Figura 16 – Definição da orientação g para um grão individual. K_A é o sistema de coordenadas para um cristalito (ou grão), K_B é o sistema de coordenadas da amostra ilustrado com as direções RD (direção de laminação), TD (direção transversal) e ND (direção normal).

Devido à estrutura cristalina do material, as propriedades físicas e mecânicas de monocristais são anisotrópicas, de modo que a textura cristalográfica também descreve a anisotropia de propriedades de um policristal. Consequentemente, a anisotropia das propriedades de um material policristalino texturizado (tais como módulo de elasticidade, condutividade elétrica, expansão térmica, anisotropia plástica ou comportamento magnético) situa-se entre a anisotropia do monocristal e o comportamento isotrópico de um material sem orientação preferencial de grãos, conforme ilustra o diagrama em coordenadas polares na Figura 17[87].

Figura 17 – Anisotropia de monocristal e policristal [87].

As figuras de polo são usadas para a representação gráfica das texturas. Uma figura de polo é uma projeção de direções em um plano. Muitas vezes a projeção estereográfica é

usada, que é mostrado na Figura 18a. Uma direção é definida por uma linha de centro de uma esfera (O) até um ponto na superfície da esfera (A). A direção pode ser, por exemplo, a normal de um conjunto de planos de rede. Quando o ponto A é visto do ponto P, o ponto de intersecção B marca a projeção estereográfica da direção $\overline{OA}$ em um plano. As orientações determinadas desta forma podem ser desenhadas em uma grade polar (Figura 18b). Quando a distribuição de intensidade é obtida a partir da medição de uma reflexão em treliça com índices hkl , onde a amostra é rotacionada em torno de dois eixos (ângulos α e β) e desenhado em cada grade polar usando linhas de contornos, é chamada de figura de pólo. A intensidade difratada é proporcional à fração de cristalitos dentro do volume ensaiado e orientado na direção específica[87].

Figura 18 – (a) projeção estereográfica. (b) Grades polares na qual são desenhadas as figuras de polo. (c) Parte da grade polar usada para figura de polo invertida de um material cubico[87].

Três ângulos são necessários para definir a orientação de um cristalito em relação aos eixos de uma amostra, onde diferentes conjuntos de ângulos são possíveis. Uma escolha comum é o conjunto dos ângulos de Euler φ_1 , ϕ e φ_2 para as rotações consecutivas em torno do eixo z, eixo x e novamente eixo z [88]. Matematicamente, a textura pode ser descrita pela função de distribuição de orientação (ODF) $f(g)$ com a orientação g (φ_1 , ϕ , φ_2). Como a intensidade difratada não depende do ângulo de rotação em volta do vector de dispersão, dois ou mais números de polos têm de ser determinados para um cálculo da ODF, onde o número necessário de figuras de polos e as escolhas adequadas dos planos hkl dependem da simetria do cristal e da simetria da amostra. Funções de distribuição da orientação são normalmente traçadas para um conjunto de valores diferentes de φ_1 (por exemplo, a cada 5°), para cada φ_1 , a distribuição é desenhada como um gráfico de contorno com os eixos ortogonais ϕ e φ_2 [88].

Uma descrição muito prática da função de distribuição da orientação, que pode ser calculada a partir de ϕ_1 , ϕ e ϕ_2 , é o plano cristalográfico ($h\ k\ l$) e a direção cristalográfica (uvw) paralelos à direção de laminação. Uma representação da orientação do cristal em relação à orientação da amostra é chamada de figura de polo invertida. Apenas uma parte da grade polar é necessária para tal representação, dependendo da simetria cristalina do material (Figura 18c)[87].

2.6.2.1 - Medição de Textura em Laboratórios

2.6.2.1.1 - Difração de Raios-X

Como método laboratorial padrão, a difração de raios X é a mais comumente utilizada para medições de textura. A configuração essencial de um difratômetro de textura de raios-X Consiste de um tubo de raios-X, um detector e um goniômetro de quatro círculos chamado Berço Eulerian. Dois métodos de medição da figura de polo são geralmente utilizados, a reflexão e geometria da transmissão (Figura 19). A amostra é rodada em dois eixos, inclinação (χ na reflexão e ω na transmissão) e rotação (ϕ na reflexão e χ na transmissão) em uma posição fixa do detector (2Θ) para um determinado plano cristalográfico. Como os raios X são fortemente absorvidos pela matéria, a transmissão geometria é aplicável a películas finas ou materiais com baixa absorção. Figura 20 representa a figura de polo de grade de 5 x 5 em inclinação e rotação, e a figura de polo com a cobertura em uma posição de amostra usando diferentes tipos de detectores. Mais que uma figura de polo pode ser medida simultaneamente usando um detector de posição sensível (detector de linha) cobrindo mais de uma reflexão. Dentro Além disso, vários pontos de medição em cada figura de polo podem ser cobertos simultaneamente utilizando um detector bidimensional sensível à posição (detector de área). Devido ao baixo poder de penetração e ao pequeno tamanho do feixe em Difração de raios-X de laboratório, quando comparados com os de nêutrons, baixas estatísticas de grãos são obtidos em materiais de granulometria grosseira. Para aumentar as estatísticas de grãos, as amostras são osciladas em alguns milímetros durante as medições e são assumidas texturas homogêneas na área oscilada. Outra forma de aumentar as estatísticas é adicionar os números de polo medidos em mais de uma posição (ou amostra). Devido ao forte efeito de desfocagem e à geometria de difração, as figuras polares completas não podem ser medidas por difração de raios-X de laboratório. Na geometria de reflexão, a medição da figura do polo é realizada em geral até $\chi\ 70^\circ$ ou no máximo $\chi\ 85^\circ$. Pelo contrário, a parte periférica da figura de polo é

coberta na geometria de transmissão. Na transmissão, os valores dos polos são medidos até ω 55° ou no máximo ω 60°[87].

Figura 19 – Geometria de difração nas medições de figuras de polo; a) em reflexão e b) em transmissão[87].

Figura 20 – a) Figura de polo medida com espaçamento de 5x5 na inclinação e rotação. Cada ponto é medido individualmente, por um ponto ou uma linha de detector. b) Imagem de difração de Mg extrudado em um detector de área. A figura de polo é coberta por uma linha de difração nesta imagem, por exemplo: (002) é marcado na imagem a) por uma linha preta[87].

Diversos métodos são usados para se obter figuras de polo completas, por exemplo, recálculo da figura de polo a partir da função de distribuição de orientação (ODF), combinação de transmissão com o método de reflexão, ou o uso de amostras oblíquas. No entanto, os dois últimos métodos são raramente utilizados devido a dificuldades na medição preparação de amostras, enquanto que o cálculo ODF se tornou procedimento em análise de textura de raios-X. Encontra-se frequentemente em medidas práticas que alguns picos de difração estão localizados muito próximos uns dos outros ou totalmente sobrepostos, especialmente em amostras polifásicas e/ou materiais com baixa simetria cristalina. Nesses

casos, os picos sobrepostos dificilmente serão usados para medições, a menos que se possa empregar o pico de ajuste matemático para picos. Apesar das limitações acima, a técnica de difração de raios-X de laboratório é o mais amplamente utilizado para análise de textura, devido à facilidade no uso, baixo custo e preparação de amostra relativamente fácil[87][88].

2.6.2.1.2 - Difração de Elétrons

A determinação de orientação por difração de elétrons é realizada pela indexação dos chamados padrões de Kikuchi ou padrões de pontos de difração, utilizando, por exemplo, Difração de área (SAD) ou difração de elétrons convergentes de pequeno ângulo (SCBED). A Figura 21 ilustra a formação da linha Kikuchi e ponto padrão SCBED. Os padrões Kikuchi em MEV e MET são formados de maneira semelhante. A única diferença é que em SEM os elétrons de retroespalhados têm uma direção oposta para o feixe incidente, enquanto no MET os elétrons transmitidos formam os padrões de Kikuchi. Quando um feixe de elétron é direcionado para uma amostra cristalina, os elétrons são dispersos a partir de planos de retículo de acordo com a lei de Bragg. Esses elétrons dispersos emergem ao longo de cones de difração tendo um ângulo de abertura de $180^\circ - 2\theta$ [87].

Figura 21 – a) Formação de linhas de Kikuchi no MET. b) Padrões de ponto em MET-SCBED, padrões de Kossel-Möllenstedt no caso $2\alpha < 2\theta$ [87].

Quando os cones de elétrons difratados cruzam uma tela, eles formam linhas Kikuchi na tela. A utilização de SCBED em resultados de MET tem melhorias significativas na resolução espacial abaixo de 10 nm, enquanto SAD fornece informação média de cerca de $0,5\mu\text{m}$. Uma vez que o feixe é focalizado para um ângulo de convergência menor (2α) que o ângulo de difração (2θ), o padrão de ponto não sobreposto pela difração elástica de elétrons é

observado no MET, denominado padrão de Kossel-Möllenstedt. Com a ajuda dos desenvolvimentos de Microscopia eletrônica, técnicas de computador e indexação automatizada de padrões, por exemplo, indexação de padrões de Kikuchi com base na transformação de Hough, ou SAD padrões pontuais indexados por casamento de padrões, a difração de elétrons tornou-se uma ferramenta importante para a análise de microestrutura e textura. O poder real da difração de elétron na análise de materiais está na determinação simultânea de orientação e microestrutura com alta resolução angular e lateral em uma posição definidas da amostra. Também, a análise química de energia dispersiva de raios-X (EDX) pode ser realizada simultaneamente com mapeamento de orientação. Baseado nas possibilidades acima, os componentes de textura podem ser separados em relação aos elementos microestruturais, por exemplo, composição química, tamanho de grão, fase, posição, etc. Importante da difração eletrônica é a possibilidade de medição direta da textura, a orientação tridimensional no ponto de medição é determinada pela indexação dos padrões de difração. Portanto, os resultados de difração eletrônica podem ser apresentados diretamente no espaço de orientação sem adição de cálculos matemáticos, que são necessários em medições de raios-X e Nêutron. Com base nesse recurso, os possíveis erros que ocorrem durante os tratamentos matemáticos podem ser evitados em difração de elétrons. No entanto, mapeamento de longo tempo e grande escala é necessário para se obter estatísticas satisfatórias para a determinação da textura global, o que dificilmente se obtém no TEM. A qualidade de difracção é muito sensível às condições de amostra, por exemplo, planicidade da superfície da amostra, tamanho de grão, densidade de deslocamento, condutividade elétrica, etc. Em difração de eletrons retroespalhados (EBSD) em MEV, Figura 22, os elétrons penetram apenas algumas dezenas de nanômetros, a qualidade do padrão é ainda mais sensível do que no TEM. É geralmente recomendado para usar correntes de alto feixe para obter uma alta relação sinal/ruído em MEV-EBSD e também para aplicar polimento eletrolítico para evitar danos na amostra durante a preparação[87].

Figura 22- Representação esquemática do MEV no modo EBSD. a) Representação esquemática do arranjo interno do MEV para uso do EBSD, com o posicionamento da amostra inclinada 70° em relação ao feixe de elétrons e do detector de EBSD em frente da amostra; b) representação esquemática da difração de elétrons conforme lei de Bragg, mostrando como é formado as linhas de Kikuchi no MEV-EBSD.

2.7- TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA (TC)

A primeira varredura por Raio-X em Tomografia Computadorizada foi feita em 1972 por Godfrey N. Hounsfield no laboratório de pesquisa EMI em Londres [89]. A Figura 23 mostra os princípios básicos em 3D dos Raios-X de tomografia computadorizada. Os Raios-X são gerados na fonte de Raio-X, que atravessa uma amostra e são colhidos por um detector. A amostra fica fixada em uma base giratória, e as mesmas completam o giro de 360° entre passes. Essencialmente, é usado um feixe cônico e um detector de matriz que possibilita analisar pequenos detalhes ou grandes áreas da amostra. Um conjunto de imagens projetadas é capturado em certas posições angulares, e para a reconstrução de uma imagem tridimensional são usados algoritmos matemáticos.

Figura 23- TC esquemático [Tese Stefan]

O raio-X foi descoberto por Wilhelm Conrad Roentgen, São gerados usando um tubo de Raio-X, que esta esquematizada na figura 1. O catodo (filamento) é aquecido e elétrons (e^-) são emitidos e acelerados por uma Tensão U [90]. Os elétrons acelerados colidem com um ânodo quando então desaceleram para uma velocidade de aproximadamente 1 mm/s a uma distância de 10 a 10nm [91]. Essas interações são transferências de energia cinética dos elétrons aos átomos do material do anodo. Essa energia cinética, energia de movimento adquirida com a aceleração dos elétrons, pode ser transferida para o anodo na forma de energia térmica (calor) ou energia eletromagnética (radiação infravermelha ou raios X, podendo estes últimos ser radiação característica ou de freamento), diminuindo a velocidade dos elétrons até estes pararem. Essa conversão de energias depende em que parte do átomo do material o elétron vai interagir. Os átomos são compostos por um núcleo (prótons e nêutrons) e camadas orbitais ocupadas por elétrons. Então, os elétrons acelerados em direção ao anodo podem interagir tanto com o núcleo dos seus átomos, como com os elétrons das suas diversas camadas orbitais [90].

2.7.1 - Reconstrução de dados

Para a realização de tomografia computadorizada são necessárias diversas imagens de projeção obtidas em diferentes direções radiográficas. A Figura 24 mostra uma imagem radiográfica de projeção. Em uma medição de TC os Raios X incidem sobre uma amostra fixa com intensidade I_0 e são colhidos do outro lado da amostra por um detector com intensidade menor I_d , conforme descrito pela lei de Lambert-Beer (Eq. 13) [92].

$$I_d = I_0 \cdot e^{-\mu x} \quad \text{Eq. 13}$$

Onde: I_0 = Intensidade do feixe antes de atravessar o material absorvedor

I_d = Intensidade do feixe após de atravessar o material absorvedor

μ = coeficiente de atenuação linear

x = espessura do material absorvedor

O coeficiente de atenuação linear μ depende do material e compreende os efeitos fotoelétricos e de espalhamento, além da produção de pares.

Figura 24 – Imagem de radiográfica em uma amostra de ZK60 com 2,5% em peso de mischmetal comprimida [93].

Após a captura de uma imagem radiográfica, o prato giratório é rotacionado com um passo angular definido e uma nova imagem será capturada. Este processo é repetido várias vezes até centenas de imagens de projeção forem adquiridas. A quantidade de imagens depende da resolução desejada e do detector utilizado. O método de *filtered back projection* (FBP) [93], é usado para a reconstrução de dados tridimensionais (Figura 25) a partir de imagens de projeção bidimensional.

Figura 25 – Reconstrução tridimensional- amostra de ZK60 com 2,5% em peso de mischmetal comprimida [93].

CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 - MATERIAIS

Para a execução deste trabalho, todas as ligas foram confeccionadas no departamento de Engenharia de Materiais da EESC (SMM-USP). A liga ZK60 que tem composição química esperada de Mg-6%Zn-1%Zr em peso, foi confeccionada usando as seguintes matérias primas: magnésio metálico, liga de adição Zirmax (Mg-33,3%Zr) e zinco eletrolítico. Para as ligas ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo que tem composição química esperada de Mg-6%Zn-1%Zr-1,5%RE em peso, foi confeccionada usando os mesmos elementos da liga ZK60 e acrescentado 1,5 % em peso de mischmetal (55 % Ce, 24 % La, 15 % Nd, 4 % Pr).

