UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

Efeito do Gd e do Ca na deformação a quente de ligas de magnésio ZK40

LEANDRO HENRIQUE MORENO GUIMARÃES

São Carlos
2021

LEANDRO HENRIQUE MORENO GUIMARÃES

Efeito do Gd e do Ca na deformação a quente de ligas de magnésio ZK40

Dissertação de mestrado apresentada ao
programa de Pós-Graduação em Ciência
e Engenharia de Materiais da
Universidade de São Paulo, como parte
dos requisitos para obtenção do título de
Mestre em Ciências

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

Orientador: Prof. Dr. Haroldo Cavalcanti
Pinto

Versão Corrigida
Original na Unidade

São Carlos

2021

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

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues Fontes da
EESC/USP com os dados inseridos pelo(a) autor(a).

M963e	<p>Moreno Guimarães, Leandro Henrique</p> <p>Efeito do Gd e do Ca na deformação a quente de ligas de magnésio ZK40 / Leandro Henrique Moreno Guimarães; orientador Haroldo Cavalcanti Pinto. São Carlos, 2021.</p> <p>Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Ciência 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, 2021.</p> <p>1. Liga de magnésio. 2. ZK40. 3. Óxido de cálcio. 4. Gadolínio. 5. Difração de raios-x de radiação de sincrotron in situ. 6. Deformação à quente. I. Título.</p>
-------	--

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Engenheiro **LEANDRO HENRIQUE MORENO GUIMARÃES**.

Título da dissertação: " Efeito do Gd e do Ca na deformação a quente de ligas de magnésio ZK40".

Data da defesa: 03/02/2021.

Comissão Julgadora

Resultado

Prof. Associado **Haroldo Cavalcanti Pinto**
(Orientador)
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Dr. **Daniel Rodrigo Leiva**
(Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

APROVADO

Prof. Dr. **Conrado Ramos Moreira Afonso**
(Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

APROVADO

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

Prof. Associado **Marcelo Falcão de Oliveira**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:

Prof. Titular **Murilo Araujo Romero**

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Haroldo pela oportunidade e conhecimento compartilhado.

Aos meus pais, Reolando e Elza, por todo apoio e compreensão em todos os momentos da minha vida e pela confiança em mim depositada.

A minha filha Helena, pela oportunidade de experimentar a mais pura forma de amor e por ter me acompanhado no decorrer deste curso, revelando-me a certeza de que todos os dias ao seu lado são maravilhosos.

A minha companheira Ana Elisa, pela compreensão, pela paciência, pelos ensinamentos e, acima de tudo, pelo incentivo.

Ao Ricardo Buzolin por todo auxílio e companheirismo dedicado a este trabalho.

Aos meus amigos e colegas de laboratório, por compartilhar experiências que contribuíram para o sucesso desta caminhada.

Ao corpo docente e técnicos do Departamento de Engenharia de Materiais da EESC-USP, que contribuiu de forma direta ou indireta para a conclusão deste trabalho.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 88882.180165/2018-01.

Esta pesquisa utilizou recursos do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), uma instalação nacional aberta do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações (MCTIC) operada pelo Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM). Agradecemos a equipe da Linha de Luz XTMS pela assistência durante os experimentos.

RESUMO

GUIMARÃES, Leandro Henrique Moreno. **Efeito do Gd e do Ca na deformação a quente de ligas de magnésio ZK40**. 2021. 75 f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos. Universidade de São Paulo, São Carlos – SP, 2020.

A deformação plástica e a evolução microestrutural, em relação ao comportamento de recristalização, em três ligas de magnésio ZK40, ZK40-2CaO e ZK40-2Gd foram investigadas neste trabalho, com o intuito de verificar a influência da adição dos elementos de liga Gd e Ca na ZK40. Para isso, foi elaborado um estudo *in situ* da deformação à quente, com o auxílio de difração de raios-x de radiação de sincrotron. As amostras foram aquecidas em duas temperaturas diferentes 250 °C e 300 °C e comprimidas em duas taxas de deformações, 10^{-3} s^{-1} e 10^{-4} s^{-1} até as amostras atingirem 30% de deformação. As microestruturas das amostras deformadas foram analisadas por meio de microscópio eletrônico de varredura e, também, utilizando a técnica de EBSD. A amostra com Ca na condição de teste com temperatura de 250 °C a 10^{-3} s^{-1} apresentou maior tensão de escoamento e máxima de compressão, com 35 MPa e 73,2 MPa, respectivamente. Enquanto a mesma liga, ZK40-2CaO, para a temperatura de 250 °C a uma taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} denotou a menor tensão de escoamento com 13,6 MPa. A liga ZK40 exibiu a menor tensão de compressão, a temperatura de 300 °C e taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} . No geral, foi verificado recristalização dinâmica contínua nas ligas e não foi constatado recristalização dinâmica descontínua durante o processo de deformação plástica.

Palavras chave: Liga de magnésio. ZK40. Óxido de cálcio. Gadolínio. Difração de raios-x de radiação de sincrotron *in situ*. Deformação à quente.

ABSTRACT

GUIMARÃES, Leandro Henrique Moreno. **Effect of Gd and Ca on hot deformation of ZK40 magnesium alloys**. 2021. 75 f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos. Universidade de São Paulo, São Carlos – SP, 2020.

The plastic deformation and the microstructural evolution, in relation to the recrystallization behavior, in three magnesium alloys ZK40, ZK40-2CaO and ZK40-2Gd were investigated in this work, to verify the influence of the addition of the alloy elements Gd and Ca on the ZK40. For that, an *in situ* study of the hot deformation was carried out, with synchrotron light x-ray diffraction. The samples were heated at two different temperatures, 250 °C and 300 °C and compressed at two strain rates, 10^{-3} s^{-1} and 10^{-4} s^{-1} until the samples reached 30% deformation. The microstructures of the deformed samples were analyzed using a scanning electron microscope and using the EBSD technique. The sample with Ca in the test condition with a temperature of 250 °C at 10^{-3} s^{-1} showed higher yield stress and maximum compression, with 35 MPa and 73.2 MPa, respectively. While the same alloy, ZK40-2CaO, for a temperature of 250 °C at a deformation rate of 10^{-4} s^{-1} , showed the lowest yield stress with 13.6 MPa. The ZK40 alloy exhibited the lowest compression stress, a temperature of 300 °C and a strain rate of 10^{-4} s^{-1} . In general, continuous dynamic recrystallization was observed in the alloys and there was no discontinuous dynamic recrystallization during the plastic deformation process.

Keywords: Magnesium alloy. ZK40. Calcium oxide. Gadolinium. X-ray diffraction of synchrotron light *in situ*. Hot deformation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Densidade e resistência específica de algumas ligas.....	18
Figura 2 - Estrutura cristalina hexagonal compacta.	20
Figura 3 – Índices dos planos e direções da estrutura hexagonal compacta do magnésio e seus principais planos e sistemas de escorregamento.....	22
Figura 4 – Influência na temperatura de deformação na CRSS.....	23
Figura 5 - Evolução microestrutural esquemática durante deformação a quente: (a) durante laminação (baixas deformações) de metais de alta EFE; (b) durante laminação de metais de baixa EFE; (c) durante extrusão (altas deformações) de metais de alta EFE; (d) durante a extrusão de metais de baixa EFE.....	26
Figura 6 – Representação de curvas tensão-deformação com processos de encruamento, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica.	27
Figura 7 – Recristalização dinâmica durante deformação a quente para (a) alta taxa de deformação e (b) baixa taxa de deformação em uma curva tensão-deformação.....	28
Figura 8 - Mudança nos mecanismos de recristalização dinâmica conforme a temperatura na liga ZK60 (a) < 150°C, (b) 200-250°C e (c) >300°C.	30
Figura 9 – Representação da recristalização em ligas de magnésio durante a deformação. As maclas reorientam os planos basais perpendiculares à tensão, consequentemente acontece (a) uma limitada rotação dos retículos cristalinos e (b) a recuperação dinâmica das discordâncias próximas e sobre os contornos dos grãos (c) possibilitando a formação de novos subgrãos ou grãos.	31
Figura 10 – Representação esquemática da nucleação por migração de contornos induzida por deformação.	33
Figura 11 – Difração de raios X em uma estrutura cristalina.....	35
Figura 12 – Efeito de longo e baixo alcance de deformação no pico de difração. $2\theta_0$ corresponde ao ângulo de Bragg de uma amostra sem deformação.....	36
Figura 13 – a) microestrutura; b) histograma na região em que apresentam grãos finos e grosseiros; c) mapeamento dos contornos de baixo ângulo e alto ângulo; d) figuras de polo inversa obtidas por EBSD da amostra deformada a 200°C com uma taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1}	39
Figura 14 – Fornos utilizados para fundição das amostras; a) forno Narbertherm com capacidade de 20 kg e temperatura de operação de até 1800 °C; b) forno utilizado no	