3.2 - FUNDIÇÃO

As fusões foram feitas em um forno resistivo com sistema de agitação mecânica acoplado, conforme mostrado na Figura 26, com capacidade de aquecimento de até 15 °C por minuto e temperatura máxima de trabalho de 900 °C, este equipamento foi projetado pelo autor deste projeto atendendo às necessidades para a confecção de ligas de magnésio, principalmente no quesito proteção atmosférica, uma vez que as fusões de ligas de magnésio apresentam altos riscos se houver contato de oxigênio com o material acima de 100 °C, pois nesta temperatura o magnésio passa a ser considerado combustível e acima de 350° C o mesmo é considerado explosivo [94]. Uma vez inflamado, o risco de explosão passa a ser eminente, pois o material se aquece muito rápido, dificultando a ação corretiva. Caso ocorra algum incidente, deve se usar extintores de incêndio específicos e/ou areia em grande quantidade, com a finalidade de barrar o contato do oxigênio do ar com o material. O controle atmosférico é extremamente importante nas fusões de ligas de magnésio, e com a finalidade de manter o menor custo possível com alto nível de qualidade na produção, foi mesclado de forma sistemática o uso de bomba de vácuo e adição de gás (argônio), conforme a sequência seguinte: depois do forno lacrado e antes de ligar as resistências, a bomba de vácuo é acionada até a pressão de -0,45 a -0,6 bar, quando então é introduzido argônio até a pressão atingir 0 bar, a bomba continua ligada durante todo o processo e a vazão de argônio é controlada entre 2-4 l/min. A pressão interna foi mantida entre -0,15bar e -0,3bar, para evitar a perda de material por evaporação.

O sistema de agitação mecânica se movimenta na posição vertical quando acionado em um percurso de aproximadamente 450 mm sob um trilho fixo, a agitação é feita por um motor de 0,5 cv conectado a uma pá fabricada de aço SAE AISI1020 (Figura 27(b)). A pá em

formato de elice (rosca de transporte) foi projetada usando softwares tridimensionais para garantir eficiência, pois a mesma tem influência direta na composição, homogeneidade e refino da microestrutura. Neste projeto, a pá com velocidade de rotação de 10 Hz, foi introduzida durante o aquecimento em 760 °C e retirada no fim do processo, seguindo os intervalos térmicos de cada material, conforme E.P. Silva et. all [94] e apresentado no Capítulo 4.

Figura 26- Imagens do forno resistivo usado para a fusão das ligas ZK60 e ZK60-RE.

Para a fusão das ligas foi usado um cadinho cilíndrico, com diâmetro de 120 mm e altura de 420 mm, confeccionado em aço SAE AISI1020. O material do Cadino, bem como da pá de mistura, foram selecionados visando eficiência e custos, pois, o aço 1020 apresenta baixo custo e tem temperatura de trabalho superior à de fusão das ligas de magnésio. Foram fundidos aproximadamente 5 Kg de Mg em cada etapa de fusão e, para suprir as perdas causadas por evaporação e/ou decantação, foi adicionado materiais conforme a seguinte proporção: Mg-8,5%Zn-1,5%Zr em peso para liga ZK60 e para ligas ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo foi acrescido 2 %p/p de Mischmetal, estes valores foram obtidos experimentalmente, uma vez que a evaporação depende do tempo de permanência do material em alta temperatura, da magnitude do vácuo aplicado e a decantagem depende dos elementos de liga utilizados para fundir a liga e do sistema de agitação.

As ligas do tipo ZK apresentam tendência de formação de trica à quente durante os

processos de solidificação, devido ao alto coeficiente de dilatação térmica do magnésio e diferenças de patamares térmicos muito grande entre os intermetálicos do tipo MgZn (temperatura de fusão de $\sim 350^\circ$) e o magnésio (temperatura de fusão de $\sim 610^\circ\text{C}$)[94]. Com a finalidade de obter melhores propriedades mecânicas nas ligas estudadas, através do refino de grão, homogeneidade química, ausência de porosidade e trincas de solidificação, o resfriamento passou a ser controlado através do método de resfriamento direcionado em molde permanente, conhecido em inglês como: Permanent Mould In direct Chill Casting (PMICC), apresentado na Figura 27. O cadinho foi retirado do forno e mergulhando em um reservatório contendo água a temperatura ambiente, com velocidade de descida constante de aproximadamente 100 mm/min.

Figura 27- Permanent Mould In direct Chill Casting (PMICC); a) imagem representativa do PMICC; b) imagem mostra o momento em que o cadinho contendo a liga de Mg é mergulhado de forma contínua em água.

3.3 - MACRO TOMOGRAFIA

As análises de macro tomografia foram realizadas usando o tomógrafo de dupla fonte calculada RayScan 250E instalado na Universidade de Ciências Aplicadas *Campus Wels*, Áustria (FHOÖ Wels), Figura 28. Para a realização da análise os seguintes parâmetros foram utilizados: tamanho de Voxel de 115 μm , energia de 190 kV, corrente de 630 μA , tempo de 5000 ms, projeção de 1080 e filtro de estanho (Sn) de 1 mm.

Figura 28- tomógrafo de dupla fonte calculada RayScan 250E

3.4 - ANÁLISES MICROESTRUTURAIS

As ligas foram preparadas para análise metalográfica nos modos tradicionais de lixamento com papel de SiC até #4000, polimento com OPS (Sílica coloidal) por 30 segundos seguido de polimento com pasta de diamante de 0,25 μm e finalizado com polimento com OPS por 10-15 segundos. Para as análises por MEV no modo de Difração de Elétrons Retro espalhados (EBSD), as amostras foram lixadas em papel de SiC manualmente e sem aplicação de força até #2500 lubrificada com água e #4000 com álcool, polimento manual durante 2 minutos com OPS. Em seguida, foi realizado um polimento em máquina com carga de 10 N por 90 minutos em pasta de diamante de 0,25 μm e finalizado com polimento manual sem carga por 30 segundo com OPS. A preparação para EBSD é mais crítica, pois, as amostras devem estar isentas de deformações causadas pela preparação, além de camadas finas de óxidos, comum em ligas de magnésio, dificultarem a obtenção de bandas de Kikuchi.

As microestruturas foram analisadas por Microscopia Óptica em um equipamento SteREO Discovery V12 da Zeiss e por Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) utilizando um microscópio FEI Inspect FL50 e ZEISS Ultra 55, nos modos de elétrons retro espalhados (BSE) e elétrons secundários (SE). As análise no modo EBSD foram feitas em um microscópio ZEISS Ultra 55 com um detector da Oxford e os resultados foram processados com o software Channel 5 da Oxford.

3.5 - LAMINAÇÃO

Decorrente da limitação do laminador (Figura 12(a)), quanto à geometria das placas e às taxas de deformação aplicadas, foram usadas placas com dimensões iniciais de: 50x60x17

mm de largura, comprimento e espessura, respectivamente. Todas as chapas foram laminadas para redução total de aproximadamente 65 %, seguindo passes conforme descrito abaixo:

- ZK60: temperatura de 315 °C, passes de 10 % de redução.
- ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE-TIXO: temperatura de 345 °C, passes iniciais de 2,5 % de redução até aproximadamente 50 %, seguidos de dois passes de 15 % de redução.

As chapas foram colocadas no forno durante 30 minutos antes do primeiro passe, depois de cada passe as mesmas foram retornadas ao forno por 15 minutos, procedimento executado para garantir a homogeneidade térmica. No final do processo de laminação as placas foram calibradas, retornadas ao forno durante 20 minutos e por fim, resfriadas em água. Para a laminação, foram usados forno e laminador instalados no departamento de Engenharia de Materiais da EESC (SMM-USP), conforme ilustrado na Figura 29, um forno resistivo com aquecimento até 1300 °C, precisão de ± 2 °C e laminador de dois rolos simétricos com 75 mm de diâmetro e rotação controlável com velocidade máxima de 13 rpm.

Figura 29- Imagens com equipamentos usados para laminação; a) Laminador de dois rolos; b) forno resistivo.

3.6 - MACRO E MICROTTEXTURA

Foram feitas análises de macro e microtextura das chapas laminadas, ambas foram medidas nas secções transversais. Para a macrotextura foi usado o difratômetro Panalytical MRD-XL. Foram medidas cinco figuras de polo ($\{10\bar{1}0\}$, $\{0002\}$, $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$ e $\{11\bar{2}0\}$) para o cálculo da função orientação de distribuição (do inglês, *Orientation Distribution Function* – ODF). As medidas foram efetuadas usando um feixe de 2 mm x 2 mm, o phi foi variado de 0° a 360°, com passo de 5°, e chi variando-se de 0° a 85°, com passo de 5°. Foram calculadas as poli figuras $\{0002\}$, $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}0\}$ e $\{11\bar{2}0\}$ com o software Texture Xpert®. As análises de microtextura foram feitas em microscópio eletrônico de varredura ZAISS Ultra

55 no modo EBSD com detector da Oxford e processadas em software Channel 5, com área de 600 x 1000 μm e tamanho de passo de 0,25-0,55 μm .

3.7 - PROPRIEDADES MECÂNICAS

3.7.1 - Ensaio De Tração

Para análise da resistência mecânica e identificação das distribuições das deformações, foram feitos ensaios de tração com monitoramento da deformação instantânea através de fotografias e calculado pela movimentação de pixels com o software Aramis. Para tanto, foi confeccionado dois corpos de prova para cada condição ensaiada, com dimensionamento seguindo padrões da norma ASTM E8M e mostrado na Figura 30(a). Para uso das imagens, alguns cuidados com a iluminação e preparação dos corpos de prova foram tomados. A preparação dos corpos de prova foi feita conforme a sequência: As superfícies foram lixadas com lixa d'água #1200 e lavadas em álcool, posteriormente foi aplicado uma camada de *lackspray* de cor branca da marca AQUA e aguardado a secagem em no mínimo uma hora (Figura 30(c)), quando então uma solução com 4 ml de etanol, 0,4 g de grafita em pó e 4,5 ml (4 gotas) da solução H_2O 10% Mm de açúcar cristal, foi pulverizada na superfície transversal do corpo de prova com uso de uma pistola aero gráfica AB200 da marca Conrad electronic. As partículas de grafita ficaram finas e homogeneamente distribuídas (Figura 30(d)), possibilitando uma maior precisão nos cálculos.

Figura 30- Corpo de prova confeccionado para ensaios de tração. a) simulação em software e dimensionamento conforme norma ASTM E8M, b) CP pós-usinagem, c) CP com aplicação do *lackspray* e d) CP com preparação final e detalhando a superfície onde foram pulverizadas partículas de grafita.

Os ensaios de tração foram feitos no equipamento TesTWinner 922 da marca TesT GmbH, instalado no departamento de materiais híbridos do Centro Aeroespacial Alemão (DLR), em colônia- Alemanha. Foram executados com velocidade de deformação constante de 0,074 mm/min e uma foto foi tirada a cada 10 segundos, com uma câmera D720 da marca NIKON que foi fixada em frente à secção transversal do corpo de prova, conforme apresentado na Figura 31.

Figura 31- Posicionamento do corpo de prova (CP) e da câmera fotográfica durante ensaio de tração no equipamento TesT.

3.7.2 - Mapeamento De Microdureza

As análises de microdureza foram realizadas utilizando um equipamento Hardness Tester MMT-X7 da CLEMEX, instalado no departamento de Materiais Híbridos do Centro Aeroespacial Alemão (DLR) em Colônia-Alemanha. Foram feitos mapeamento de microdureza Vickers (HV) na secção transversal dos cordões de solda, com 1173 indentações para cada amostra, usando uma carga de 0,3 Kg, divididas em 17 linhas e 69 colunas espaçadas em 0,3 mm.

3.7.3 - Tensão Residual

A tensão residual (TR) foi determinada para as juntas de topo produzidas com rotações de 1200 rpm e velocidade de avanço de 100, 200 e 400 mm/min, nas ligas ZK60, ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo como fundidas e laminadas, usando o Difractômetro de Raios-X PANALYTICAL MRD-XL, instalado no departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de São Carlos (EESC-USP). Para tanto foi usado o método Sin^2Psi com energia fixa e variando o 2θ , aplicando sete Psi espaçados entre 0° e 76° . Foram colhidos somente os valores de TR longitudinais, pois, são representativos por apresentarem os

maiores valores para as soldas FSW. Estes valores foram determinados com base na média dos resultados obtidos com as linhas de difração do Mg (201), (112) e (103) levando em conta as respectivas multiplicidades. Por causa da microestrutura SSC grosseiras, as análises de tensão foram realizadas com um feixe incidente de 2 mm x 2 mm e com modo oscilação de amostra em 10 mm ao longo da direção do cordão de solda.

3.8 - SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA (FRICTION STIR WELDING- FSW)

Para serem soldadas através do processo de Fricção e Mistura Mecânica (Friction Stir Welding), foram separados dois conjuntos de placas das ligas ZK60; ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo, fundidas e laminadas. As soldas foram feitas com o equipamento para soldagem por fricção e mistura mecânica - modelo RM1 - Manufacturing Technology, Inc, do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), Campinas, Brasil, conforme Figura 32.

Figura 32- equipamento para soldagem por fricção e mistura mecânica - modelo RM1 - Manufacturing Technology, Inc, do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM).

O material selecionado para confecção das chapas foram obtidas de um mesmo bloco para cada liga, e extraídas preferencialmente de regiões mais centrais. Todas as chapas utilizadas para soldagem foram usinadas através de fresagem até dimensões finas de: 40 mm de largura, 5,4 mm de espessura e 200 mm de comprimento. As soldagens foram feitas em juntas de topo sem espaçamento entre as chapas, conforme Figura 33.

Figura 33-Imagem ilustrando a configuração das juntas, direção de soldagem e ferramenta, aplicadas nas soldas FSW das ligas estudadas.

A ferramenta para soldagem foi confeccionada em aço ferramenta AISI H13, com diâmetro do ombro de contato igual a 18 mm e pino móvel de aço GGD APT knife steel (Aço Prata) de ponta cônica com diâmetro da base maior de 5 mm e altura de 5 mm, conforme ilustrado na Figura 34. A ferramenta e os pinos foram usinados para dimensões finais e tratados termicamente por têmpera seguido de revenimento, a ferramenta teve dureza final de 52 RC e o pino 65 RC.

Figura 34-Representação esquemática da ferramenta usada para a soldagem FSW das ligas estudadas.

As soldas foram feitas com velocidade de rotação de 1200 rpm e velocidade de avanço de 400 mm/min com força aplicada de 15 KN , exceto para a liga ZK60 laminada, que apresentou trincas superficiais quando aplicada estas variáveis, por isso para esta amostra, foram mantidas a velocidade de rotação e a força porém com a aplicação de uma velocidade

de avanço menor e igual a 200 mm/min. Todas foram feitas com inclinação da ferramenta (*tilt angle*) de 3°.

De acordo com Wei et All [85], o aporte térmico (AT) [kJ/mm] é calculado por:

$$AT = \frac{2\pi\omega T}{1000v} \quad \text{Eq. 14}$$

Onde ω é a rotação [rpm]; T é o torque [N.m] e v é a velocidade de avanço [mm/min].

CAPÍTULO 4 - LIGAS COMO FUNDIDAS

4.1 - INTRODUÇÃO

O magnésio com densidade de $1,73 \text{ g/cm}^3$, 30 % menos que o alumínio, é o material estrutural com menor densidade. Porém, sua manufatura é muito complexa, devido ao fato de ser altamente inflamável quando em alta temperatura e em contato com o oxigênio [30], além de que o composto *mischmetal*, elementos de liga utilizados neste trabalho, formado por elementos de terras raras como cério (Ce), lantânio (La), neodímio (Nd) e praseodímio (Pr), são todos altamente reativos, susceptíveis à formação de óxidos entre outros compostos [95]. Este capítulo mostra os resultados dos estudos do processo de fundição em forno resistivo e com sistema de agitação mecânica, bem como caracterização micro estrutural, análise de resistência à corrosão e à tração das ligas como fundidas (sem processamento pós-fundição). Estabelecendo comparação entre a liga com adição de *mischmetal* (Mm) (ZK60-1,5RE) e sem Mm (ZK60), assim como entre os processos de fundição para as ligas com adição de Mm: fundição convencional (ZK60-1,5RE) e fundição com batimento no estado semissólido (ZK60-1,5RE Tixo).