processo de fundição.	41
Figura 15 - Desenho esquemático da configuração da disposição da amostra, do feixe de radiação de sincrotron e do detector durante o ensaio.	43
Figura 16 – Curvas de tensão-deformação dos testes de compressão <i>in situ</i> nas temperaturas (a) 250 °C e (b) 300 °C.	47
Figura 17 – Imagens SE das amostras fundidas a) ZK40, b) ZK40-2Gd e c) ZK40-2CaO.	50
Figura 18 – Imagens de BSE das amostras deformadas a temperatura de 250 °C e para as taxas de deformação iguais a (a, d) 10^{-3} e (b, c, e) 10^{-4} s $^{-1}$ mostrando as fraturas dos intermetálicos das ligas (a, b) ZK40, (c) ZK40-2Gd e (d, e) ZK40-2CaO.	52
Figura 19 - Imagens de BSE das amostras deformadas a temperatura de 300 °C e para as taxas de deformação iguais a (a, c, e) 10^{-3} e (b, d, f) 10^{-4} s $^{-1}$ mostrando as fraturas dos intermetálicos das ligas (a, b) ZK40, (c, d) ZK40-2Gd e (e, f) ZK40-2CaO.	53
Figura 20 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40 a 250 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s $^{-1}$ (a-c) e 10^{-4} s $^{-1}$ (d-f).	55
Figura 21 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40 a 300 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s $^{-1}$ (a-c) e 10^{-4} s $^{-1}$ (d-f).	56
Figura 22 - Imagens IPF (a), KAM (b) e GROD (c) das amostras deformadas de ZK40-2Gd a 250 °C para a taxa de deformação de 10^{-4} s $^{-1}$	58
Figura 23 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40-2Gd a 300 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s $^{-1}$ (a-c) e 10^{-4} s $^{-1}$ (d-f).	59
Figura 24 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40-2CaO a 250 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s $^{-1}$ (a-c) e 10^{-4} s $^{-1}$ (d-f).	60
Figura 25 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40-2CaO a 300 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s $^{-1}$ (a-c) e 10^{-4} s $^{-1}$ (d-f).	62
Figura 26 - Ângulo azimutal pelo tempo obtidos durante ensaio de deformação a quente <i>in situ</i> de radiação de sincrotron da amostra ZK40 para as temperaturas 250 °C (a-b) e 300 °C (c-d) e taxas de deformação de 10^{-3} s $^{-1}$ (a, c) e 10^{-4} s $^{-1}$ (b, d).	66

Figura 27 - Ângulo azimutal pelo tempo obtidos durante ensaio de deformação a quente *in situ* de radiação de sincrotron da amostra ZK40-2Gd para as temperaturas 250 °C (a-b) e 300 °C (c-d) e taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a, c) e 10^{-4} s^{-1} (b, d).

..... 67

Figura 28 - Ângulo azimutal pelo tempo obtidos durante ensaio de deformação a quente *in situ* de radiação de sincrotron da amostra ZK40-2CaO para as temperaturas 250 °C (a-b) e 300 °C (c-d) e taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a, c) e 10^{-4} s^{-1} (b, d).

..... 68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Designação da ASTM para nomenclatura de ligas de magnésio.	16
Tabela 2 - Propriedades físico-químicas e mecânicas do magnésio.....	17
Tabela 3 – Ligas comuns de Mg e suas principais propriedades.	20
Tabela 4 – Composição química das amostras.	41
Tabela 5 – Tensão de Escoamento.	48
Tabela 6 – Tensão Máximas de Compressão.	48
Tabela 7 - Valores Médios de KAM.	64
Tabela 8 - Valores Médios de Desorientação.	65

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 Classificação do Magnésio e suas Ligas	15
2.2 Características do Magnésio e suas Ligas	16
2.3 Cristalografia e Mecanismos de Deformação do Magnésio	20
2.3.1 Cristalografia	20
2.3.2 Deformação plástica por escorregamento	20
2.3.3 Deformação plástica por maclação	23
2.3.4 Energia de defeito de empilhamento	24
2.4 Recuperação e Recristalização	25
2.4.1 Recristalização Dinâmica em Ligas De Magnésio	29
2.5 Difração de Raios-X	34
2.5.1 Experimentos <i>in situ</i> em Radiação de Sincrotron	36
2.6 Textura Cristalográfica	37
3 METODOLOGIA	40
3.1 Fundição das Ligas de Magnésio	40
3.2 Ensaio de Compressão a Quente e Radiação de Sincrotron	42
3.3 Preparação das Amostras Deformadas	44
3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	44
3.4.1 EBSD	44
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
4.1 Curva Tensão-Deformação	46
4.2 Metalografia	49
4.2.1 Amostras Fundidas	49
4.2.2 Amostras Deformadas	51
4.3 Evolução Microestrutural	54
4.3.1 EBSD	54
4.3.2 Sincrotron	66
5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	70
5.1 Conclusões	70
5.2 Sugestões para Trabalhos Futuros	71
6 REFERÊNCIAS	72

1 INTRODUÇÃO

O gás carbônico (CO_2) é o gás que mais contribui para o efeito estufa, com 72% do total. O setor de transporte colabora com 20% em volume desse montante, sendo que 17% foram emitidos por transporte terrestre, i.e., caminhões e carros, e 3% emitidos por transportes internacionais (aviões e navios) (OLIVIER; SCHURE; PETERS, 2017).

Com o intuito de reduzir as implicações do efeito estufa por meio da diminuição da emissão de CO_2 na atmosfera, os países integrantes da Organização das Nações Unidas (ONU) assinaram o Protocolo de Kyoto. A fim de conseguirem atingir a meta necessária estipulada entre os países, diversos investimentos e soluções tem sido realizado, dentre eles o estudo de novos materiais de alta tecnologia que visam diminuir o peso de automóveis e aviões e, assim, diminuir o consumo de combustível fóssil.

Dessa forma as indústrias automobilísticas e aeronáuticas têm realizado estudos de materiais leves, com características mecânicas que satisfaçam a construção de componentes estruturais. As baixas densidades e boa relação entre resistência mecânica e peso, comparado com outros metais leves, justifica a grande aceitação das ligas de magnésio. Desse modo, tem-se considerado o uso de ligas de magnésio para substituir o aço e ligas de alumínio na estrutura e em componentes internos dos automóveis. Entretanto, o que limita essa substituição é o custo total da produção das peças. Atualmente, há o desenvolvimento e o estudo de processos com o intuito de viabilizar a produção em larga escala de componentes que sejam constituído por ligas de magnésio (FRIEDRICH; MORDIKE, 2006).

O magnésio apresenta uma baixa capacidade de deformação plástica em temperatura ambiente, mostrando uma restrição importante na sua aplicação. O efeito da adição de elementos de liga nas propriedades mecânicas do magnésio tem sido investigado, mas em muitos casos não está totalmente esclarecido. Além disso, os efeitos obtidos pela adição desses elementos na microestrutura e nas propriedades mecânicas tem sido estudado para um pequeno número de sistemas.

A adição de zinco e zircônio, como elementos de liga, no magnésio e elementos de terras raras (gadolínio, neodímio e ítrio) obteve-se um aumento

satisfatório das propriedades mecânicas, como uma melhora na tensão de escoamento do material. Já a adição de cálcio tem proporcionado uma boa fundibilidade, devido a diminuição da inflamabilidade do material.

Com isso, este trabalho tem como objetivo geral de contribuir com os estudos da microestrutura e deformação plástica a quente das ligas de magnésio ZK40, com adição de cálcio (Ca), na forma de óxido de cálcio (CaO), e gadolínio (Gd).

Já com relação aos objetivos específicos, estes foram pautados em:

- Estudar os fenômenos de recristalização das ligas de magnésio ZK40, com e sem adição de Gd e CaO.
- Verificar a influência do gadolínio e do cálcio na microestrutura da liga ZK40, em relação a presença de intermetálicos na microestrutura.
- Analisar a evolução microestrutural e a textura cristalográfica das amostras ZK40, com e sem adição de Gd e CaO na condição de durante e após deformação.

As microestruturas de ZK40 (Mg-4,5Zn-0,6Zn), ZK40 com 2% em massa de CaO e Gd (ZK40-2CaO e ZK-2Gd, respectivamente) foram analisadas por meio de técnicas presentes no microscópio eletrônico de varredura (MEV) e difração de raios-x de radiação de sincrotron. Assim, a morfologia dos grãos e os intermetálicos foram estudados. As propriedades mecânicas foram investigadas por meio de ensaio termomecânico de compressão a quente com o intuito de analisar o efeito da presença de intermetálicos nas ligas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste item serão expostos alguns princípios e conceitos relevantes acerca dos principais tópicos nos quais este trabalho está pautado como: classificação e características do magnésio e suas ligas; cristalografia e mecanismos de deformação do magnésio; recuperação, recristalização e nucleação; difração de raios-X e textura cristalográfica. Além disso, será também apresentada uma revisão do estado da arte sobre os temas centrais deste estudo a fim de auxiliar na compreensão e na análise de todos os assuntos que serão abordados e discutidos.

2.1 Classificação do Magnésio e suas Ligas

A norma americana *American Society for Testing and Materials* (ASTM) determina a nomenclatura das ligas de magnésio mais utilizadas, em que cada liga é intitulada por letras que designa os elementos de liga principais, seguidos por números que representam as porcentagens desses elementos.

A nomenclatura de uma típica liga de magnésio consiste de três partes. A primeira parte consiste em duas letras referentes aos principais elementos de ligas, Tabela 1, os quais estão arranjados em ordem decrescente de porcentagem. Caso as porcentagens forem iguais, a ordem alfabética das letras deve ser utilizada. A segunda parte compreende em dois números inteiros que indicam a quantidade, em porcentagem de peso, dos dois principais elementos de liga indicados. A terceira parte é uma letra indicando o estágio de desenvolvimento da liga, grau de pureza, etc. (A: primeira liga registrada; B: segunda liga registrada; C: terceira liga registrada; D: liga de alta pureza; X1: liga não registrada).

Tabela 1 - Designação da ASTM para nomenclatura de ligas de magnésio.

Elemento de liga	Nomenclatura	Elemento de liga	Nomenclatura
Alumínio	A	Níquel	N
Bismuto	B	Chumbo	P
Cobre	C	Prata	Q
Cádmio	D	Crômio	R
Terras raras	E	Silício	S
Ferro	F	Estanho	T
Tório	H	Gadolínio	V
Estrôncio	J	Ítrio	W
Zircônio	K	Antimônio	Y
Lítio	L	Zinco	Z
Manganês	M		

Fonte: Gupta, Nai e Sharon (2010).

Por fim, informações sobre o processo de fabricação da liga podem ser fornecidas após o hífen, como tratamento térmico. Por exemplo, a liga ZK61A-T5, pela nomenclatura tem-se 6% de zinco, 1% de zircônio na sua composição química básica. A letra A indica que a liga foi registrada na ASTM como primeira liga que contém essa composição, o T5 após o hífen significa que o material foi submetido ao tratamento térmico de envelhecimento artificial (GUPTA; NAI; SHARON, 2010).

2.2 Características do Magnésio e suas Ligas

O magnésio é o íon metálico mais abundante do oceano e é o quinto elemento de maior abundância na hidrosfera. Já na crosta terrestre é tido como o quinto de maior quantidade. Ele pode ser removido do oceano e do meio de minérios por meio de eletrólise de águas salinas e por redução direta, respectivamente (KAINER, 2006).

O magnésio é considerado um metal estrutural leve e com ponto de fusão em torno de 650 °C. A Tabela 2 mostra as propriedades físico-químicas e mecânicas do magnésio puro (FRIEDRICH; MORDIKE, 2006; GUPTA; NAI; SHARON, 2010).

O interesse no magnésio deve-se a sua baixa densidade, como mostrado na Tabela 2, da ordem de 1,738 g/cm³, o qual é bem menor que o aço, o titânio e o alumínio, com 7,2; 4,51 e 2,71 g/cm³, respectivamente. A baixa densidade do

magnésio proporciona a suas ligas uma ótima relação entre resistência mecânica e peso, comparável com outras ligas de outros elementos, como mostra o gráfico da Figura 1.

Tabela 2 - Propriedades físico-químicas e mecânicas do magnésio.

Propriedade	Valor
Estrutura cristalina	Hexagonal compacta
Densidade	1,738 g/cm ³
Ponto de fusão	(650 ± 1) °C
Ponto de ebulição	1090°C
Calor latente de fusão	360-377 kJ/K
Coeficiente de expansão térmica linear (20°C)	26,1x10 ⁻⁶ K ⁻¹
Condutividade térmica (20°C)	155,3 W/Km
Capacidade térmica (20°C)	155 W/KgK
Condutividade elétrica (IACS)	38,6%
Módulo de elasticidade	45 GPa
Limite de escoamento	69-105 MPa
Limite de resistência	165-205 MPa
Dureza	35 HB

Fonte: Kaiser e Kainer (2003).

Dessa forma, as ligas de magnésio têm atraído atenção das indústrias automotiva e de aeronaves por serem os materiais metálicos estruturais mais leves e assim pode ser utilizado no lugar do aço e do alumínio em determinadas peças da indústria de transporte (KAISER; KAINER, 2003).

Entretanto, o magnésio puro não pode ser utilizado como metal estrutural, pois apresenta baixo limite elástico em compressão e tração e pouca resistência a penetração. Dessa forma, adicionam-se elementos de liga que possibilitam a formação de mecanismos de endurecimento para melhorar as propriedades mecânicas do material, como: soluções sólidas, formação de precipitados e endurecimento por encruamento. Os elementos mais utilizados como elementos de liga para o magnésio são: Alumínio, Cálcio, Zinco, Zircônio e Terras raras (BUZOLIN, 2017).

Figura 1 - Densidade e resistência específica de algumas ligas.

Fonte: Adaptado de Kaiser e Kainer (2003).

O alumínio (Al) é o componente mais comum utilizado como elemento de liga em magnésio. A adição desse elemento aumenta a dureza e a resistência mecânica do material (GUPTA; NAI; SHARON, 2010). A desvantagem dessa liga é a presença de micro poros pelo material e diminuição da ductilidade (KAISER; KAINER, 2003).