4.2 - FUNDIÇÃO

Para a fusão das ligas foi usada temperatura máxima de 820°C e patamar de 10-20 min, o suficiente para liquefazer todo material, dissolverem as partículas de zircônio e não ocorrer perda de material por evaporação. Patamares inferiores a 15 minutos para homogeneização da temperatura e temperaturas de resfriamento do material de 650°C para as fusões convencionais (todo material se encontra em estado líquido) e de $615\text{-}625^\circ\text{C}$ para as fusões com batimento no estado semissólido (O material se encontra parcialmente sólido, aproximadamente 50 %) [94].

Os gráficos da Figura 35 mostram os resultados dos ciclos térmicos durante todo o tempo em que o material era mantido dentro do forno com atmosfera protegida. A Figura 35(a) mostra os resultados para as fusões convencionais (ZK60 e ZK60-1,5RE), com aquecimento até temperatura máxima de 820°C e patamar de 10 minutos, resfriamento até temperatura mínima de 650°C e patamar de 15 minutos. A Figura 35(b) apresenta os resultados para as fusões com batimento no estado semissólido (ZK60-1,5RE Tixo), com aquecimento até temperatura máxima de 820°C e patamar de 20 minutos, resfriamento até temperatura mínima de 624°C e patamar de 15 minutos.

Figura 35- Curvas Térmicas para as ligas: a) ZK60 e ZK60-1,5RE confeccionadas pelo método de fusão convencional e b) ZK60-1,5RE Tixo confeccionada por tixofundição.

O aumento da taxa de resfriamento é a principal ferramenta para conseguir o refino de grãos, porém, quando o resfriamento é feito com velocidades muito elevadas o bloco fundido apresenta defeitos de porosidades e trincas térmicas, devido às tensões de solidificação. Para obtenção de um material sem defeitos e ao mesmo tempo com microestrutura mais refinada, foi usado resfriamento com velocidade controlada pelo método *Permanent Mould In direct Chill Casting* (PMICC). A taxa de resfriamento foi controlada pela velocidade constante de descida do cadinho no fluido refrigerante, de aproximadamente 100 mm/min, conforme Figura 36.

Figura 36- Curvas de resfriamento pelo método *Permanent Mould In direct Chill Casting* (PMICC); a) ZK60 e ZK60-1,5RE e b) ZK60-1,5RE Tixofundida.

A Figura 37 apresenta os tarugos obtidos através do PMICC, onde pode ser observada a ausência de defeitos superficiais e rechupe de solidificação.

Figura 37- Tarugos da liga ZK60-1,5 RE resfriado pelo método PMICC, a) tarugo depois de retirada do cadinho; b) tarugo após faceamento através de usinagem em torno convencional.

A Figura 38 mostra as imagens de tomografia realizada nos blocos fundidos. As análises foram feitas com baixa resolução, devido ao diâmetro dos blocos, com tamanho mínimo observável de 0,5 mm. O método de fundição tanto convencional quanto com batimento no estado semisólido foram eficazes, gerando tarugos sem macrodefeitos e com poucas partículas de inclusões localizadas superficialmente. O tamanho máximo das partículas de inclusões são de aproximadamente 1 mm. Macrodefeitos como trincas e poros, comuns em materiais fundidos, não foram observados.

Figura 38- Imagens de tomografia realizadas nos blocos como fundidos com intensidade máxima.

4.3 - ANÁLISES MICROESTRUTURAIS

Para análise da distribuição, tipo e morfologia dos intermetálicos, foram realizadas análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e mostradas na Figura 39. A liga ZK60 apresenta redes de intermetálicos globulares, intermitentes e localizada na região de contornos de grão (Figura 39(a)) com morfologia eutética formada por finas lamelas de fase MgZn, bem como pequenas partículas de MgZnZr/ ZnZr, de aproximadamente 2-5 μm , localizadas nas regiões de maior concentração de intermetálicos, conforme Figura 39(b). A liga ZK60-1,5RE apresenta redes de intermetálicos com distribuição homogênea e parcialmente dendrítica (Figura 39(c)), de fase predominante MgZnRE com partículas pontualmente distribuídas de ZnZr, com tamanho de 5-10 μm , conforme Figura 39(d). O batimento no estado semissólido deu origem a uma microestrutura formada por redes contínuas e distribuição heterogênea de intermetálicos, com regiões nitidamente dendríticas e outras globulares e mais refinadas (Figura 39(e)), de fases MgZnRE mesclada com MgZn e partículas de ZnZr, pontuais e similares a observada para liga ZK60-1,5RE, conforme observado na Figura 39(f). As análises de quantificação de fração dos intermetálicos, Tabela 6, mostram valores menores para a liga ZK60, com 6,6 % de intermetálicos, como já era esperado devido à adição de menor quantidade de elementos de liga. Para as ligas ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo foram observados valores similares, de 7,6 % e 7,8 %, respectivamente.

Figura 39- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) das ligas como fundidas: a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f) Zk60-1,5RE Tixo.

Assim como o estudo dos intermetálicos, a análise de tamanho de grãos de um material é de fundamental importância para qualificação da resistência mecânica. Mesmo a relação de Hall-Petch não tendo validade para as ligas como fundidas aqui estudadas, devido à microestrutura grosseira de fusão [96], o refino de grão favorece a melhor distribuição dos intermetálicos, pois os mesmos são observados preferencialmente nas regiões de contornos de grãos. Os estudos da morfologia e tamanho de grãos foram feitos através de análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD), conforme mapeamentos de Polo Figura Invertida (IPF) mostrados nas imagens da Figura 40. Para análise da influência da adição de Mm no refino da microestrutura,

comparamos as ligas ZK60 e ZK60-1,5RE, fundidas de forma similar (fusão convencional), e foi observado tamanho de grãos médio de 150 para liga ZK60 que é aproximadamente 22 % maior que o observado para liga ZK60-1,5RE, com 126. Comparando o método de fundição, a liga produzida com batimento no estado semisólido (ZK60-1,5RE Tixo) teve tamanho médio de grãos de 101, aproximadamente 26 % maior que a liga produzida pelo método convencional (ZK60-1,5RE), além de apresentar distribuição de grãos mais homogênea, conforme Figura 40(c). As três ligas apresentaram microestrutura formada por grãos globulares, oriundos do sistema de batimento mecânico e dos métodos de resfriamento direcionados (PMIC).

Figura 40- Mapeamento (IPFs Mapping) feito através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo de Difração de Elétrons Retro espalhados (EBSD) nas ligas como fundidas. a) ZK60, b) ZK60-1,5RE e c) ZK60-1,5RE Tixo.

Tabela 6- Valores de fração de intermetálicos e tamanho de grãos para as ligas como fundidas.

	ZK60	ZK60-1.5RE	ZK60-1.5RE Tixo
<i>Fração de intermetálicos(%)</i>	6.6	7.6	7.8
<i>Tamanho médio de grão(μm)</i>	150	126	101

4.4 - PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.4.1 - Ensaio De Tração

As propriedades mecânicas das ligas como fundidas foram analisadas através de ensaio de tração. A Figura 41 apresenta as curvas de tensão *versus* deformação. Foi observado comportamento similar para as ligas ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo; e propriedades mecânicas superiores para a liga ZK60, que apresentou valores de tensão de ruptura e de limite de escoamento de 241 e 153 respectivamente, bem como uma deformação global de 4,55, conforme mostrado na Tabela 7.

Figura 41- Gráfico com as curvas de tensão *versus* deformação das ligas como fundidas, obtidas através de ensaios de tração com análise de deformação local, calculada pelo software ARAMIS.

Tabela 7- Valores de tensões e deformação para as ligas como fundidas, obtidos através de ensaio de tração com análise de deformação local, calculados pelo software ARAMIS.

Matérial	$\sigma_{\max}$ (MPa)	σ_r (MPa)	σ_e (MPa)	Deformação(%)
ZK60	240	241	153	4.52
ZK60-1,5RE	174	174	115	2.03
ZK60-1,5RE Tixo	180	180	118	2.66

O estudo da resistência mecânica de um material requer o conhecimento da distribuição das tensões aplicadas, pois os concentradores de tensões originam a nucleação e propagação das trincas, diminuindo a resistência do material e podendo ocorrer falhas catastróficas. A Figura 42 mostra a distribuição de deformação paralela à aplicação da força

durante ensaio de tração nas ligas como fundida, no ponto de resistência máxima de cada liga. A liga ZK60, Figura 42(a), apresenta a porcentagem de deformação local maior, de aproximadamente 10 %, e também com distribuição uniforme, justificando assim maiores valores de resistência à tração. Seguido da liga ZK60-1,5Re Tixo com 8,5 % (Figura 42(c)) e ZK60-1,5RE com 6,5 % (Figura 42(b)), ambas apresentaram distribuição heterogênea e pontos de deformação localizada que podem ser caracterizados como concentradores de tensões. A diferença na distribuição de deformação foi correlacionada com o tamanho de grão, fração e distribuição de fases intermetálicas presentes em cada liga. Foi observada ainda a formação de linhas cruzadas de deformação, inclinadas em aproximadamente 45° (ponto onde o fator de Schmid é máximo), característico de material dúctil.

Figura 42- Imagens da secção transversal dos corpos de prova de tração (calculadas através do software Aramis) com gradiente de cores representando a distribuição da deformação no ponto de resistência máxima para cada liga como fundida; a) ZK60; b) ZK60-1,5RE d) ZK60-1,5RE Tixo.

Conforme a Figura 43 a fratura nas ligas como fundidas foi propagada através das redes de intermetálicos que são formadas nos contornos de grão. Seguindo este conceito, a distribuição intermitente das redes de intermetálicos, favorece o aumento da resistência do material, pois a matriz αMg apresenta maior resistência e atua como barreira de propagação da fratura.

Figura 43- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) da secção transversal dos corpos de prova fraturados no ensaio de tração: a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f) ZK60-1,5RE Tixo, todas ligas como fundidas.

Para análise dos micro mecanismos de fratura dos materiais metálicos, a abordagem de alguns conceitos básicos é necessária. A ductilidade, que corresponde a capacidade de deformação plástica do material até a fratura: Em um material com baixa ductilidade, concentrações de tensões causam trincas que podem dar origem às fraturas frágeis e inesperadas, por fadiga ou por corrosão-sob tensões, enquanto que, em um material com ductilidade adequada as tensões em pontos de concentração são redistribuídas, diminuindo o valor máximo dessas tensões ainda que aumente o volume de material submetido à tensões maiores do que a média [95].

A fratura dos materiais metálicos pode ser classificada em quatro tipos principais: alveolar, clivagem, intergranular ou por estrias. Toda fratura dúctil ocorre por micro mecanismo alveolar. O micro mecanismo de clivagem absorve pouca energia e a fratura será sempre frágil. O micro mecanismo intergranular é considerado anormal nos metais, sua ocorrência é indício de que ocorreu algum tipo de fragilização durante a elaboração ou utilização do material, enquanto que o micro mecanismo de estrias é característico quando a fratura ocorre por fadiga[96].

As imagens da Figura 44 obtidas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo de elétrons secundários (SE) mostram as superfícies de fratura dos corpos de prova retirados das ligas como fundidas e fraturados durante ensaios de tração.

Figura 44- Imagens fractográficas obtidas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo SE, das ligas como fundidas. a-b) ZK60; c-d) ZK60-1,5RE e e-f) ZK60-1,5RE Tixo.

As Figura 44(a) e (b) mostram as superfícies de fratura da liga ZK60 como fundida. Mesmo sendo característico de fratura ocasionada por fadiga, é possível observar a formação do micro mecanismo de estrias, conforme indicado na Figura 44(a); e na Figura 44(b) é observado a fratura mista, presença de alvéolos (*dimples*) na matriz de magnésio caracterizando a fratura dúctil e a formação de clivagem nos intermetálicos (MgZn) caracterizando a fratura frágil. Para as ligas com adição de mischmetal (Mm) é observado micro mecanismos semelhantes, com formação de fratura intergranular, conforme indicado nas Figura 44(c) e (e) para as ligas ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo, respectivamente, com formação de fratura mista, presença de alvéolos (*dimples*) na matriz de magnésio caracterizando a fratura dúctil; e a formação de clivagem nos intermetálicos (MgZn e MgZnRE) caracterizando a fratura frágil, conforme é observado nas *Figura 44(d)* e (f).

CAPÍTULO 5 - LAMINADOS

5.1 - INTRODUÇÃO

A laminação é um dos mais importantes processos de conformação dos metais e, portanto, um processo primordial na cadeia produtiva de metais e ligas. Desta maneira, o estudo dos parâmetros de laminação e a obtenção de um material que, pós-processamento possua as propriedades desejadas, se faz de fundamental importância para a implementação do material em estudo na cadeia produtiva.

No caso das ligas de Mg, é esperado uma melhora nas propriedades mecânicas e resistência à corrosão após a laminação. A melhoria nas propriedades se dá pela relação de Hall-Petch, com a redução do tamanho de grão há um aumento do valor da tensão de escoamento do material, além de quebra da rede de intermetálicos e redistribuição homogênea. Com a adição de elementos de liga formadores de partículas intermetálicas, é esperado que, em ligas de Mg, a resistência à corrosão diminua vista à formação de células micro galvânicas. Após a laminação é esperado uma minimização deste efeito com a possibilidade de solubilização de parte dos intermetálicos, visto que a laminação é conduzida em altas temperaturas no caso do Mg e suas ligas; e também devido à pulverização dos intermetálicos, que passam a estar no contorno de grão de uma quantia representativamente menor de grãos do material, quando comparados ao material como fundido.

Nesse sentido é importante garantir que a microestrutura resultante da laminação seja o mais homogênea possível. Para tal, é esperado que a condição otimizada seja o material com a microestrutura totalmente recristalizada, livre de encruamento resultante da laminação ou grãos grosseiros ainda resultantes do material como fundido.

Os mecanismos relacionados à recristalização dinâmica (DRX) dependem intrinsecamente dos mecanismos que operam durante a deformação plástica a que o material é submetido, parâmetros estes tais como a maclação, escorregamento dos planos basais ou escorregamento dos planos (a+c). Tais parâmetros também dependem diretamente da taxa de deformação e temperatura empregada. Desta maneira, as obtenções de parâmetros ótimos que confluem para uma microestrutura recristalizada após a laminação dependem diretamente dos parâmetros de laminação empregados. Uma vez que a velocidade de deformação é um importante parâmetro para a deformabilidade do Mg e suas ligas, a redução por passe, velocidade de laminação e diâmetro do rolo passam a serem fatores determinantes para a obtenção de parâmetros de laminação. Destes, os únicos parâmetros disponíveis para variação

no atual projeto são a taxa de redução empregada a cada passe e, a temperatura a qual a laminação foi realizada [62].

5.2 - LAMINAÇÃO

Uma série sistemática de testes foi realizada visando a obtenção dos parâmetros adequados para laminação. Foi variado simultaneamente temperatura e redução, visando obter a maior taxa possível que o material poderia suportar. Inicialmente, foram testados passes constantes durante todo o processo, e iguais a 5, 10, 15, 20, 25 e 30 %, a temperatura de laminação foi variada de 250, 275, 300, 310, 315, 320, 325, 345, 350, 360, 375 e 400 °C. No entanto, foi observado que os problemas com a laminação eram originados nos primeiros passes do processo, tal que para algumas ligas, a laminação foi praticamente inviabilizada com a utilização de maiores reduções por passe.

A fim de resolver tal impasse, foram feitos testes iniciando a laminação com menores reduções por passe e quando atingido aproximadamente 50 % de redução, foram posteriormente aplicadas duas reduções consecutivas com passes maiores, necessárias para obtenção de uma microestrutura recristalizada. Com a finalidade de fundamentar tal rota de processamento, foi elaborado um estudo para a liga ZK60-1,5RE Tixo, caso mais crítico, onde foram retiradas amostras após cada passe de laminação e avaliada a evolução microestrutural da secção transversal (TD), através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE). As imagens da Figura 45 mostram a formação de defeitos (falta de material) na região de contornos onde estão localizados os intermetálicos, estes defeitos podem ser causados por solubilização de intermetálicos com baixo ponto de fusão (Mg_xZn_y) e/ou pela quebra de intermetálicos com menor ductilidade (Mg_xRE_y). Foi observado ainda que, com a evolução dos passes de laminação, esses defeitos são eliminados e toda rede de intermetálicos é quebrada, exceto os intermetálicos com maior resistência (ZnZr) conforme observado nas Figura 45(g) e Figura 45(i). As reduções iniciais com taxas menores se fazem necessárias para eliminar os possíveis defeitos de fundição, quebrar a rede de intermetálicos e solubilizar ou dispersar intermetálicos com baixo ponto de fusão ($MgZn$), com isso, a resistência ao cisalhamento do material é aumentada, a probabilidade de ocorrência de trinca a quente, diminuída, viabilizando a aplicação de taxas de deformações maiores.

Figura 45- Imagens da vista transversal da liga ZK60;1,5RE Tixo com sequencial de passes durante laminação, obtidas através de MEV no modo SE; a) sem deformação; b) 5º passe, redução de ~11,9%; c) 10º passe, redução de ~ 22,4%; d) 15º passe, redução de ~31,6%; e) 20ºpasse, redução de ~39,7%; f) 25º passe, redução de ~46,9%; g)29º passe, redução de ~52%; h)30º passe, redução de ~59,2% e i) 31º passe, redução de ~65,3%.

Tabela 8- Configurações de temperaturas e taxas de redução para laminação, onde A: ZK60; B: ZK60-1,5RE e C: ZK60-1,5RE-Tixo.

	250 °C	275 °C	300 °C	310 °C	315 °C	325 °C	345 °C	350 °C	360°C	375 °C
2,5%			A	A	A, B, C	A, B, C	B, C	B, C	B, C	C
5%			A	A	A, B, C	A, B, C	B, C	B, C	B, C	C
10%				A	A, B, C	A, B, C	B, C	B, C	B,C	C
15%				A	A		B, C	B, C	C	
20%				A	A		B, C	B, C		
25%					A					

A apresenta as condições que foram testadas, dentro da rota de processamento que melhor se adaptou para cada liga, porém, as melhores condições foram:

- ZK60: temperatura de 315 °C e redução com passes constantes de 10 %.
- ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE-TIXO: temperatura de 345 °C e redução com passes iniciais de 2,5 % até uma redução de aproximadamente 50 % e posteriores dois passes de 15 %.

O resultado final está apresentado na Figura 46, chapas com bom acabamento superficial e sem defeitos (trincas).

Figura 46-Chapas das ligas estudadas após laminação com variáveis padronizadas.

5.3 - ANÁLISES MICROESTRUTURAIS

As imagens da Figura 47 mostram a microestrutura das ligas laminadas. A liga ZK60 laminada apresenta distribuição homogênea e orientada na direção de laminação (RD) de intermetálicos, com redes intermitentes, conforme pode ser observado na Figura 47(a), na Figura 47(b) é apresentada a formação de aglomerados destes intermetálicos (MgZn), eles são formados por partículas muito pequenas e soltas, além de, partículas pulverizadas na matriz α Mg. Já para a liga ZK60-1,5RE laminada, foi observada uma rede de intermetálicos contínua e ainda pouco deformada, conforme Figura 47(c), nas regiões de aglomeração destes intermetálicos, foram observadas partículas de tamanhos heterogêneos e com defeitos nas partículas de MgZnRE, oriundos das deformações aplicadas durante os passes de laminações e vazios causados pela movimentação destas partículas, remanescentes do último passe (Figura 47(d)). Devido à microestrutura inicial da liga ZK60-1,5RE Tixo, com distribuição heterogênea nas redes de intermetálicos, a liga laminada apresentou refino e distribuição heterogênea dos intermetálicos, partes com grandes deformações, quebra de redes, outras partes com menor deformação e redes ainda com aspecto característico da liga bruta de fundição, conforme Figura 47(e). A região de aglomeração destes intermetálicos apresenta partículas de MgZnRE com defeitos oriundos do processo de laminação e intermetálicos de fase MgZn identificados na Figura 47(f).

Figura 47- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) das ligas laminadas: a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1.5RE e e)-f) Zk60-1.5RE Tixo.

Conforme mostrado na Tabela 9 a liga ZK60 apresenta menor fração de intermetálicos, com porcentagem de 6,2, como já era esperado devido à adição de menor quantidade de elementos de liga. Para as ligas com adição de 1,5 % em peso de Mm, que tiveram adição iguais de elementos de liga e divergentes apenas no método de fundição, apresentaram fração de intermetálicos diferentes, com porcentagem de 9,1 para a liga ZK60-1,5RE Tixo e 7,3 para a liga ZK60-1,5RE. Conforme a Figura 47(d), a liga ZK60-1,5RE apresentou fração muito pequena dos intermetálicos de fase MgZn, estes podem ter solubilizados durante o processo de fundição e/ou de laminação, o mesmo não foi observado para liga ZK60-1,5RE Tixo, Figura 47(f).

Para verificação da recristalização e refino dos grãos de α Mg foram feitas análises por Microscopia Eletrônica de Varredura no modo EBSD, os resultados foram apresentados na Figura 48. A fração de recristalização foi calculada através de análise de contornos de grão, onde contornos de ângulos menores que 2 graus foram considerados como ruídos, de 2 a 15 graus (*low angle grain boundaries* – LAGBs) foram considerados como grãos deformados e, acima de 15 graus (*High angle grain boundaries* – HAGBs) para os recristalizados [97]. As Figura 48(a), (c) e (e) mostram os mapas de *figuras polo* invertidas para as ligas laminadas ZK60, ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo, respectivamente. A liga ZK60 laminada apresentou microestrutura com refino heterogêneo, com regiões de grãos super-refinados, microestrutura totalmente recristalizada, outras com grãos ainda grosseiros, deformados e alongados no sentido da laminação, o tamanho médio de grão analisado foi de 3.4. A Tabela 9 apresenta as frações de intermetálicos, recristalização e tamanho de grãos para todas as ligas laminadas. Já a liga ZK60-1,5RE laminada apresentou maior homogeneidade microestrutural, porém, um menor refino de grão foi observado com tamanho médio de grão em torno de 4.2. Para a liga ZK60-1,5RE Tixo foi observada a formação de uma grande quantidade de macla (*Twins*), além de grãos ultra refinados mesclados com grãos maiores apresentando tamanho médio de grão em torno de 3.3. As Figura 48(b), (d) e (f) mostram a desorientação local (Kernel) para as ligas laminadas ZK60, ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo, respectivamente. Uma maior intensidade de desorientação para a liga ZK60 foi observada e, conseqüentemente menor recristalização, seguindo os valores mostrados na Tabela 9. A recristalização foi de aproximadamente 43,6% para a liga ZK60, 66,8 % para a ZK60-1,5RE e 66,7 % para a ZK60-1,5RE Tixo.

Figura 48- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura no módulo de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) e processadas pelo Software CHANNEL 5, das ligas laminadas; a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f) ZK60-1,5RE Tixo. As imagens a), c) e e) são mapas de pole figura invertida (IPF) e b), d) e f) são mapas de Desorientação local (Kernel).

Tabela 9- Fração de intermetálicos, recristalização e tamanho de grãos das ligas laminadas.

	ZK60	ZK60-1,5RE	ZK60-1,5RE_Tixo
Fração de Intermetálicos(%)	6,2	7,3	9,1
Recristalização(%)	43,6	66,8	66,7
Tamanho de Grãos(μm)	3,4	4,2	3,3

5.4 - TEXTURA

5.4.1 - Análise De Macrot textura Por Difração De Raios-X

As Figura 50, Figura 51 e Figura 52 ilustram as *figuras de polo* recalculadas para as ligas laminadas ZK60, ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE-Tixo, respectivamente. As texturas são representadas em termos dos planos basais (0002), piramidais ($10\bar{1}1$), prismáticos ($10\bar{1}0$) e do plano ($11\bar{2}0$).

A textura das chapas laminadas é consistente com as texturas convencionais de laminação do Mg [98], em que a orientação de distribuição dos polos basais é geralmente próxima a direção normal à chapa, ou em que os grãos estão orientados tais que os planos basais (0001) estariam muito próximos de estarem paralelos ao plano de laminação. A Figura 49 mostra uma representação esquemática da orientação dos cristalitos na microestrutura das chapas laminadas.

Figura 49- Representação esquemática da orientação geométrica das células unitárias (HC) de magnésio na microestrutura das chapas laminadas.

Em termos de intensidade da textura recalculada foi notado que os valores obtidos (7,3 vezes a distribuição randômica para a liga ZK60; 6,9 vezes para a liga ZK60-1,5RE e 7,9 vezes para a liga ZK60-1,5RE-Tixo) são relativamente próximos e não são consideradas diferenças para os materiais investigados, o que estaria em contradição com o esperado pela literatura [98]-[100], que reporta menores valores de textura para ligas com adição de elementos de terras-raras.

Figura 50- Figuras de polo calculadas para a liga ZK60: a) Figura de polo para a família de planos {0002}; b) Figura de pólo para a família de planos {10 $\bar{1}$ 1}; c) Figura de pólo para a família de planos {10 $\bar{1}$ 0}; d) Figura de pólo para a família de planos {11 $\bar{2}$ 0}.

Figura 51- Figuras de polo calculadas para a liga ZK60-1,5RE: a) Figura de polo para a família de planos {0002}; b) Figura de pólo para a família de planos {10 $\bar{1}$ 1}; c) Figura de pólo para a família de planos {10 $\bar{1}$ 0}; d) Figura de pólo para a família de planos {11 $\bar{2}$ 0}.

Figura 52- Figuras de polo calculadas para a liga ZK60-1,5RE-Tixo: a) Figura de polo para a família de planos $\{0002\}$; b) Figura de pólo para a família de planos $\{10\bar{1}1\}$; c) Figura de pólo para a família de planos $\{10\bar{1}0\}$; d) Figura de pólo para a família de planos $\{11\bar{2}0\}$.

5.4.2 - Análise De Microtextura Por Difração De Elétrons Retroespalhados (EBSD)

As imagens da Figura 53 mostram as figuras de polo para as ligas laminadas. As texturas são representadas em termos dos planos basais (0002), piramidais ($10\bar{1}1$), prismáticos ($10\bar{1}0$) e do plano ($11\bar{2}0$). Seguindo o observado nas análises de macrotextura, a orientação de distribuição dos polos basais está próxima a direção normal da chapa, ou seja, os grãos estão orientados de forma que os planos basais (0001) estão paralelos a normal da chapa, conforme ilustrado na Figura 49. Com maior intensidade para a liga ZK60 de 12,21 vezes a orientação randômica, seguida da liga Zk60-1,5RE Tixo com 11,3 vezes e a de menor intensidade, com praticamente $\frac{1}{4}$ a menos, a liga ZK60-1,5RE com 8,77 vezes.

Figura 53- Figuras de polo das famílias de planos $\{0002\}$, $\{11\bar{2}0\}$, $\{10\bar{1}0\}$ e $\{10\bar{1}1\}$, obtidas através de análise por MEV no modo EBSD e calculadas no software CHANNEL 5. a) ZK60, b) ZK60-1,5RE e c) ZK60-1,5RE Tixo.

5.5 - PROPRIEDADES MECÂNICAS

5.5.1 - Ensaio De Tração

As propriedades mecânicas das ligas laminadas foram analisadas através de ensaio de tração. No gráfico da Figura 54 estão as curvas de tensão *versus* deformação, foi observada uma resistência à tração em ordem crescente para as ligas: ZK60 > ZK60-1,5RE Tixo > ZK60-1,5RE. Os valores de tensões de ruptura máxima e de limite de escoamento, bem como as deformações global e máxima local estão apresentados na Tabela 10.

Figura 54- Gráfico com as curvas de tensão *versus* deformação das ligas laminadas, obtidas através de ensaios de tração com análise de deformação local, calculada pelo software ARAMIS.

Tabela 10- Valores de tensões e deformação para as ligas laminadas, obtidos através de ensaio de tração com análise de deformação local, calculados pelo software ARAMIS.

Material	$\sigma_{\max}$ (MPa)	σ_r (MPa)	σ_e (MPa)	Deformação(%)
ZK60	332,2	325,9	268,6	10,1
ZK60-1,5RE	294,1	291,5	199,3	11,5
ZK60-1,5RE Tixo	305,0	300,5	225,3	8,2

A diferença na resistência à tração, bem como a taxa de deformação, são oriundos de vários fatores, tais como: tamanho médio de grão, taxa de recristalização, fração de intermetálicos (conforme apresentado na Tabela 9), intensidade e tipo de microtextura, tamanho das partículas e distribuição dos intermetálicos.

A Figura 55 mostra as imagens da secção transversal dos corpos de prova de tração, calculadas através do software Aramis, com gradiente de cores representando a distribuição de deformação no ponto de resistência máxima para cada liga laminada. Uma deformação bem distribuída e homogênea foi observada para a liga ZK60 (Figura 55(a)). Para as ligas ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo, Figura 55(b) e (c) respectivamente, ocorreu uma distribuição de deformação heterogênea. A distribuição da deformação está ligada ao refino e distribuição dos intermetálicos, pois os pontos de deformação local máxima são locais onde a rede de intermetálicos se rompem, conforme observado anteriormente na Figura 43.

Figura 55- Imagens da secção transversal dos corpos de prova de tração, calculadas através do software Aramis, com gradiente de cores representando a distribuição de deformação no ponto de resistência máxima para cada liga laminada; a) ZK60; b) ZK60-1,5RE d c) ZK60-1,5RE Tixo.

Conforme observado na Figura 56, a fratura é propagada através das redes de intermetálicos, e teve seu início devido à ruptura nas interfaces entre intermetálicos-intermetálicos, conforme apresentado na Figura 56(b), (d) e (f). Seguindo esse conceito, a distribuição intermitente das redes de intermetálicos, favorece o aumento da resistência do material, pois a matriz αMg apresenta maior resistência e atua como barreira na propagação da fratura.

Figura 56- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) da secção transversal dos corpos de prova fraturados no ensaio de tração: a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f) Zk60-1,5RE Tixo, todas laminadas.

Figura 57- Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SE) da superfície de fratura das ligas laminadas; a)-b) ZK60, c)-d) ZK60-1,5RE e e)-f) Zk60-1,5RE Tixo.

As imagens da Figura 57 mostram as superfícies de fratura dos corpos de prova pós-ensaio de tração. As imagens da Figura 57a)-b) mostram as superfícies de fratura da liga ZK60 laminada, onde foi observada uma fratura dúctil com formação de alvéolos (*dimples*) sob um ângulo de 40° a 50° com relação à superfície fraturada. Já para as ligas ZK60-1,5RE laminadas, Figura 57 (b) e (c), e ZK60-1,5RE Tixo laminada, Figura 57(e) e (f), são observados perfis de fratura mistos. Fratura dúctil com a formação de *dimples*, provenientes do descolamento entre os intermetálicos (MgZnRE) e a matriz (α Mg) e; fratura frágil por clivagem, foi observada nos intermetálicos (MgZnRE), proveniente do cisalhamento entre as superfícies destes intermetálicos, que foram fraturados durante o processo de laminação, conforme Figura 47.