A adição de cálcio (Ca) como elemento de liga no magnésio implica no refinamento dos grãos, no aumento na resistência à fadiga e melhora a resistência a autocombustão. Ademais ao acrescentar o cálcio em ligas fundidas de magnésio ocorre a redução de oxidação na fusão e no tratamento térmico do material (FRIEDRICH; MORDIKE, 2006; GUPTA; NAI; SHARON, 2010; HA et al., 2006). Os experimentos de fadiga realizados por Luo e colaboradores (2002) em ligas de magnésio com cálcio demonstraram melhores valores de tensão de escoamento e resistência a fadiga em comparação a ligas com estrôncio e elementos de terras raras na sua composição. Isso mostra que ligas de magnésio contendo cálcio como elemento de liga podem ser uma boa alternativa para ligas de magnésio com alumínio e estrôncio (Mg-Al-Sr) que são mais caras. Uma das formas de adicionar o Ca nas ligas de Mg é por meio do óxido de Cálcio (CaO), que reduz para MgO e Mg₂Ca durante a fundição e solidificação (WIESE et al., 2015).

Os elementos de terras raras (RE) são adicionados em ligas de magnésio

para melhorar a resistência à fluência, estabilidade térmica da liga e na resistência a corrosão, devido a formação de precipitados estáveis (GUPTA; NAI; SHARON, 2010). O aumento da resistência mecânica da liga de magnésio pela adição de RE deve-se pela formação de intermetálicos nos contornos de grãos na microestrutura (LI et al., 2007). Entretanto, o alto custo desses elementos faz com que sejam utilizados em ligas de alta tecnologia.

O zinco (Zn) é adicionado normalmente com o alumínio com o intuito de aumentar a resistência mecânica da liga sem diminuir a ductilidade (GUPTA; NAI; SHARON, 2010). Ademais melhora a fluidez do material nos processos de fusão e fundição. Por outro lado, ele pode corroborar com a formação de micro poros (EMLEY, 1966).

Já o zircônio (Zr) atua como um refinador de grãos da microestrutura do material. Entretanto esse elemento não pode ser adicionado em conjunto com o alumínio ou manganês, visto que formam componentes estáveis com esses elementos de liga (FRIEDRICH; MORDIKE, 2006; GUPTA; NAI; SHARON, 2010).

Em termos de diferença de processamento de fabricação, as ligas de magnésio podem ser divididas entre ligas forjadas e fundidas. Algumas das principais ligas fundidas empregadas pela indústria compreendem nas séries AZ (Mg-Al-Zn), AM (Mg-Al-Mn), AE (Mg-Al-RE), EZ (Mg-RE-Zn), ZK (Mg-Zn-Zr) e WE (Mg-RE-Zr) (YANG et al., 2008). A Tabela 3 mostra essas ligas e suas propriedades mecânicas relevantes às suas aplicações.

As ligas de magnésio mais utilizadas comercialmente pertencem as séries AZ e AM, como os materiais AZ91 e AM60, os quais apresentam baixo custo e excelente fundibilidade. Entretanto, o uso dessas ligas é limitado devido à baixa resistência mecânica a altas temperaturas. Com isso, a série ZK (Mg-Zn-Zr) apresenta um grande potencial para o desenvolvimento de ligas de magnésio de baixo custo e alta resistência mecânica, pois podem apresentar considerável resposta ao endurecimento por envelhecimento e obter o refinamento de grãos adequado pelo zircônio (HE et al., 2006).

Tabela 3 – Ligas comuns de Mg e suas principais propriedades.

Liga	Propriedade
AZ	Alta resistência mecânica, baixa ductilidade em aplicações acima de 125°C
AM	Baixa resistência mecânica, mas alta ductilidade
AE	Alta resistência a fluência
EZ	
ZK	Alta resistência mecânica a altas temperaturas e baixa porosidade
WE	

Fonte: Adaptado de Rowe (2012).

2.3 Cristalografia e Mecanismos de Deformação do Magnésio

2.3.1 Cristalografia

O magnésio apresenta estrutura cristalina hexagonal compacta (HCP), como mostrado na Figura 2. A relação dos parâmetros de (c/a) é igual a 1,623, o que é ligeiramente menor que o modelo ideal de 1,633 (KAISER; KAINER, 2003).

Figura 2 - Estrutura cristalina hexagonal compacta.

Fonte: Lentz (2015).

2.3.2 Deformação plástica por escorregamento

Independente da estrutura cristalina, o movimento das discordâncias ocorre através de planos cristalográficos de alta densidade atômica e por direções cristalográficas, nesse plano, de grande empacotamento atômico, os quais são

caracterizados como planos preferenciais e direções de maior empacotamento atômico, respectivamente. A combinação desses planos e direções de escorregamento específicos é denominado de sistema ou modo de escorregamento. Por conseguinte, a perturbação atômica ocasionada pela movimentação da discordância por um sistema de escorregamento é mínima (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2007). Para ocorrer deformação plástica por escorregamento em materiais metálicos, a tensão de cisalhamento projetada em um plano de escorregamento a uma direção de escorregamento deve ser maior que um limite de escoamento. Este esforço é denominado tensão de cisalhamento projetada crítica (CRSS, do inglês *Critical Resolved Shear Stress*) e o menor valor de CRSS está em planos e direções de maior empacotamento atômico, ou seja, em sistemas de escorregamentos da estrutura cristalina do material (REED-HILL, 1972).

Os índices cristalográficos dos principais planos de escorregamento da estrutura hexagonal compacta do magnésio e os principais sistemas de escorregamento são mostrados na Figura 3. A estrutura cristalina hexagonal compacta apresenta apenas quatro sistemas independentes de escorregamento. O plano basal (0001) apresenta maior densidade planar em metais de estrutura cristalina HCP. As direções cristalográficas da família $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, também conhecidas como $\langle a \rangle$, pertencentes ao plano basal, exibem maior densidade linear.

A Figura 4 mostra que a tensão de cisalhamento projetada crítica a temperatura ambiente chega a ser dezenas de vezes menor para o plano basal (0001) nas direções $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, em relação a ativação dos sistemas de escorregamentos prismático $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ e piramidal tipo I $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Dessa forma, o escorregamento a temperatura ambiente do magnésio será através do plano basal (0001) $\langle a \rangle$. Dessa forma, é importante observar que o CRSS é dependente da temperatura e uma importante transição ocorre após 230°C, em que CRSS decai consideravelmente para o escorregamento nos planos prismático e piramidal. Além disso, é relevante perceber que CRSS da maclação não muda com o aumento da temperatura (FRIEDRICH; MORDIKE, 2006; GARCÍA, 2010).

Figura 3 – Índices dos planos e direções da estrutura hexagonal compacta do magnésio e seus principais planos e sistemas de escorregamento.

Fonte: Adaptado de Dieter e Bacon (1986) e Friedrich e Mordike (2006).

Figura 4 – Influência na temperatura de deformação na CRSS.

Fonte: Adaptado de Barnett (2003).

2.3.3 Deformação plástica por maclação

A maclação é um mecanismo de deformação em que parte da rede cristalina é reorientada de modo que ela forme uma imagem espelhada da parte não deformada. A região reorientada possui mesma estrutura cristalina da matriz original, mas com orientação diferente (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2007).

A deformação do magnésio é diretamente influenciada pela sua estrutura cristalina hexagonal compacta, o qual limita a ativação simultânea dos sistemas de escorregamento do magnésio. O critério de von Mises propõe que são necessários mais do que cinco modos independentes de escorregamento para que ocorra deformação plástica uniforme sem que ocorra quebra nos contornos de grãos. Entretanto o número de sistemas de escorregamento que são ativados a temperatura ambiente durante a deformação do magnésio é baixo e pode ser compensada pela deformação por macla (REED-HILL, 1972).

A deformação por macla no magnésio ocorre a baixas temperaturas ou a altas taxas de deformação. Isso é possível já que a maclação apresenta baixo CRSS, comparado aos sistemas de escorregamento piramidal e prismático (BARNETT, 2003).