CAPÍTULO 6 - SOLDAGENS

6.1 - SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA (SFMM) DAS LIGAS COMO FUNDIDAS

As ligas como fundidas foram soldadas por Fricção e Mistura Mecânica (SFMM), as uniões foram feitas em juntas de topo em chapas usinadas até 6 mm de espessura e retiradas do centro dos tarugos fundidos. As variáveis aplicadas durante as soldagens, tais como: velocidade de avanço, velocidade de rotação, forças aplicadas em X,Y e Z bem como penetração da ferramenta, foram medidas instantaneamente por sensores acoplados no equipamento de soldagem utilizado e listado no Capítulo 3 da presente Tese. A Figura 58 (a) apresenta um gráfico da variação do torque (Nm) em função da distância (mm) e a Figura 58 (b) mostra a variação do aporte térmico. As três ligas foram soldadas usando as mesmas variáveis, perfis estáveis para as três ligas foram observados, não apresentando discrepância entre o início e o fim dos cordões de solda, porém, foram notadas diferenças tanto no toque quanto no aporte térmico. As ligas com adição de Mm apresentaram valores de torque e aporte térmico maiores, já em comparação com os processos de fundição, a liga fundida com batimento mecânico no estado semissólido (ZK60-1,5RE Tixo) apresentou redução nos valores. Através dos resultados das análises micrográficas, apresentadas anteriormente no Capítulo 4, é possível afirmar que a variação nos valores de torque e aporte térmico estão diretamente ligados à quantidade de intermetálicos de baixo ponto de fusão (MgZn) presentes em cada liga.

Figura 58- Gráficos com parâmetros das soldas SFMM nas juntas de topo das ligas como fundidas. O gráfico a) mostra o Torque e o gráfico b) mostra o aporte térmico para as juntas soldadas com avanço de 400 mm/min, rotação da ferramenta de 1200 rpm e força de 15 KN.

6.1.1- Caracterização Microestrutural Das Juntas Soldadas

A Figura 59 mostra a vista transversal da junta de topo da liga ZK60 soldada por SFMM. Foi observada a formação de uma zona termomecanicamente afetada extensa, tanto do lado de avanço quanto do lado de retrocesso, além de formações de concentração excessiva de intermetálicos no lado de avanço na parte inferior da zona de mistura e em quase toda superfície em contato com o ombro da ferramenta, estas regiões são os locais com maior aporte térmico no processo de soldagem SFMM. Os intermetálicos presentes na liga ZK60 são predominantemente de fase MgZn que tem temperatura de fusão por volta de 350 °C [94], portanto, pode ter ocorrido a fusão destes intermetálicos nas regiões de maior concentração de calor.

Figura 59- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60 como fundida. a) Metal Base (MB), b) Zona Termomecanicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecanicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.

A Figura 60, Figura 61 e Figura 62 mostram as análises feitas por EBSD na ZTMA do lado de retrocesso, ZM e ZTMA do lado de avanço, respectivamente, para a liga ZK60. Como previsto, ocorreu recristalização parcial nas ZTMAs, com regiões de grãos deformados, formação de maclas e outras de grãos finos e recristalizados, já a ZM apresentou recristalização total e uma microestrutura super-refinada. A textura tem os planos basais orientados paralelos ao fluxo de material, de intensidade máxima 5.21 para ZTMA do lado de retrocesso, 7.97 para o lado de avanço e de 6.09 para a ZM.

Figura 60- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60 como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 61- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona de mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60 como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 62- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânica Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60 como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

A Figura 63 mostra a vista transversal da junta de topo da liga ZK60-1,5RE soldada por SFMM. Devido à melhor estabilidade térmica, diferente da liga ZK60 não foram observadas zonas termicamente afetadas (ZTAs) nem locais com aglomeração de fases fundidas. As ZTMAs apresentaram redes de intermetálicos parcialmente quebradas e foi observada uma transição entre a ZM e a ZTMA mais nítida do lado de avanço da ferramenta, conforme Figura 63 (b) e (d). A ZM apresentou quebra total das redes de intermetálicos e pulverizadas em partículas muito pequenas, Figura 63 (c).

Figura 63- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60-1,5RE como fundida. a) Metal Base (BM), b) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.

A Figura 64, Figura 65 e Figura 66 mostram as análises feitas por EBSD na ZTMA do lado de retrocesso, ZM e ZTMA do lado de avanço, respectivamente, para a liga ZK60-1.5RE. Foi observada recristalização total e granulometria super-refinada na Zona de Mistura (ZM). A ZTMA do lado de retrocesso tem microestrutura bastante recristalizada, já do lado de avanço foi observada uma transição mais brusca e uma faixa muito curta de recristalização parcial, com grãos finos e recristalizados e grãos mais grosseiros e deformados, além de formação de maclas. A textura, assim como na liga ZK60, tem os planos basais orientados paralelos ao fluxo de material e de intensidade máxima 6.85 para ZTMA do lado de retrocesso, 9.16 para o lado de avanço e com textura muito forte na Zona de Mistura (ZM) com máxima de 26.82.

Figura 64- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânica Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 65- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona de mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60-1,5RE como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 66- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

A Figura 67 mostra a vista transversal da junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo soldada por SFMM. Foi observada uma microestrutura semelhante à da liga ZK60-1,5RE. A adição de Mm resultou em uma melhor estabilidade térmica da liga, como já era esperado, e consequentemente confirmado pela ausência de ZTAs. As ZTMAs apresentaram redes de intermetálicos parcialmente quebradas, Figura 67(b) e (d). A ZM apresentou redes totalmente quebradas e com partículas finas pulverizadas seguindo o fluxo do material, Figura 67 (c).

Figura 67- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60-1.5RE Tixo como fundida. a) Metal Base (BM), b) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.

A Figura 68, Figura 69 e Figura 70 mostram as análises feitas por EBSD na ZTMA do lado do retrocesso, ZM e ZTMA do lado do avanço, respectivamente, para a liga ZK60-1,5RE Tixo. Foi notada uma microestrutura similar à d a liga ZK60-1,5RE, com recristalização total e granulometria super-refinada na Zona de Mistura (ZM). A ZTMA do lado de retrocesso tem microestrutura parcialmente recristalizada e não foi possível delimitar uma região de transição, já do lado de avanço foi observada uma transição mais brusca e uma faixa muito curta de recristalização parcial, com grãos finos e recristalizados e grãos mais grosseiros e deformados, além da formação de maclas. A textura, assim como na liga ZK60 e ZK60-1,5RE, tem os planos basais orientados paralelos ao fluxo de material, de intensidade máxima 4,44 para ZTMA do lado de retrocesso e textura muito forte do lado de avanço, com intensidade de 13,52 e na Zona de Mistura (ZM) com máxima de 16,46.

Figura 68- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânica Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 69- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona de Mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 70- Análise por MEV no modo de difração de elétrons retro espalhados (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo como fundida. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

6.1.2 - Propriedades Mecânicas

6.1.2.1- Tensão Residual

Todos os processos mecânicos de fabricação que envolvem deformação plástica não uniforme, gradientes térmicos e/ou transformações de fase, produzirão um componente com tensões residuais, seja ela elevada ou não. Estas tensões residuais afetarão diretamente as propriedades do material em relação à resistência à fadiga, corrosão e ruptura[80]. Nesse contexto, as tensões introduzidas nas juntas de topo durante o processo de soldagem por SFMM foram qualificadas e quantificadas através da técnica de Difração de Raios-X (DRX) pelo método Sen^2Psi ; para tanto foram selecionados os planos (103), (112) e (201), conforme difractograma feito no metal base mostrado na Figura 71 (a). A Figura 71 (b) mostra os perfis de tensão residual longitudinal para as juntas soldadas das três ligas. Os perfis são similares para as três ligas, apresentando picos invertidos nas bordas de contato do ombro da ferramenta, com valores próximos para as três ligas, com tensão de tração de aproximadamente 70 MPa do lado de retrocesso e de compressão de aproximadamente -20 MPa do lado de avanço. As ligas com adição de Mm apresentam valores maiores, principalmente no centro do cordão de solda, conforme foi observado na Figura 71 (b). Os picos de tensão são oriundos do fluxo de

material, e os valores para a liga ZK60, principalmente no centro do cordão de solda, provavelmente sejam provenientes da fusão de intermetálicos durante a soldagem.

Figura 71- Tensão residual feita através do método Sen2Psi por difração de Raios-X(DRX). a) picos de Magnésio (103), (112) e (201) usados para avaliação da tensão residual e b) gráfico com os valores de tensão residual para as três ligas como fundidas.

6.1.2.2- Mapeamento de Microdureza

Para análise de distribuição da dureza no cordão de solda foram feitos mapeamentos de microdureza Vickers na secção transversal das juntas de topo soldadas por SFMM. As imagens da Figura 72 estão com a mesma escala de gradiente de cor, com dureza mínima de 40 HV (azul escuro) e máxima de 115 HV (vermelho). Foi notada uma maior dureza nas zonas de mistura (ZM), devido ao maior refinamento dos grãos, pulverização dos intermetálicos e recristalização total nesta região. Os picos máximos de dureza estão localizados nas regiões de maiores concentrações de intermetálicos, decorrentes do fluxo de material durante a soldagem. As três ligas apresentaram dureza similares nos cordões de solda entre 85-95 HV, exceto nos pontos de concentração maior de intermetálicos decorrentes do fluxo de material. As regiões com maiores concentrações de intermetálicos apresentaram picos máximos de dureza para as três ligas, de 115 HV para a liga ZK60, 105 HV para a liga ZK60-1.5RE e por fim, 95 HV para a liga ZK60-1.5RE Tixo. Para a liga ZK60, Figura 72 (a), foi notada uma redução de dureza na ligação entre o metal base e a ZTMAs, tanto do lado de avanço quanto do lado de retrocesso da ferramenta, provavelmente proveniente da formação da ZTA. Analisando a microdureza das três ligas, foi possível verificar que os intermetálicos de fase MgZn tem maior dureza que os MgZnRE e/ou a interface entre os intermetálicos de fase MgZn e MgZnRE tem pouca resistência e remetem ao fato que, as ligas contendo essas duas fases nas redes de intermetálicos (ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo) tenham menor dureza.

Figura 72-Mapeamento de micro dureza Vickers (HV0,3) realizada na secção transversal da junta de topo das ligas como fundida, soldada por SFMM. a) ZK60, b) ZK60-1,5RE e c) ZK60-1,5RE Tixo.

6.1.2.3- Ensaios de Tração com análise de deformação local e instantânea

Os metais de base das ligas como fundidas apresentaram tamanho de grão acima de 100 μm , já no centro dos cordões de solda foi observada microestrutura com tamanho de grãos abaixo de 4 μm , devido à diferença na resistência mecânica dos cordões de solda que foram muito superiores, levando os corpos de prova a se romperem nas interfaces entre os cordões de solda e os metais base. Conforme foi abordado no Capítulo 3, referente aos metais base, as ligas com adição de Mm apresentaram resultados próximos e inferiores aos observados para liga ZK60, conforme gráfico da Figura 73. Comparando os valores das juntas soldadas apresentados na Tabela 12, com os valores dos metais base (Tabela 7), foi constatado que a liga ZK60 apresentou redução de 10 % no limite de resistência máxima, 17,5 % na tensão limite de escoamento e de 49,5 % na deformação total. A liga ZK60-1,5RE apresentou redução de 10,9 % no limite de resistência máxima, 12 % no limite de escoamento e de 72,9

% na deformação total. A liga ZK60-1,5RE Tixo apresentou redução de 7,2 % no limite de resistência máxima, 19,93 % no limite de escoamento e de 69,55 % na deformação.

Figura 73- Gráfico com as curvas de tensão por deformação das juntas de topo das ligas como fundidas soldadas por SFMM.

Tabela 11- Valores de tensões e deformação para as juntas de topo das ligas como fundidas soldadas por SFMM, obtidos através de ensaio de tração com análise de deformação local, calculados pelo software ARAMIS.

Material	$\sigma_{\max}$ (MPa)	σ_r (MPa)	σ_e (MPa)	Deformação(%)
ZK60	216.3	216.3	126.5	2.3
ZK60-1,5RE	155.4	155.4	101.2	0.65
ZK60-1,5RE Tixo	166.9	166.9	94.6	0.81

Assim como apresentado para os metais base, os testes de tração foram acompanhados por análise de deformação local e instantânea, para as juntas soldadas foram avaliadas as deformações da secção transversal, sendo possível observar a deformação local ao longo do perfil de solda, conforme imagens da Figura 74. Conforme mostraram as imagens da Figura 74, a distribuição de deformação está diretamente ligada à diferença de tamanho de grãos, devido à redução de tamanho de grãos acima de 95 %, as zonas de mistura praticamente não se deformam com as cargas aplicadas, formando assim um perfil em “V” delimitando os cordões de solda. Devido a esse fator, o gráfico da Figura 73 apresentou curvas instáveis. Tanto a liga ZK60, Figura 74 (a), quanto a ZK60-1,5RE, Figura 74 (b), apresentaram nucleação de tensões na borda de contato do ombro da ferramenta do lado de retrocesso, ponto de partida da trinca que se propagou na interface entre o cordão de solda e o metal base, já para a liga ZK60-1,5 RE Tixo (Figura 74 (c)), os corpos de prova foram rompidos fora das zonas de deformação, no metal base do lado de avanço, devido à transição mais suave entre o cordão de solda e o metal base, evitando a formação de núcleos de tensões.

Figura 74- Secção transversal das juntas de topo das ligas como fundidas e soldadas por SFMM, com a distribuição de deformação no ponto de resistência máxima calculada com o software Aramis e representada em gradiente de cores. a) ZK60; b) ZK60-1,5RE e c) ZK60-1,5RE Tixo.

6.2 - SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA (SFMM) DAS LIGAS LAMINADAS.

As imagens da Figura 75 mostraram os resultados de torque e aporte térmico durante as soldas das juntas de topo das ligas laminadas. Valores constantes e próximos para as ligas com adição de Mm foram observados, com valores de torque e aporte térmico superiores para a liga fundida com batimento no estado semissólido (ZK60-1,5RE Tixo). Estas ligas foram soldadas com variáveis similares, tais como: avanço de 400 mm/min, rotação da ferramenta de 1200 rpm, força aplicada em “Y” de 15 KN e inclinação da ferramenta de 3°. Para a liga ZK60 quando soldada com essas variáveis, ocorreu trinca a quente, destacando praticamente todo material deformado abaixo do ombro da ferramenta. Para evitar tal defeito, foram aplicadas deformações menores reduzindo a velocidade de avanço para 200 mm/min. Nos gráficos da Figura 75 foi possível notar que tanto o torque quanto o aporte térmico para a liga ZK60 é instável e decrescente, devido à instabilidade térmica da liga e/ou excesso de aquecimento inicial (tempo de contato muito grande), além de apresentar aporte térmico superior aos observados para ligas com Mm e consequentemente valores de torque inferiores.

Figura 75- Gráficos com parâmetros das soldas SFMM nas juntas de topo das ligas laminadas. O gráfico a) mostra o Torque e o b) mostra o aporte térmico para as juntas soldadas com rotação da ferramenta de 1200 rpm, força de 15 kN e avanço de 200 mm/min para a liga ZK60 e 400 mm/min para as ligas com adição de Mg (ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo).

6.2.1 - Caracterização Microestrutural Das Juntas Soldadas

As microestruturas das secções transversais das juntas de topo das ligas laminadas e soldadas por SFMM foram analisadas através de Microscopia Óptica e as Zonas Termomecânicamente Afetadas (ZTMAs) bem como as Zonas de Mistura (ZMs) foram analisadas através de Microscopia Eletrônica de Varredura nos modos de Elétrons Secundários (SE) e de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD). A baixa estabilidade térmica aliada ao alto aporte térmico na liga ZK60, deu origem a um cordão de solda com uma grande Zona Termicamente Afetada (ZTA), indícios de fusão da rede de intermetálicos na ZTMA do lado de avanço e na ZM. Provavelmente devido à formação de fase líquida dos intermetálicos (MgZn) na ZM, a mesma teve viscosidade e fluxos de material diferente da matriz (Mg). Sendo assim, foi observada a formação de concentração de intermetálicos que se estende do lado de retrocesso da ZM em direção ao lado de avanço, formando uma linha contínua desde a raiz até o topo do cordão, ou seja, ao longo de todo cordão, conforme Figura 76.

Figura 76- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60 laminada. a) Metal Base (BM), b) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.

A Figura 77, Figura 78 e Figura 79 mostram os mapas de figuras de polo invertidas (IPFs), bem como as figuras de polo representando as microtexturas dos principais planos do magnésio, da ZTMA do lado de retrocesso, ZM e ZTMA do lado de avanço, respectivamente. As ZTMAs apresentaram microestruturas parcialmente recristalizadas, similares as observadas nos metais base, porém com formação de regiões com grãos super-refinados, formando assim microestrutura mais heterogênea. A ZM apresentou microestrutura quase que totalmente recristalizada, mas com tamanhos de grãos heterogêneos e regiões com super-refinamentos. As texturas são similares para as três regiões e segue o observado para os metais base, com os planos basais texturizados paralelos à superfície normal da chapa. Quanto à intensidade, foi observado 7,29 para a ZTMA do lado de retrocesso (Figura 77(c)), 7,13 para a ZM (Figura 78(c)), e 5,97 para a ZTMA do lado de avanço (Figura 79(c)). Valores muito próximos foram observados para as três regiões e inferiores à 12,21 para o metal base.

Figura 77- Análise por MEV no modo (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânica Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60 laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) direção transversal na horizontal (TD).

Figura 78- Análise por MEV no modo (EBSD) da secção transversal da Zona de Mistura (ZM) na junta de topo da liga ZK60 laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 79- Análise por MEV no modo (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânica Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60 laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Com a adição de elementos de terras raras (*Mischmetal*-Mm), foi esperado uma maior estabilidade térmica, melhorando a soldabilidade da liga. As juntas de topo das ligas com adição de Mm, ZK60-1,5RE (Figura 80), e ZK60-1,5RE Tixo (Figura 84), apresentaram características similares, com bom acabamento superficial e cordão de solda com distribuição homogênea. As ZTMAs apresentaram microestruturas com distribuição de intermetálicos diferentes, do lado de retrocesso ocorre maior mistura e os intermetálicos se encontram pulverizados (Figura 80(b)). No lado de avanço ocorreu uma transição brusca entre a ZM e ZTMA (Figura 80(d)), onde foi observada uma distribuição dos intermetálicos similar a presente no metal base (Figura 80(a)). Na zona de mistura (ZM) ocorreu uma quebra de toda rede e pulverização homogênea dos intermetálicos com partículas muito finas, conforme foi apresentado na Figura 80(c).

Figura 80- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60-1,5RE laminada. a) Metal Base(BM), b) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecânicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.

A Figura 81, Figura 82 e Figura 83 mostram os mapas de figuras de polo invertidas (IPFs), bem como as figuras de polo representando as microtexturas dos principais planos do magnésio, da ZTMA do lado de retrocesso, ZM e ZTMA do lado de avanço, respectivamente. Assim como foi observado para liga ZK60, as ZTMAs apresentaram microestruturas similares e parcialmente recrystalizadas, diferindo da observada para o metal base, porém somente na presença de regiões de grãos super-refinados, conforme apresentado na Figura 81 e Figura 83 (a) e (b). A microtextura para estas duas regiões também são similares às observadas para o metal base, com os planos basais texturizados paralelos à superfície normal da chapa, assim como a magnitude que foi de 8,77 para o metal base, 8,18 para ZTMA do lado de retrocesso e 9,24 do lado de avanço. A zona de mistura (ZM) apresentou microestrutura totalmente recrystalizada, com refino e orientações dos grãos segundo o fluxo do material, conforme Figura 82 (a) e (b). Quanto à microtextura, os planos basais são texturizados segundo o fluxo do material; na região analisada os planos basais se encontram aproximadamente 45° inclinados em relação à superfície normal da chapa com distribuição heterogênea, conforme mostra a Figura 82 (a) e com magnitude de 9,95, segundo a Figura 82(c).

Figura 81- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 82- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona de Mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60-1,5RE laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 83- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

O cordão de solda da liga ZK60-1,5RE Tixo mostrado na Figura 84, é similar ao cordão de solda da liga ZK60-1,5RE. Portanto é possível afirmar que não ocorreram diferenças relevantes na soldabilidade quando comparado aos métodos de fundição.

Figura 84- Vista da secção transversal do cordão de solda feito em junta de topo através de soldagem SFMM na liga ZK60-1,5RE Tixo laminada. a) Metal Base(BM), b) Zona Termomecanicamente afetada (ZTMA) lado de retrocesso, c) Zona de Mistura (ZM) e d) Zona Termomecanicamente afetada (ZTMA) lado de avanço.

A Figura 85, Figura 86 e Figura 87 mostram os mapas de figuras de polo invertidas (IPFs), bem como as figuras de polo representando as microtexturas dos principais planos do magnésio, da ZTMA do lado de retrocesso, ZM e ZTMA do lado de avanço, respectivamente, da secção transversal da junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo soldada por SFMM. Assim como foi observado para as ligas ZK60 e ZK60-1,5RE, as ZTMAs apresentaram microestruturas similares e parcialmente recristalizadas, diferindo da observada para o metal base somente na presença de regiões de grãos super-refinados, conforme Figura 85 e Figura 87 (a) e (b). As microtexturas nestas duas regiões também são similares às observadas no metal base, com os planos basais texturizados paralelos à superfície normal da chapa, porém, com magnitudes diferentes, tais como: 11,30 para o metal base, 5,76 para ZTMA do lado de retrocesso e 6,36 do lado de avanço. A zona de mistura (ZM) apresentou microestrutura totalmente recristalizada e refino de grãos heterogêneos, com regiões de grãos super-refinados, conforme Figura 82 (a) e (b). Quanto à microtextura, os planos basais são texturizados segundo o fluxo do material, com magnitude de 9,95, Figura 82(c), superior ao observado para o metal base.

Figura 85- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecânicamente Afetada (ZTMA) do lado de retrocesso da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo laminada. a) e b) mapas de pole figuras invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 86- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona de Mistura (ZM), na junta de topo da liga ZK60-1,5RE Tixo laminada. a) e b) mapas de figuras de polo invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

Figura 87- Análise por MEV (EBSD) da secção transversal da Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA) do lado de avanço da ferramenta, na junta de topo da liga ZK60-1.5RE Tixo laminada. a) e b) mapas de figuras de polo invertidas (IPFs), c) Figura de polo dos principais planos, com a direção de soldagem na vertical (WD) e direção transversal na horizontal (TD).

6.2.2 - Propriedades Mecânicas

6.2.2.1- Tensão Residual

Assim como para as ligas como fundidas e anteriormente apresentadas no Capítulo 5, as tensões introduzidas nas juntas de topo durante o processo de soldagem por SFMM foram também qualificadas e quantificadas através de Difração de Raios-X (DRX) no método Sen²Psi. Foram selecionados os planos (103), (112) e (201), conforme difractograma feito no metal base mostrado na Figura 88 (a). A Figura 88 (b) mostra os perfis de tensão residual longitudinal para as juntas soldadas das três ligas. Os perfis das ligas com adição de Mm são qualitativamente e quantitativamente similares, com picos de tração na borda do ombro da ferramenta do lado de retrocesso, com valores de aproximadamente 60 MPa, a Zona de Mistura (ZM) apresentou valores de aproximadamente 35 MPa, bem com o lado de avanço até a borda de contato do ombro da ferramenta. Para a liga ZK60 foi observado um pico de tração na borda do ombro da ferramenta do lado de retrocesso, similar ao observado nas ligas com Mm, porém com valores de tração de apenas 10 MPa na ZM e pico de compressão na borda do ombro da ferramenta do lado de retrocesso, com valor de aproximadamente -25 MPa. As diferenças de tensões foram causadas pelo fluxo de material e pela contração térmica, pois foram observadas regiões com microestrutura característica de fusão no interior e superfície do cordão de solda da liga ZK60.

Figura 88- Tensão residual feita através do método Sen2Psi por difração de Raio-X(DRX). a) picos de Magnésio (103),(112) e (201) usados para avaliação da tensão residual e b) gráfico com os valores de tensão residual para as três ligas laminadas.

6.2.2.2- Mapeamento de Microdureza

Para a análise da distribuição da dureza no cordão de solda foram feitos mapeamentos de microdureza Vickers na secção transversal das juntas de topo soldadas por SFMM. As imagens da Figura 89 estão com a mesma escala de gradiente de cor, com dureza mínima de 58

HV (azul escuro) e máxima de 128 HV (vermelho). Foi observada uma dureza maior nas zonas de mistura (ZM), devido ao maior refino de grãos, pulverização dos intermetálicos e recristalização total nessa região. Os picos máximos de dureza estão localizados nas regiões de maiores concentrações de intermetálicos, decorrentes do fluxo de material durante a soldagem. A liga ZK60 apresentou maior dureza tanto no cordão de solda, com valores entre 105-126 HV, quanto no metal base em torno de 80-95 HV, conforme Figura 89 (a). Nas ligas com adição de Mm foram observados valores similares no cordão de solda com valores de dureza entre 90-110 HV. Nos metais base, a liga ZK60-1,5RE (Figura 89(b)), apresentou valores de dureza entre 65-95 HV, maiores que os observados para a liga ZK60-1,5RE Tixo (Figura 89 (c)), que foram entre 58-80 HV. Analisando os mapas de microdureza das três ligas é possível afirmar que os intermetálicos de fase MgZn tem maior dureza que os MgZnRE e/ou a interface entre os intermetálicos de fase MgZn e MgZnRE tem baixa resistência, o que corrobora para que as ligas contendo essas duas fases nas redes de intermetálicos (ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo) tenham menor dureza.

Figura 89- Mapeamento de microdureza Vickers (HV 0,3) realizada na secção transversal da junta de topo das ligas laminadas, soldadas por SFMM. a) ZK60, b) ZK60-1,5RE e c) ZK60-1,5RE Tixo.

6.2.2.3- Ensaios de Tração com análise de deformação local e instantânea

As ligas apresentaram valores próximos de resistência à tração aos observados nos metais base. O gráfico da Figura 90 mostra as curvas de tensão por deformação das juntas de topo soldadas por SFMM. As ligas com adição de Mm apresentaram curvas homogêneas, e maior deformação, porém a liga ZK60, assim como nos metais base, apresentaram valores tanto de tensão de limite de escoamento quanto de ruptura, maiores e menor deformação. Comparando os valores das juntas soldadas (Tabela 12) com os valores dos metais base, (Tabela 10) foi observado que a liga ZK60 apresentou redução de 6,5 % no limite de resistência máxima, a tensão limite de escoamento foi mantida e ocorreu uma redução de 66 % na deformação total. A liga ZK60-1,5RE apresentou redução de 2,9 % no limite de resistência máxima, a tensão limite de escoamento foi mantida e a deformação total teve uma redução de 41,5 %. A liga ZK60-1,5RE Tixo apresentou redução de 4,5 % no limite de resistência máxima e a tensão limite de escoamento foi diferente do observado para as outras ligas (com uma queda de 8 %) e a deformação total foi reduzida em 9,8 %.

Figura 90- Gráfico com as curvas de tensão x deformação das juntas de topo das ligas laminadas soldadas por SFMM.

Tabela 12- Valores de tensões e deformação para as juntas de topo das ligas laminadas soldadas por SFMM, obtidos através de ensaio de tração com análise de deformação local, calculados pelo software ARAMIS.

Material	$\sigma_{\max}$ (MPa)	σ_r (MPa)	σ_e (MPa)	Deformação(%)
ZK60	310.7	310.7	270.7	3.4
ZK60-1,5RE	285.5	285.5	198.1	6.7
ZK60-1,5RE Tixo	291.2	291.2	207.2	7.4

Assim como apresentado para os metais base, os testes de tração foram acompanhados por análises de deformação local e instantânea, para as juntas soldadas foram avaliadas as deformações da secção transversal, sendo possível observar a deformação local ao longo do perfil de solda, conforme apresentado nas imagens da Figura 91.

A Figura 91 (a) mostra a secção transversal do cordão de solda da liga ZK60. Foi observada uma maior deformação e uma fratura no centro do cordão (ZM), fatores que ocorreram devido ao acúmulo de intermetálicos durante a soldagem, conforme mostrado na Figura 76. Para as ligas ZK60-1,5RE e ZK60-1,5RE Tixo, apresentadas na Figura 91 (b) e Figura 91 (c), respectivamente, foram observados perfis de deformações semelhantes, com concentradores de tensões na parte inferior do cordão do lado de avanço e na extremidade do ombro da ferramenta. A parte superior do cordão do lado de retrocesso foi o local onde ocorreu a fratura dos corpos de prova, provavelmente devido à diferença brusca de textura entre os metais base e o cordão nesse local, ocasionado pelo fluxo intenso de material.

Figura 91- Secção transversal das juntas de topo das ligas laminadas e soldadas por SFMM, com a distribuição de deformação no ponto de resistência máxima calculada com o software Aramis e representada em gradiente de cores. a) ZK60; b) ZK60-1,5RE e c) ZK60-1,5RE Tixo.

CAPÍTULO 7 – CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

7.1 - CONCLUSÕES

- O processo de fundição foi eficiente dando origem a blocos de 120 mm de diâmetro por 300 mm de altura, isentos de defeitos, tais como: poros, trincas, inclusões, etc. O método de resfriamento PMICC possibilitou a obtenção de um material com microestrutura mais refinada e padronização do sistema de resfriamento, aliado ao sistema de batimento mecânico, permitindo a obtenção de um material formado por grãos esféricos e com distribuição homogênea de intermetálicos.
- A liga ZK60 teve grãos esféricos com diâmetros médios de 148,65 μm , apresentando redes intermitentes de intermetálicos predominantemente compostos pela fase MgZn e localizados preferencialmente nos contornos de grãos. A adição de *mischmetal* (liga ZK60-1,5RE) deu origem a uma microestrutura com grãos esféricos e tamanho médio de 126 μm , aproximadamente 22 % menor, porém, devido à adição de 1,5% em peso de Mm, foi observada uma maior fração volumétrica de intermetálicos, com redes contínuas, aspectos dendríticos e crescidas a partir do centro dos grãos; formadas por intermetálicos de fase predominante MgZnRE e intercalada por MgZn. Quanto ao processo de fundição com batimento mecânico no estado semissólido (Liga ZK60-1,5RE Tixo), microestrutura com grãos esféricos com tamanho médio de 100,8 μm foi originada, aproximadamente 26 % menor que o observado para a liga ZK60-1,5RE (obtida pelo processo de fundição convencional). A liga ZK60-1,5RE Tixo apresentou redes de intermetálicos contínuas, com distribuição heterogêneas, regiões de maior aglomeração e localizadas no interior dos grãos; outras regiões localizadas preferencialmente nos contornos de grão, assim como para liga ZK60-1,5RE, com as redes de intermetálicos de aspecto dendrítico, crescidos a partir do centro dos grãos, formados preferencialmente da fase MgZnRE e intercalados com MgZn.
- Quanto às propriedades mecânicas, a liga ZK60 apresentou melhores resultados, com tensão limite de escoamento de $153,4 \pm 0,3$ e tensão máxima de $240,64 \pm 1,53$, ambas foram aproximadamente 26 % maiores que as observadas para as ligas com adição de Mm. Com a análise de deformação local e instantânea, foi possível observar a distribuição dos concentradores de tensões aliado às análises da secção transversal dos corpos de prova pós-fratura. Foi possível notar que a trinca foi iniciada e propagada através das redes de intermetálicos, com isso a formação de redes intermitentes da liga

ZK60, proporciona maior distribuição das deformações e os grãos de αMg atuam como barreira que dificulta a propagação das trincas, justificando suas melhores propriedades mecânicas.