Em temperaturas acima de 200 °C, durante a deformação do magnésio,

observa-se deformação plástica por meio de mecanismos de deslizamento, inclusive não-basais, e maclação, os quais competem entre si (CHIN; MAMMEL, 1970). Entretanto, se o plano de escorregamento não estiver orientado favoravelmente a direção da solicitação, a deformação por macla pode ser mais evidente em relação a deformação por sistemas de escorregamento (PADILHA, 2005).

As maclas de deformação em ligas de magnésio depende da orientação, assim a macla de extensão (ET, do inglês *extension twin*) $\{10\bar{1}2\} < 10\bar{1}1 >$ é ativada quando há aplicação de tração paralelamente ao eixo *c* da estrutura cristalina e reorienta o plano basal em até 86,3°. A macla de contração (CT, do inglês *compression twin*) $\{10\bar{1}0\} < 10\bar{1}\bar{2} >$ é ativada quando o eixo *c* está sob compressão e pode ocorrer rotação do plano basal em até 56° (WONSIEWICZ, 1966). Diferentemente da deformação por escorregamento, a maclação é um modo de deformação uniaxial (BARNETT, 2007). Portanto, as maclas de deformação por tração e compressão só podem ser ativadas se as cargas forem aplicadas paralelamente ao eixo *c*.

2.3.4 Energia de defeito de empilhamento

A densidade de discordâncias presente em um material metálico influencia no modo que se deforma plasticamente, caracterizando o comportamento mecânico na deformação e nas propriedades finais. As discordâncias são defeitos lineares provocados pelo deslocamento atômico durante a deformação plástica na rede cristalina de um metal, produzindo modificações na sequência do arranjo atômico por meio dos deslizamentos dos planos cristalográficos próximos, formando os defeitos de empilhamento (DIETER; BACON, 1986).

O defeito de empilhamento é composto por uma discordância que é dissociada em parciais, com o intuito de minimizar a energia requerida para se movimentar na rede cristalina. Logo, a Energia de Falha de Empilhamento (EFE) está associada entre a energia repulsiva entre as discordâncias parciais e a energia de superfície da falha (DIETER; BACON, 1986).

Um metal de baixa EFE quando submetido a deformação apresentará baixa mobilidade de discordâncias, pois as discordâncias parciais estão afastadas entre si. O resultado é a dificuldade de ocorrer fenômenos como escorregamento cruzado (*cross-slip*) e escalagem de discordância (*climb*) (PADILHA, 2005).

Consequentemente, energia de falha por empilhamento é inversamente proporcional a energia de ativação da maclação e encruamento (PEKGULERYUZ; KAINER; KAYA, 2013).

A razão dos parâmetros de rede c/a do Mg resulta em um grande volume da célula unitária em comparação com outros metais de mesma estrutura cristalina HCP, ocasionando em uma pequena energia de falha de empilhamento (PEKGULERYUZ; KAINER; KAYA, 2013).

2.4 Recuperação e Recristalização

Durante a deformação plástica de um metal há o desenvolvimento e concentração de defeitos com altas energias termodinamicamente instáveis na microestrutura, devido a formação de discordâncias, maclas e subgrãos. Os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão têm a finalidade de estabilizar o material. Essa redução de energia interna da microestrutura ocorre por meio de mecanismos de rearranjo e eliminação de defeitos cristalinos. A recuperação, recristalização e a nucleação possibilitam restaurar a microestrutura, além de amenizar as tensões residuais e o encruamento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2012). As mudanças da estrutura cristalina envolvem a formação e migração dos contornos de grãos e na textura como resultado da nucleação e do crescimento de novos grãos (BARNETT; ATWELL; BEER, 2004).

Enquanto a recristalização é caracterizada pelo surgimento de uma estrutura de novos grãos no material deformado em virtude da formação e migração dos contornos de alto ângulo, a recuperação pode ser definida por como todo processo de recozimento do material deformado que ocorre sem migração de contornos de alto ângulo e não é necessariamente um processo que antecede a recristalização. A força de ativação de ambos os processos se dá pela energia armazenada da deformação. A recristalização e a recuperação podem ser subdivididas em dinâmica (DRX e DRV, do inglês *Dynamic Recrystallization* e *Dynamic Recovery*, respectivamente) e estática (SRX e SRV, do inglês *Static Recrystallization* e *Static Recovery*, respectivamente). DRX e DRV são processos de recristalização e recuperação, nessa ordem, que ocorrem durante a deformação, ao passo que SRV e SRX acontecem posteriormente a deformação e dependem das condições de trabalho, temperatura, grau e velocidade

de deformação (GOTTSTEIN, 2010).

A Figura 5 mostra SRX, SRV, DRX e DRV de maneira esquemática durante e logo após a deformação de metais com alta e baixa EFE.

Figura 5 - Evolução microestrutural esquemática durante deformação a quente: (a) durante laminação (baixas deformações) de metais de alta EFE; (b) durante laminação de metais de baixa EFE; (c) durante extrusão (altas deformações) de metais de alta EFE; (d) durante a extrusão de metais de baixa EFE.

Fonte: Padilha (2005).

Como mostrado na Figura 5, a recristalização dinâmica está associada a EFE do metal. Dessa forma, em metais de alta EFE exibem recuperação rápida, diminuindo o potencial termodinâmico para a recristalização. Por outro lado, metais de baixa EFE desenvolvem recuperação de forma mais lenta e os defeitos cristalinos aumentam com o avanço da deformação. Logo, metais de baixa EFE apresentam potencial termodinâmico favorável a ocorrência de DRX (PADILHA, 2005).

Existe a dificuldade em se observar a evolução microestrutural ocasionada por DRX e DRV ao mesmo tempo que ocorre a deformação. Entretanto, existe uma maneira de verificar indiretamente a ocorrência por meio das curvas de tensão-

deformação, como mostra os gráficos da Figura 6 (PADILHA, 2005).

Figura 6 – Representação de curvas tensão-deformação com processos de encruamento, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica.

Fonte: Padilha (2005).

A velocidade com que ocorre a deformação a quente também é evidenciada na curva de tensão-deformação. O metal quando passa por processo de DRX a alta taxa de deformação apresenta um pico de tensão e posteriormente acontece a estabilização da tensão à medida que o material se deforma. Já para baixa velocidade de deformação, ciclos de deformação-recristalização são observados, pois a recristalização ocorre de maneira separada. A curva tensão-deformação da Figura 7 exemplifica esse fenômeno ocasionado pela velocidade de deformação (GOTTSTEIN, 2010; PADILHA, 2005).

Figura 7 – Recristalização dinâmica durante deformação a quente para (a) alta taxa de deformação e (b) baixa taxa de deformação em uma curva tensão-deformação.

Fonte: Padilha (2005).

A DRV reduz a energia armazenada pela aniquilação e rearranjo das discordâncias, possibilitando a formação de subgrãos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2012).

No processo de DRX pode ocorrer tanto a recristalização dinâmica contínua (CDRX, do inglês *Continuous Dynamic Recrystallization*) como a recristalização dinâmica descontínua (DDRX, do inglês *Discontinuous Dynamic Recrystallization*). A CDRX corresponde ao processo de recuperação que ocorre com o aumento progressivo da reorientação dos contornos de grãos devido à transformação dos contornos de baixo ângulo para alto ângulo, podendo estar associada a um aumento gradual de amolecimento do material. Já a DDRX envolve a nucleação de novos grãos nos contornos de grãos originais, seguido de crescimento dos grãos, propiciando um amolecimento mais significativo na liga (PADILHA, 2005).

A nucleação ocorre dentro de regiões que fornecem altas concentrações de desorientação ou gradientes de deformação, como as bandas de cisalhamento e contornos de grãos de alto ângulo ou em volta de grandes precipitados ($> 1 \mu\text{m}$) e de maclas (DOHERTY et al., 1997).