- A formação de redes intermitentes e monofásicas de intermetálicos, fez com que a liga ZK60 apresentasse melhor trabalhabilidade durante a laminação, sendo possível a aplicação de taxas maiores de deformações por passes, de 10 % durante todo processo. Para as ligas com adição de Mm, foi necessária a aplicação de taxas de deformação iniciais por passe de no máximo 2,5 % até atingir uma deformação de aproximadamente 50 %, quando então foi possível a aplicação de taxas de deformação por passe de 15 %. Este procedimento foi indispensável, pois é preciso quebrar as redes de intermetálicos, diminuir o tamanho de grãos, e orientar a textura dos planos basais para que as ligas suportem taxas maiores de deformação.
- As redes de intermetálicos foram quebradas durante a laminação, as partículas foram aglomeradas de forma alongadas na direção de laminação. Os intermetálicos da liga ZK60 foram formados por partículas de fase MgZn com distribuição homogênea e tamanho de aproximadamente 5 μm . Para as ligas com adição de Mm as partículas predominantes de fase MgZnRE apresentaram tamanho de aproximadamente 10 μm , heterogeneamente distribuídas e com trincas oriundas do processo de laminação.
- A laminação originou microestruturas parcialmente recristalizadas e com tamanho médio de grãos de $3,36 \pm 9,9 \mu\text{m}$ para a liga ZK60, $4,23 \pm 32,6 \mu\text{m}$ para a liga ZK60-1,5RE e de $3,27 \pm 11,07 \mu\text{m}$ para liga ZK60-1,5RE Tixo. As três ligas apresentaram macro e microtexturas semelhantes, com os planos basais orientados paralelos à direção normal das chapas.
- Com a redução drástica no tamanho de grãos e quebra das redes de intermetálicos, as ligas laminadas apresentaram propriedades mecânicas muito superiores às observadas para as ligas como fundidas. Assim como mostrado para as ligas como fundidas, a liga ZK60 apresentou melhores propriedades mecânicas, com tensão máxima de $332,25 \pm 0,5 \text{ MPa}$, aproximadamente 11,5 % maior que da liga ZK60-1,5RE e 8,2 % maior que da liga ZK60-1,5RE Tixo e tensão limite de escoamento de $268,62 \pm 0,08 \text{ MPa}$, aproximadamente 25,8 % maior que da liga ZK60-1,5RE e 16,13 % maior que da liga ZK60-1,5RE Tixo. As análises de tração com deformação local e instantânea revela melhor distribuição de deformação para a liga ZK60, formando assim maior quantidade de núcleos de tensões. Assim como observado para as ligas como fundidas,

as fraturas são iniciadas e propagadas através das redes de intermetálicos e os grãos α Mg atuam como barreiras. As aglomerações intermitentes de intermetálicos formados por partículas monofásicas e ausência de defeitos, justificam as melhores propriedades mecânicas para liga ZK60. Em contrapartida, as ligas com adição de Mm apresentam intermetálicos polifásicos com baixa aderência entre as fases, presença de defeitos oriundos do processo de laminação e aglomerados de intermetálicos contínuos que facilitam a propagação das trincas.

- As juntas de topo soldadas por SFMM apresentaram bom acabamento superficial, ausentes de defeitos e sem contração térmica. As ligas foram soldadas em junta de topo com chapas de 5 mm de espessura usando as seguintes variáveis: com rotação da ferramenta de 1200 rpm, avanço de 400 mm/min, força de 15 KN e inclinação da ferramenta de 3°, exceto para liga ZK60 laminada que só foi possível a soldagem reduzindo a velocidade de avanço para 200 mm/min. As análises das seções transversais dos cordões revelaram a presença de ZTA e indícios de fusão dos intermetálicos na parte inferior do cordão do lado de avanço e abaixo do ombro da ferramenta (regiões de maior temperatura), para a liga ZK60 tanto como fundida quanto para a laminada. As análises por EBSD revelaram ZTMAs com microestrutura parcialmente recristalizada com interfaces menor do lado de avanço, já para as ZMs foi observado microestrutura totalmente recristalizada e com tamanho de grãos abaixo de 4 μ m. As texturas seguiram o fluxo de material, com maior intensidade nas ZMs.
- As ligas como fundidas apresentaram perfis de tensão residual semelhantes, com picos de tração de aproximadamente 70 MPa na borda de contato do ombro da ferramenta do lado de retrocesso e de compressão de aproximadamente -20 MPa do lado de avanço. As ligas laminadas, as com adição de Mm que foram soldadas com os mesmos parâmetros, apresentaram perfis de tensão residual idênticos, com valores de tração em todo cordão de solda, picos máximo de aproximadamente 60 MPa na extremidade do ombro da ferramenta do lado de retrocesso e mínimo de aproximadamente 30 MPa do lado de avanço. A liga ZK60 laminada apresentou comportamento idêntico ao lado de retrocesso, porém com pico de compressão de aproximadamente -20 MPa do lado de avanço da ferramenta. As tensões são derivadas do calor introduzido durante a soldagem, que por sua vez é um fator determinante na viscosidade, e consequentemente é a variável que determina o arraste do material.

- Nos mapeamentos de microdureza Vickers realizados na secção transversal dos cordões de solda, foi observado que devido ao maior refino de grãos e pulverização dos intermetálicos dos cordões de solda apresentaram maior dureza, com picos máximos característicos em regiões de aglomeração dos intermetálicos, decorrentes do fluxo de material durante a soldagem. A liga ZK60 apresentou maiores valores de microdureza, tanto nos cordões de solda quanto nos metais base, isso remete ao fato que os intermetálicos MgZn predominantes na liga ZK60 são mais duros e/ou apresentam maior aderência intermetálico/matriz que os do tipo MgZnRE predominantes nas ligas com adição de Mm.
- As juntas de topo das ligas como fundidas soldadas por SFMM quando comparadas com os metais base apresentaram reduções da tensão limite de escoamento de 17,5 % para ZK60, 12 % para ZK60-1,5RE e de 19,92 % para ZK60-1.5RE Tixo. Durante a soldagem ocorreu um super-refinamento da microestrutura no cordão de solda, por isso as tensões aplicadas não são suficientes para deformarem esta região. A diferença de tamanho de grãos maior que 95 % entre os cordões de solda e os metais base origina uma interface durante os ensaios de tração que atuam como concentradores de tensões fazendo com que os corpos de prova soldados se deformem menos e sofram fraturas frágeis.
- As juntas de topo das ligas laminadas soldadas por SFMM quando comparadas com os metais base não apresentaram alterações significativas das tensões de limite de escoamento, exceto para liga ZK60-1,5RE Tixo que teve uma redução de 8 %. As ligas laminadas diferentes das como fundidas, não apresentaram transição brusca de refino da microestrutura, mantendo suas propriedades mecânicas muito próximas das observadas para os metais base. Observando as imagens de deformação local, a liga ZK60 apresentou maior deformação no centro do cordão de solda, local onde os corpos de prova se romperam; isso ocorreu devido a concentração de intermetálicos nesta região, oriundos do fluxo de material e de provável fusão dos intermetálicos de fase MgZn. Para as ligas com adição de Mm, onde os cordões de solda apresentaram maior homogeneidade e pulverização dos intermetálicos, as maiores deformações foram observadas na borda de contato do ombro da ferramenta do lado de retrocesso e na parte inferior do cordão do lado de avanço, provavelmente devido à variação brusca da textura dos planos basais nestes pontos.

7.2 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se a continuidade da pesquisa com:

- 1 Caracterização e qualificação das fases presentes nas ligas ZK60 e ZK60 com adição de Mischmetal, através de análises por Microscopia Eletrônica de Transmissão, seguida de análises de Difração de Raios-X, bem com o estudo das propriedades de corrosão tanto das ligas como fundidas quanto das ligas laminadas.
- 2 Tratamentos térmicos de solubilização (T4), envelhecimento direto (T5) e solubilização seguida de envelhecimento (T6), para posterior deformação por laminação a quente, tantos por laminação simétrica quanto por laminação assimétrica, seguida por estudo da distribuição das redes de intermetálicos, textura e recristalização, bem como suas influências nas propriedades mecânicas das ligas.
- 3 Processamento por Fricção e mistura mecânica (Friction Stir Process- FSP), com o intuito de quebrar em partículas de intermetálicos e pulveriza-las na matriz α Mg, além da obtenção de microestrutura super-refinada, estudo das texturas, recristalização e propriedades mecânicas, para comparação com as propriedades das ligas como laminadas.

CAPÍTULO 8 – REFERÊNCIAS

- [1] Os transportes e a emissão de CO₂ – o efeito estufa, Agência Nacional de Transportes Aquaviários,
<http://www.antaq.gov.br/Portal/GestaoAmbiental/Pdf/EmissaoCo2EfeitoEstufa.pdf>.
- [2] Campbell, F.C., Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials, (2006) Elsevier Ltd., pp. 93-109.
- [3] Davies, G., Materials for Automobile Bodies, (2003) Elsevier Ltd., pp. 75-112.
- [4] Watarai, H., Trend of research and development for magnesium alloys – Reducing weight of structural materials in motor vehicles -, (2006) Science & Technology Trends, 18, pp. 84-97.
- [5] Hombergmeier, E., Magnesium for aerospace applications,
http://www.materials.manchester.ac.uk/pdf/research/latest/magnesium/elke_hombergmeier_AEROMAG%20Paper_07.pdf.
- [6] Pashkova, O., Ostrovsky, I., Henn, Y., Present state and future of magnesium application in aerospace industry, (2007) <http://www.magnesium-technologies.com/var/249/76511-PRESENT%20STATE%20AND%20FUTURE%20OF%20MAGNESIUM%20APPLICATION%20IN%20AEROSPACE%20INDUSTRY.pdf>.
- [7] Zhou, H.T., Zhang, Z.D., Liu, C.M., Wang, Q.W., Effect of Nd and Y on the microstructure and mechanical properties of ZK60 alloy, (2007) Materials Science and Engineering A, 445-446, pp. 1-6.
- [8] Ma, Y., Zuo, R., Tang, A., Wang, W., Zhang, J., Pan, F., Effect of yttrium on morphologies of precipitation phases along grain boundaries of as-cast ZK60 magnesium alloy, (2005) Materials Science Forum, 488-489, pp. 245-248.
- [9] Wu, A., Xia, C., Wang, J., Distribution, evolution and the effects of rare earths Ce and Y on the mechanical properties of ZK60 alloys, (2006) Journal of University of Science and Technology Beijing: Mineral Metallurgy Materials (Eng Ed), 13 (5), pp. 424-428.
- [10] Kido, F., Motegi, T., Production of magnesium alloy billets by semisolid continuous casting, (2009) Materials Science Forum, 610-613, pp. 1403-1406.
- [11] C.E. Dreyer, W.V. Chiu, R.H. Wagoner, S.R. Agnew, Formability of a more randomly textured magnesium alloy sheet: Application of an improved warm sheet formability test, Journal of Materials Processing Technology, Volume 210, Issue 1, 1 January 2010, Pages 37-47.
- [12] Cho, J.-H., Chen, H.-M., Choi, S.-H., Kim, H.-W., Kang, S.-B., Aging effect on texture evolution during warm rolling of ZK60 alloys fabricated by twin-roll casting, (2010) Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 41 (10), pp. 2575-2583.
- [13] Kim, W.J., Kim, M.J., Wang, J.Y., Superplastic behavior of a fine-grained ZK60 magnesium alloy processed by high-ratio differential speed rolling, (2009) Materials Science and Engineering A, 527 (1-2), pp. 322-327.

- [14] Gong, X., Kang, S.B., Li, S., Cho, J.H., Enhanced plasticity of twin-roll cast ZK60 magnesium alloy through differential speed rolling, (2009) *Materials and Design*, 30 (9), pp. 3345-3350.
- [15] Flemings, M.C., Mehrabian, R., CASTING SEMI-SOLID METALS, (1974) *Trans Am Foundrymen's Soc*, 81, pp. 81-88.
- [16] Flemings, M.C., Behavior of metal alloys in the semisolid state, (1991) *Metallurgical Transactions A*, 22 (5), pp. 957-981.
- [17] ASM Handbook, Vol.6: Welding, Brazing and Soldering, pp. 1923-1953.
- [18] Ma, C.J., Liu, M., Wu, G.H., Ding, W.J., Zhu, Y.P., Microstructure and mechanical properties of extruded ZK60 magnesium alloy containing rare earth, (2004) *Materials Science and Technology*, 20 (12), pp. 1661-1665.
- [19] Ma, C., Liu, M., Wu, G., Ding, W., Zhu, Y., Tensile properties of extruded ZK60-RE alloys, (2003) *Materials Science and Engineering A*, 349 (1-2), pp. 207-212.
- [20] D'Errico, F., Rivolta, B., Gerosa, R., Perricone, G., Thixomolded magnesium alloys: strategic product innovation in automobiles, (2008) *JOM*, 60 (11), pp. 70-76.
- [21] Zhang, E., He, W., Du, H., Yang, K., Microstructure, mechanical properties and corrosion properties of Mg-Zn-Y alloys with low Zn content, *Materials Science and Engineering A* 488 (2008), pp. 102-111.
- [22] He, W., Zhang, E., Yang, K., Effect of Y on the bio-corrosion behavior of extruded Mg-Zn-Mn alloy in Hank's solution, *Materials Science and Engineering C* 30 (2010), pp. 167-174.
- [23] Wu, A.-R., Xia, C.-Q., Dong, L.-J., Qin, B., Study on aging strengthening behavior of Mg-6.0%Zn-0.5%Zr-2.0%Nd-1.0%Y alloy, (2008) *Cailiao Rechuli Xuebao/Transactions of Materials and Heat Treatment*, 29 (1), pp. 66-70.
- [24] Fan, J. F., Yang, G. C., Chen, S. L., Xie, H., Wang, M., Zhou, Y. H., Effect of rare earths (Y, Ce) additions on the ignition points of magnesium alloys, *Journal of Materials Science* 39 (2004), pp. 6375 – 6377.
- [25] Luo, H., Liu, Y., Li, T., Zhang, Y., The influence of calcium and cerium mischmetal on the ignition behavior of magnesium, (2009) *Magnesium Technology*, pp. 173-176.
- [26] Lin, P.-y., Zhou, H., Li, W.-p., Wang, M.-x., Guo, Q.-c., Tang, H.-c., Li, W., Effect of yttrium addition and the powder size on oxide film and powder ignition temperature of AZ91D magnesium alloy, (2009) *Journal of Alloys and Compounds*, 481 (1-2), pp. 373-378.
- [27] Fan, J.F., Yang, G.C., Zhou, Y.H., Wei, Y.H., Xu, B.S., Selective oxidation and the third-element effect on the oxidation of Mg-Y alloys at high temperatures, (2009) *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 40 (9), pp. 2184-2189.
- [28] Lin, P.-y., Zhou, H., Li, W.-p., Li, W., Wang, M.-x., Guo, Q.-c., Tang, H.-c., Effect of cooling rate on oxidation resistance and powder ignition temperature of AM50 alloy with addition of yttrium, (2009) *Corrosion Science*, 51 (2), pp. 301-308.
- [29] Li, W., Zhou, H., Zhou, W., Li, W.P., Wang, M.X., Effect of cooling rate on ignition point of AZ91D-0.98 wt.% Ce magnesium alloy, (2007) *Materials Letters*, 61 (13), pp. 2772-2774.