2.4.1 Recristalização Dinâmica em Ligas De Magnésio

Em metais com baixa e média EFE, como o magnésio, a recristalização dinâmica ocorre quando uma condição de deformação crítica é atingida. Além disso, a recristalização do magnésio é afetada pela temperatura, tensão aplicada no material e elementos de liga na composição. Dessa forma, quanto mais puro for o magnésio, menor será sua temperatura de recristalização.

DRX é observada em ligas de magnésio em temperaturas acima de 150°C (AL-SAMMAN; GOTTSTEIN, 2008; GALIYEV; KAIBYSHEV; GOTTSTEIN, 2001; ION; HUMPHREYS; WHITE, 1982), possivelmente por causa de sua disponibilidade limitada de sistemas de deslizamento e alta difusão dos contornos de grão (TAN; TAN, 2003). Embora o controle da microestrutura recristalizada das ligas de magnésio seja efetiva, quando não há presença de precipitados, existe a dificuldade em determinar com precisão o começo da recuperação e recristalização (YANG et al., 2010).

Os mecanismos de recristalização dinâmica em ZK60 depende dos modos de deformação operantes e a Figura 8 ilustra como eles mudam com a temperatura (GALIYEV; KAIBYSHEV; GOTTSTEIN, 2001). A DRX para temperaturas abaixo de 150°C está associada a formação de maclas, escorregamento do plano basal e atuação de planos não-basais devido a altas tensões nas regiões dos contornos de grão, fazendo com que as discordâncias se reorganizem para formar contornos de alto ângulo, Figura 8(a). Em temperaturas intermediárias, entre 200 e 250°C, CDRX ocorre devido ao rearranjo de discordâncias. As discordâncias se acumulam nos contornos dos subgrãos por *cross-slip*, através de planos não-basais, e os contornos de baixo ângulo incorporam mais discordâncias de maneira gradual, aumentando a desorientação para se tornar em contornos de alto ângulo, Figura 8(b). Acima de 300°C, a recristalização torna-se descontínua à medida que os contornos de grãos aumentam e os subgrãos crescem por meio de discordância por escalada (*dislocation climb*). Além disso, a migração dos contornos é acompanhada por contornos de alto ângulo, conforme a movimentação, Figura 8(c).

Figura 8 - Mudança nos mecanismos de recrystalização dinâmica conforme a temperatura na liga ZK60 (a) $< 150^{\circ}\text{C}$, (b) $200\text{-}250^{\circ}\text{C}$ e (c) $> 300^{\circ}\text{C}$.

Fonte: Galiyev, Kaibyshev e Gottstein (2001).

Ion, Humphreys e White (1982) observaram que durante a DRX ocorreram

rotações da estrutura cristalinas seguidas de processos de recuperação. A Figura 9 mostra, de maneira esquemática, o processo de recristalização durante a deformação. Os autores propuseram que a ativação das tensões de maclação permite a reorientação dos planos basais, normalmente orientados perpendicularmente ao eixo da tensão aplicada, restringindo o escorregamento dos planos basais.

Devido à rotação dos retículos cristalinos nos contornos de grãos (Figura 9a), inicia-se a recuperação dinâmica (Figura 9b) permitindo a formação de subgrãos. Os contornos dos subgrãos migram localmente a fim de que ocorra o coalescimento entre eles e a formação de contornos de alto ângulo (novos grãos) (Figura 9c).

Figura 9 – Representação da recristalização em ligas de magnésio durante a deformação. As maclas reorientam os planos basais perpendiculares à tensão, consequentemente acontece (a) uma limitada rotação dos retículos cristalinos e (b) a recuperação dinâmica das discordâncias próximas e sobre os contornos dos grãos (c) possibilitando a formação de novos subgrãos ou grãos.

Fonte: Adaptado de Humphreys e Hatherly (2012).

Segundo Sitdikov, Kaibyshev e Sakai (2003), as maclas e as interseções dos seus contornos tiveram uma função importante para a recristalização dinâmica durante as deformações entre 150 e 450°C no Mg. Pois os núcleos se desenvolveram preferencialmente nesses locais e variaram sua orientação comparado a microestrutura original. Isso provavelmente aconteceu devido à rotação gerada durante a maclação. Os contornos de grãos de baixo ângulo criados dentro das maclas serviram de núcleos de recristalização que se transformaram em contornos de

alto ângulo, ou seja, podem levar a formação de novos grãos.

A força motriz que estimula a transformação dos contornos de baixo ângulo para contornos de alto ângulo é a interação entre o escorregamento dos planos e os contornos das maclas. A interação é favorecida pelo acúmulo de discordâncias, formados em virtude da deflexão do escorregamento dos planos basais após o encontro com contornos de maclas. Por fim, os contornos de baixo ângulo dos subgrãos migram para uma configuração estável de grãos equiaxiais recristalizados (contornos de grãos de alto ângulo) com mudanças na orientação dos novos grãos (PADILHA, 2005).

Quando a deformação plástica acontece principalmente por escorregamento do plano basal, por maclação ou por *cross-slip*, o rearranjo de discordâncias pode formar contornos de baixo ângulo que se transformam em contornos de alto ângulo pela recristalização dinâmica contínua. Por outro lado, quando a deformação plástica é controlada pelo escorregamento de discordâncias por escalada, o qual também possibilita o desenvolvimento de contornos de baixo ângulo, são transformados pela recristalização dinâmica descontínua atuante (YANG et al., 2009).

Os novos grãos formados pela deformação a quente se desenvolvem, preferencialmente, nos contornos de alto ângulo originais (HUMPHREYS; HATHERLY, 2012). O processo compreende na movimentação de uma parte do contorno de grão pré-existente para o interior de um grão mais deformado, como mostrado na Figura 10.

Figura 10 – Representação esquemática da nucleação por migração de contornos induzida por deformação.

Fonte: Padilha (2005).

O estudo realizado por Buzolin e colaboradores (2016), em que ligas de magnésio ZK40, ZK40-2CaO e ZK40-1Y foram deformadas a quente por compressão a 350 °C e a uma taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} , puderam observar que os mecanismos de deformação foram diferentes para as ligas ZK40 e a ZK40 com adição de CaO ou Y. A recristalização dinâmica contínua foi observada em ZK40 durante a compressão. A liga ZK40-1Y exibiu CDRX e DDRX, devido a presença de subgrãos e novos grãos nos contornos de grãos originais. Por outro lado, DRX não foi observada na liga ZK40-2CaO.

Outro trabalho desenvolvido por Buzolin e colaboradores (2015), o qual amostras de ZK40, ZK40-2Gd e ZK40-2Nd foram comprimidas a uma taxa de deformação de $1,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e a 350 °C, também foi evidente que os mecanismos de deformação foram diferentes entre os tipos de amostras ensaiadas. CDRX foi observada durante a deformação em ZK40. CDRX e DDRX foram observados na liga modificada ZK40-2Gd durante sua deformação, devido a presença de subgrãos e novos grãos nos contornos de grãos originais. Os autores não observaram recristalização dinâmica descontínua na liga ZK40-2Nd.

Em ambos os trabalhos se constatou que a presença de intermetálicos de terras raras (Y e Gd) nos contornos de grãos, os quais dificultam a rotação dos grãos, provocaram maiores mudanças significativas no comportamento mecânico dessas amostras modificadas de ZK40.

Como a recuperação, recristalização e o crescimento de grão causam

mudanças microestruturais, eles causam uma grande consequência nas propriedades mecânicas do material. Por esse motivo a indústria tem utilizado amplamente a recristalização dinâmica para obter refinamento dos grãos das ligas de magnésio (KAIBYSHEV, 2012).