- [30] Friedrich, H.E., Mordlike B.L., Magnesium Technology: Metallurgy, Design Data, Applications, (2006) Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [31] Gupta, M., Sharon N. M. L., Magnesium, Magnesium Alloys, and magnesium Composites: A John Wiley e Sons, Inc. Hoboken, (2011) New Jersey.
- [32] ASM Handbook, Vol.15: Casting, pp. 1755-1759.
- [33] García, E.M., Influence of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Zn based alloys, (2009) Dissertation, Technischen Universität Berlin, Germany.
- [34] King, J.F., Materials perspective magnesium: Commodity or exotic?, (2007) Materials Science and Technology, 23 (1), pp. 1-14.
- [35] Kainer, K.U. and B.V., Magnesium alloys and technology: The current state of technology and potential for further development of magnesium applications, (2003) Weinheim, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KG aA, pp. 293.
- [36] Ferri, T.V., Caracterização mecânica da liga de Mg ZAXLa05413 para aplicação no processo de injeção sob pressão, (2008) Dissertação, UFRGS.
- [37] Hong, Z., Mingxing, W., Wei, L., Lin, W., Yu, Z., Effect of Ce addition on ignition point of AM50 alloy powders, (2006) Materials Letters, 60 (27), pp. 3238-3240.
- [38] França, F.C.V., Tendências para o mercado brasileiro de Mg, 11º Seminário de Metais Não-Ferrosos, ABM, São Paulo-SP, Setembro 2009.
- [39] Ben-Hamu, G., Eliezer, D., Shin, K.S., The role of Si and Ca on new wrought Mg–Zn–Mn based alloy, (2007) Materials Science and Engineering A, 447, pp. 35–43.
- [40] Xinggang, L., Shuisheng, X., Yunxi, J., Lei, L., Semi-solid processing technologies for magnesium alloys, (2005) Materials Science Forum, 488-489, pp. 307-312.
- [41] Spencer, D.B., Mehrabian, R., Flemings, M.C., Rheological behavior of Sn-15 pct Pb in the crystallization range, (1972) Metallurgical Transactions, 3 (7), pp. 1925-1932.
- [42] Silva, B.M.A., Influência da microestrutura inicial e material de molde na tixoconformação da liga A356, (2007) Dissertação, UNICAMP.
- [43] Tsukeda, T., Saito, K., Takeya, K., Kitamura, K., The latest technology trends on thixomolding® of magnesium alloys, (2005) Materials Science Forum, 488-489, pp. 325-328.
- [44] Tsukeda, T., Saito, K., Suzuki, M., Koike, J., Maruyama, K., Newly developed heat resistant magnesium alloy by thixomolding®, (2005) Materials Science Forum, 488-489, pp. 287-290.
- [45] Zhao, Z., Chen, Q., Chao, H., Huang, S., Microstructural evolution and tensile mechanical properties of thixoforged ZK60-Y magnesium alloys produced by two different routes, (2010) Materials and Design, 31 (4), pp. 1906-1916.
- [46] Czerwinski, F., Selected aspects of semisolid forming magnesium alloys, (2007) Materials Science Forum, 539-543 (PART 2), pp. 1644-1649.
- [47] Czerwinski, F., Zielinska-Lipiec, A., The microstructure evolution during semisolid molding of a creep-resistant Mg-5Al-2Sr alloy, (2005) Acta Materialia, 53 (12), pp. 3433-3444.
- [48] Czerwinski, F., Size evolution of the unmelted phase during injection molding of semisolid magnesium alloys, (2003) Scripta Materialia, 48 (4), pp. 327-331.

- [49] Goryany, V., Mauk, P.J., Effect of solid fraction on the mechanical properties of thixomolded magnesium alloys, (2008) *Journal of Mining and Metallurgy, Section B: Metallurgy*, 44 (1), pp. 101-106.
- [50] Ozaki, K., Tsuji, K., Fukuta, T., Nomoto, T., Takeya, K., Hayakawa, T., Influence of slurry temperature and gate velocity on injection molding of magnesium alloys, (2006) *Diffusion and Defect Data Pt.B: Solid State Phenomena*, 116-117, pp. 468-471.
- [51] Le, Q.C., Cui, J., Xia, K., Thixotropic Mg alloys through liquidus and sub-liquidus casting, (2005) *Materials Science Forum*, 488-489, pp. 303-306.
- [52] C.Xu, M.Y. Zheng, K. Wu, E.D. Wang, G.H. Fran, S.W.Xu, S. Kamado, X. D. Liu, G.J. Wang, X.Y. Lv "Influence of rolling temperature on the microstructure and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy sheets". *Materials Science e Engineering A* 559(2013)615-622.
- [53] Brown, D.W., Agnew, S.R., Bourke, M.A.M., Holden, T.M., Vogel, S.C., Tomé, C.N., Internal strain and texture evolution during deformation twinning in magnesium, (2005) *Materials Science and Engineering A*, 399 (1-2), pp. 1-12.
- [54] Coelho, R.S., Kostka, A., Pinto, H., Riekehr, S., Koçak, M., Pyzalla, A.R., Microstructure and mechanical properties of magnesium alloy AZ31B laser beam welds, (2008) *Materials Science and Engineering A*, 485 (1-2), pp. 20-30.
- [55] Bohlen, J., Nürnberg, M.R., Senn, J.W., Letzig, D., Agnew, S.R., The texture and anisotropy of magnesium-zinc-rare earth alloy sheets, (2007) *Acta Materialia*, 55 (6), pp. 2101-2112.
- [56] T. Al-Samman, X. Li, Sheet texture modification in magnesium-based alloys by selective rare earth alloying, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 528, Issues 10–11, 25 April 2011, Pages 3809-3822.
- [57] S. Sandlöbes, S. Zaeferrer, I. Schestakow, S. Yi, R. Gonzalez-Martinez, On the role of non-basal deformation mechanisms for the ductility of Mg and Mg–Y alloys, *Acta Materialia*, Volume 59, Issue 2, January 2011, Pages 429-439.
- [58] Padilha, A. F., Siciliano Jr., F., Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura, *Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais*, São Paulo, 2005, 232 p.
- [59] Chen, W., Wang, X., Hu, L., Wang, E., Fabrication of ZK60 magnesium alloy thin sheets with improved ductility by cold rolling and annealing treatment, (2012) *Materials and Design*, 40, pp. 319-323.
- [60] Genicolo, M.A.C., Estudo da viabilidade para implementação de uniões soldadas pelo método friction stir welding em estruturas aeronáuticas, (2007) *Dissertação*, USP.
- [61] Nakata, K., Inoki, S., Nagano, Y., Hashimoto, T., Johgan, S., Ushio, M., Weldability of friction stir welding of AZ91D magnesium alloy thixomolded sheet, (2001) *Keikinzoku/Journal of Japan Institute of Light Metals*, 51 (10), pp. 528-533.
- [62] Galiyev, A., R. Kaibyshev, and G. Gottstein. "Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60." *Acta Materialia* 49.7 (2001): 1199-1207
- [63] Ghali, E., Dietzel, W., Kainer, K.-U., General and Localized Corrosion of Magnesium Alloys: A Critical Review, (2004) *Journal of Materials Engineering and Performance*, 13 (1), pp. 7-23.

- [64] Munitz, A., Cotler, C., Stern, A., Kohn, G., Mechanical properties and microstructure of gas tungsten arc welded magnesium AZ91D plates, (2001) *Materials Science and Engineering A*, 302, pp. 68-73.
- [65] Min, D., Shen, J., Shiqiang, L., Chen, J., Effect of heat input on the microstructure and mechanical properties of tungsten inert gas arc butt-welded AZ61 magnesium alloy plates, (2009) *Materials Characterization*, 60, pp. 1583-1590.
- [66] Mishra, R. S., Ma, Z. Y., Friction stir welding and processing, (2005) *Materials Science and Engineering. R*, 50, pp. 1-78.
- [67] Nascimento, F.M.F., Processamento por fricção linear, (2007) Dissertação, Instituto Superior Técnico, Universidade Técnica de Lisboa, Portugal.
- [68] Nandan, R., DebRoy, T., Bhadeshia, H.K.D.H., Recent advances in friction-stir welding – process, weldment structure and properties, (2008) *Progress in Materials Science*, 53 (6), pp. 980-1023.
- [69] Bruni, C., Buffa, G., D'Apolito, L., Forcellese, A., Fratini, L., Tool geometry in friction stir welding of magnesium alloy sheets, (2009) *Key Engineering Materials*, 410-411, pp. 555-562.
- [70] Yang, J., Xiao, B.L., Wang, D., Ma, Z.Y., Effects of heat input on tensile properties and fracture behaviour of friction stir welded Mg-3Al-1Zn alloy, (2010) *Materials Science and Engineering A*, 527, pp. 708-714.
- [71] Padmanaban, G., Balasubramanian, Selection of FSW tool pin profile, shoulder diameter and material for joining AZ31B magnesium alloy – An experimental approach, (2009).
- [72] Ramos, F.D., A influência do perfil da ferramenta e velocidade de rotação na solda ponto por fricção e mistura mecânica das ligas AA6181-T4 e Mg-AZ31, (2008) Tese, UFRGS.
- [73] Coelho, R., Joining of light-weight materials by friction stir welding and laser beam welding, (2009) Tese, Ruhr-Universität Bochum, Germany.
- [74] Coelho, R. S., Kostka, A., Pinto, H., Rothkirch, A., Dos Santos, J., Pyzalla, A. R., Microstructure and Residual Stress Formation in an AA6040 to AZ31B Friction Stir Weld, (2009) *Advances in X-Ray Analyses*, 52, pp. 360-367.
- [75] Xie, G.M., Ma, Z.Y., Geng, L., Chen, R.S., Microstructural evolution and mechanical properties of friction stir welded Mg-Zn-Y-Zr alloy, (2007) *Materials Science and Engineering A*, 471, pp. 63-68.
- [76] Sheikhi, S., Zettler, R., Dos Santos, J.F., Progresses on the friction stir welding of aluminium, magnesium and steel [Fortschritte beim rührreibschweißen von aluminium, magnesium und stahl], (2006) *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 37 (9), pp. 762-767.
- [77] Xie, G.M., Ma, Z.Y., Geng, L., Effect of microstructural evolution on mechanical properties of friction stir welded ZK60 alloy, (2008) *Materials Science and Engineering A*, 486 (1-2), pp. 49-55.
- [78] Xie, G.M., Ma, Z.Y., Geng, L., Effect of Y addition on microstructure and mechanical properties of friction stir welded ZK60 alloy, (2009) *Journal of Materials Science and Technology*, 25 (3), pp. 351-355.

- [79] Park, S.H.C., Sato, Y.S., Kokawa, H., Effect of micro-texture on fracture location in friction stir weld of Mg alloy AZ61 during tensile test, (2003) Scripta Materialia, 49, pp. 161-166.
- [80] E.P. Silva, L.F. Batista, B. Callegari, V. Ferrinho, R.H. Buzolin, R.S. Coelho, F. Warchomicka, G.C. Requena, A.J. Ramirez, H. Pinto. Microstructure and Residual Stress Formation during Friction-Stir Welding of Semi Solid Cast ZK60-RE Magnesium Alloy. Advanced Materials Research Vol. 922 (2014) pp 688-693
- [81] Woo, W., Choo, H., Prime, M.B., Feng, Z., Clausen, B., Microstructure, texture and residual stress in a friction-stir-processed AZ31B magnesium alloy, (2008) Acta Materialia, 56 (8), pp. 1701-1711.
- [82] Suhuddin, U.F.H.R., Mironov, S., Sato, Y.S., Kokawa, H., Lee, C.-W., Grain structure evolution during friction-stir welding of AZ31 magnesium alloy, (2009) Acta Materialia, 57, pp. 5406-5418.
- [83] Woo, W., Choo, H., Brown, D.W., Liaw, P.K., Feng, Z., Texture variation and its influence on the tensile behavior of a friction-stir processed magnesium alloy, (2006) Scripta Materialia, 54 (11), pp. 1859-1864.
- [84] CALLISTER, W. D. J. Ciência e Engenharia de Materias: uma introdução. 7ª. ed. Utah: John Wiley & Sons, 2008.
- [85] BIRKHOLZ, M. Thin Film Analysis by X-Ray Scattering. [S.l.]: WILEY-VCH, 2006. ISBN:3-527-31052-5.
- [86] REIMERS, W. Introduction to diffraction methods for internal stress analyses. In: REIMERS, W., et al. **Neutrons and synchrotron radiation in engineering materials science: from fundamental to material and component characterization**. Weinheim: Wiley-Vch Verlag GmbH & Co. KGaA, 2008.
- [87] W. Reimers, A. R. Pyzalla, A. Schreyer, H. Clemens: Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science: From Fundamentals to Material and Component Characterization. 2008 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- [88] H.J. Bunge, Texture Analysis in Materials Science, Cuvillier Verlag, Goettingen, 1993.
- [89] T.M. Buzug: Einführung in die Computertomographie. Mathematisch-physikalische Grundlagen der Bildrekonstruktion, Berlin/Heidelberg, 2004.
- [90] T.M. Buzug: Computed Tomography. From Photon Statistics to Modern Cone-Beam CT, Berlin/Heidelberg, 2008.
- [91] H. Niedrig, M. Sternberg: Das Ingenieurwissen: Physik, Berlin/Heidelberg, 2014.
- [92] J. Bleck-Neuhaus: Elementare Teilchen: Von den Atomen über das Standard-Model bis zum Higgs-Boson, Berlin/Heidelberg, 2013.
- [93] Stefan Zaunschirm: High-resolution X-ray computed tomography studies of compressed magnesium samples. University of Applied Sciences Master's Programme Automation Engineering. Wels, 2014.
- [94] E.P.Silva, L.F.Batista, B.Callegari, I.Feierabend, R.H.Buzolin, R.S.Coelho, F.Warchomicka, G.C.Requena, H.Pinto "Casting in the Semi-Solid State of ZK60 Magnesium Alloy Modified with Rare Earth Addition". Advanced Materials Research Vol. 922 (2014) pp 694-699.
- [95] Tereza S. Martins; Paulo Celso Isolani "Rare earths: industrial and biological applications". Quím. Nova vol.28 no.1 São Paulo Jan./Feb. 2005.
- [96] ANDERSON, T. L. Fracture Mechanics – Fundamentals and Applications – 2nd Edition, CRC Press, 1995.

- [97] P.B. Prangnell, C.P. Heason "Grain structure formation during friction stir welding observed by the stop action technique". *Acta Materialia* 53(2005):3179-3192.
- [98] Hirsch, J., and T. Al-Samman. "Superior light metals by texture engineering: optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications." *Acta Materialia* 61.3 (2013): 818-843.
- [99] Kouadri, A., Barrallier, L., Texture characterisation of hexagonal metals: Magnesium AZ91 alloy, welded by laser processing, (2006) *Materials Science and Engineering A*, 429 (1-2), pp. 11-17.
- [100] Al-Samman, T., and X. Li. "Sheet texture modification in magnesium-based alloys by selective rare earth alloying." *Materials Science and Engineering: A* 528.10 (2011): 3809-3822.