2.5 Difração de Raios-X

A técnica de difração de raios X é muito utilizada para o estudo dos arranjos atômicos e moleculares em sólidos, principalmente em materiais metálicos. Dessa forma, um dos principais usos dessa técnica consiste em determinar a estrutura cristalina do metal. O tamanho e a geometria da célula unitária podem ser obtidos a partir das posições angulares dos picos de difração, ao passo que o arranjo dos átomos dentro da célula unitária está associado com as intensidades relativas dos picos. Outras investigações podem ser realizadas, como determinar as orientações cristalográficas e tamanhos dos cristais (CULLITY; STOCK, 2013).

Quando um feixe de raios X, com uma determinada frequência, incide sobre um material sólido, ele vai interagir com os átomos do material que se encontram na sua trajetória. Os elétrons destes átomos são excitados e vibrarão com a mesma frequência do feixe incidente. Em seguida, ocorre emissão de raios X por esses elétrons em todas as direções e com a mesma frequência do feixe incidente (PADILHA, 1997).

Caso os átomos estejam regularmente espaçados na estrutura cristalina e o comprimento de onda do feixe incidente for da ordem do espaçamento, ocorrerá interferência construtiva para alguns ângulos de incidência e interferência destrutiva para outros (PADILHA, 1997).

O feixe monocromático de raios X com comprimento de onda λ , com ângulo de incidência θ e um conjunto de planos atômicos com espaçamento d entre eles é esquematizado na Figura 11.

Figura 11 – Difração de raios X em uma estrutura cristalina.

Fonte: Padilha (1997).

A condição para que ocorra reflexão, ou seja, interferência construtiva, está associada a distância extra percorrida, o qual deve ser um múltiplo inteiro de λ . Como mostra a Figura 11, o feixe difratado pelo segundo plano de átomos percorre uma distância $PO + OQ$ a mais em relação ao feixe difratado pelo primeiro plano de átomos. Dessa forma, a condição para que ocorra interferência construtiva é:

$$PO + OQ = n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

Em que $n = 1, 2, 3, 4...$

A Equação 1 é conhecida como a Lei de Bragg e os ângulos θ para os quais ocorre difração são chamados de ângulos de Bragg. O comprimento de onda do feixe incidente, λ , deve ser da mesma ordem do espaçamento entre os planos atômicos. Já o parâmetro d é a distância interplanar.

Cada metal apresenta um padrão de difração, o qual possuem planos de difração, intensidades dos picos de difração e as distâncias interplanares característicos (CULLITY; STOCK, 2013).

O padrão de difração de uma amostra metálica sem defeitos exibe um padrão de difração bem definido. Caso contrário, haverá um alargamento da onda espalhada pelos átomos da amostra. Materiais com alta densidade de defeitos, uma grande parte dos átomos se encontram deslocados da sua posição de equilíbrio, causando um alargamento no perfil do pico de difração, proporcional a densidade de defeitos (LOW,

2000).

O perfil do pico de difração carrega informações sobre o material. O tamanho dos grãos e a distorção da rede cristalina são os principais fatores que afetam no alargamento do pico. As distorções da rede podem ser correlacionadas com a distribuição do espaçamento interplanar e com seu valor médio, que pode ser afetado por diferentes tipos de defeitos. O efeito desses defeitos na rede é conhecido como microdeformação, que é caracterizada por variações de deformação de curto alcance na rede cristalina do material, ao contrário da macrodeformação, que corresponde à deformação homogênea de longo alcance. A Figura 12 mostra uma representação esquemática de uma estrutura cristalina não deformada, uma deformada e uma contendo microdeformação, bem como seus efeitos nos picos de difração.

Figura 12 – Efeito de longo e baixo alcance de deformação no pico de difração. $2\theta_0$ corresponde ao ângulo de Bragg de uma amostra sem deformação.

Fonte: Adaptado de Faria (2014).

2.5.1 Experimentos *in situ* em Radiação de Sincrotron

Em virtude do amplo espectro de energia, brilho e maior ordem de magnitude de fluxo de fótons em comparação com a fonte convencional de raios-X, a radiação de sincrotron tornou-se um poderoso sistema de análise de materiais (FARIA, 2014).

Com isso experimentos *in situ* utilizando essa fonte de energia têm sido utilizados para analisar as transformações de fases durante as condições de aquecimento, a uma temperatura em específico e de resfriamento. Além disso, realizar estudos da mudança cristalográfica na superfície de amostras metálicas em condições

atmosféricas específicas (FARIA, 2014).

As modernas fontes de raios X de sincrotron são brilhantes o suficiente para o estudo de processos termomecânicos *in situ*, em tempo real. Isso explica o comportamento do material durante o tratamento térmico, ou após o tratamento térmico durante o resfriamento, e permite definir as melhores temperaturas do processo para um material em específico (LISS; YAN, 2010).

2.6 Textura Cristalográfica

Os materiais policristalinos são constituídos de pequenos grãos (cristalitos) os quais estão separados uns dos outros por contornos de grãos. Os grãos apresentam orientação cristalográfica diferente dos seus adjacentes. Essa diferença está em torno de algumas dezenas de graus. De maneira geral, as orientações dos grãos de um material metálico são distribuídas de maneira aleatória, em maior ou menor grau, ao redor de alguma ou de orientações particulares. Nesta última, a estrutura policristalina exibe orientação preferencial, ou seja, textura. Dessa forma, a textura ocorre quando a distribuição da orientação nos grãos não é aleatória (PADILHA, 2005).

Processos de deformação plástica em metais de estrutura policristalina, a microestrutura tende a orientar alguns grãos em direções preferenciais. Para isso, o reticulado cristalino pode rotacionar, deslizar os planos ou maclar. A textura de deformação depende principalmente da orientação inicial dos grãos antes da deformação e da temperatura do material deformado (PADILHA, 2005).

A determinação da textura pode ser feita por meio de microscópio eletrônico de varredura (MEV) ou microscópio eletrônico de transmissão (MET). Uma das técnicas mais usuais é a difração de elétrons retroespalhados (EBSD, do inglês *Electron BackScatter Diffraction*), o qual identifica-se os padrões de difração gerados pelo material, também denominado de padrões de Kikuchi. Com essa análise é possível obter informações sobre a morfologia, tamanho de grãos, distribuição dos contornos, a rede cristalina e entre outros.

A reestruturação da microestrutura do material depende de alguns fatores, como a intensidade da deformação plástica, dos tipos elementos de ligas associados ao metal, a taxa de nucleação e a taxa de crescimento dos núcleos. A recristalização pode formar orientações aleatórias nos grãos formados, fazendo com que o material

não apresenta textura (MASOUMI; ZARANDI; PEKGULERYUZ, 2011).

O controle adequado da textura de deformação e de recristalização pode possibilitar o conhecimento da direção em que uma determinada propriedade é favorecida. Por exemplo, conduzir uma deformação em uma determinada direção que propicie uma dureza máxima, caracterizada por endurecimento por textura, ou uma direção em que há maior limite fluência (REED-HILL, 1972).

Ulacia e colaboradores (2011) observaram que em deformação a quente de AZ31B a altas temperaturas e com altas taxas de deformação aumenta consideravelmente a quantidade de maclas, as quais contribuíram para a rotação dos cristais em aproximadamente em 86° na maior parte dos grãos. Nos experimentos de Li et al. (2012) observou-se que ocorreu os processos de recristalização dinâmica contínua e descontínua durante a deformação plástica, como mostra a Figura 13.

Figura 13 – a) microestrutura; b) histograma na região em que apresentam grãos finos e grosseiros; c) mapeamento dos contornos de baixo ângulo e alto ângulo; d) figuras de polo inversa obtidas por EBSD da amostra deformada a 200°C com uma taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} .

Fonte: Li et al. (2012).

3 METODOLOGIA

Neste capítulo, será apresentada uma descrição dos materiais, equipamentos, componentes, instrumentos de medição e técnicas utilizadas para a realização do estudo proposto.

Sendo assim, a fim de facilitar a compreensão da metodologia utilizada, dividiu-se este capítulo em: Fundição das Ligas de Magnésio; Ensaio de Compressão a Quente e Radiação de Sincrotron e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

3.1 Fundição das Ligas de Magnésio

As amostras utilizadas nesse estudo são as mesmas que foram fundidas em molde permanente nos trabalhos apresentados pelos autores Buzolin et al. (2015, 2016).

As amostras foram fundidas em fornos de resistência elétrica em atmosfera protetiva de argônio. Os elementos de liga Zn e CaO foram adicionados ao material fundido em sua forma pura. Já o Gd foi misturado utilizando uma liga de Mg-4% em massa de Gd e o Zr foi adicionado por meio do material comercial Zirmax® (Mg-33% em massa de Zr). Posteriormente a mistura foi mantida a 750°C por 10 minutos no forno da Figura 14(a). Posteriormente o fundido foi despejado em um molde de aço pré-aquecido, Figura 14(b), e mantido por 15 minutos a 660 °C. Por fim o molde com a massa fundida é imerso em água a uma taxa de deslocamento de 10 mm/s até a parte superior do material ficar no mesmo nível que a água. Os lingotes de formato cilíndrico apresentaram 250 mm de diâmetro e 300 mm de altura.

A Tabela 4 indica a composição química das amostras investigadas (BUZOLIN, 2017).

Figura 14 – Fornos utilizados para fundição das amostras; a) forno Narbertherm com capacidade de 20 kg e temperatura de operação de até 1800 °C; b) forno utilizado no processo de fundição.

Fonte: Buzolin, (2017).

Tabela 4 – Composição química das amostras.

Ligas	Zn (%)	Zr (%)	Ca (%)	Gd (%)	Fe (ppm)	Cu (ppm)	Ni (ppm)
ZK40	5,00	0,53	-	-	11	14	13
ZK40-CaO	4,38	0,34	1,22	-	14	16	14
ZK40-Gd	4,50	0,55	-	1,70	7	29	<30

Fonte: Buzolin (2017).

A peça bruta foi usinada com o intuito de formar pequenos corpos de prova com as desejadas dimensões: 10 mm de comprimento, 10 mm de altura e 5 mm de

espessura.

3.2 Ensaio de Compressão a Quente e Radiação de Sincrotron

Estudos realizados por Galiyev, Kaibyshev e Gottstein (2001), em que analisaram a deformação plástica e DRX na liga ZK60 em diferentes temperaturas e taxas de deformação (de 10^{-5} a 10^{-1} s^{-1}), mostraram que a DRX depende dos mecanismos de deformação que, por sua vez, estão relacionados com a temperatura. Em baixas temperaturas, abaixo de $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$, foi relatado que a deformação plástica ocorreu por meio de macla, deslizamento do plano basal e escorregamento do tipo $\langle c + a \rangle$. Já em temperaturas entre 200 e $250 \text{ }^{\circ}\text{C}$, observaram CDRX associado com *cross-slip*. Na faixa de temperaturas entre 250 e $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$ os fenômenos verificados de abaulamento dos contornos de grãos originais e crescimento de subgrãos foram associados aos mecanismos de DRX e controlados pelo deslocamento de escalada (*climb*).

Dessa forma, a fim de verificar os mecanismos de deformação plástica e o fenômeno de recristalização dinâmica nas ligas de magnésio ZK40, ZK40-2Gd e ZK40-2CaO, foram realizados ensaios de compressão a quente *in situ* no sistema de simulação termo-mecânico Gleeble® 3S50 modificado. Termopares foram soldados na superfície das amostras para monitorar e registrar as temperaturas de aquecimento e resfriamento.

As amostras foram aquecidas em duas situações de temperaturas diferentes, $250 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e $300 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Após manter o corpo de prova por 3 minutos na temperatura de aquecimento, a fim de homogeneizar essa temperatura pela amostra, o material foi comprimido em um ambiente com gás argônio em duas condições diferentes de taxas de deformação: 10^{-3} s^{-1} e 10^{-4} s^{-1} . O ensaio termina quando a amostra atinge uma deformação de 30% e a amostra é resfriada instantaneamente com injeção de gás argônio no interior da câmara de teste.

A radiação de difração de síncrotron *in situ* foi realizada na estação experimental XTMS (do inglês, *X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation*) no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) na cidade de Campinas. O feixe monocromático de raios-X com energia de 12 keV , comprimento de onda igual a

1,0332 Å e seção transversal do feixe igual a 1 mm por 2 mm de foram utilizados durante o ensaio. O detector empregado é do fabricante Rayonix®, cujo modelo é o SX 165. A Figura 15 é um desenho esquemático da disposição da amostra em relação ao detector utilizada durante a realização dos ensaios, em que os valores de d_{etd} (distância entre a amostra e o detector) e de 2θ (ângulo entre o feixe refletido e incidente) são iguais a 320 mm e 32° , respectivamente.

Figura 15 - Desenho esquemático da configuração da disposição da amostra, do feixe de radiação de sincrotron e do detector durante o ensaio.

Fonte: Adaptado de Faria (2014).

Apenas uma região dos anéis Debye-Scherrer foi coletada, devido a posição do detector em relação a amostra para aquisição das informações do feixe elétrons monocromático em reflexão. O ângulo de abertura, azimutal (ϕ) dos arcos dos anéis compreendem de $-27,36^\circ$ a $33,42^\circ$, enquanto que 2θ vai de $15,59^\circ$ a $45,29^\circ$.

As plotagens de ângulo azimutal pelo tempo (AT plots, do inglês *Azimuthal Angle-Time Plots*) e sua interpretação foram introduzidas por Liss e Yan (2010), nas quais a distribuição de intensidade em um determinado anel de Debye-Scherrer é reproduzida em níveis de cor ou cinza em uma linha horizontal versus ângulo azimutal na abcissa, e tempo nas ordenadas.

Os arcos dos anéis de Debye-Scherrer foram planejados com auxílio do *software* Dracon (do inglês, *Diffracted x-Rays Analysis Console*), programa

desenvolvido e disponibilizado pela equipe da linha XTMS do LNLS com intuito de auxiliar, por meio de interface gráfica, na análise do espectro espacial de difração de uma amostra cristalina. Posteriormente, a partir do *software* ImageJ®, os arcos planificados dos anéis de Debye-Scherrer foram convertidos em gráficos de ângulo azimutal pelo tempo para análise dos fenômenos que ocorreram durante deformação na microestrutura do material (ABRÀMOFF, 2004). Neste trabalho o tempo medido foi correlacionado com a deformação aplicada, pois cada padrão de difração foi registrado em cada deformação específica.

3.3 Preparação das Amostras Deformadas

As amostras deformadas foram divididas em dois pedaços iguais e embutidas em baquelite para caracterização metalográfica. Posteriormente, foram lixadas utilizando folhas de carbetto de silício (SiC) e então polidas usando suspensão de diamante de 3 µm de granulometria. Por fim, foi aplicado solução de suspensão coloidal de sílica para polimento final. Para a análise utilizando EBSD as amostras foram lavadas com solução de ácido nítrico 0,5% em volume em álcool etílico 99% e depois lavadas com álcool etílico 99% para remover qualquer vestígio do ácido nítrico na superfície da amostra.

3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A análise detalhada das microestruturas deformadas e recristalizadas foi realizada por meio de imagens obtidas por meio das técnicas associadas ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). As imagens de elétrons secundários (SE, do inglês *Secondary Electrons*) e de elétrons retroespalhados (BSE, do inglês *Backscattering Electron*) foram realizadas utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura MIRA3 Tescan de fonte de emissão tipo *FEG* (do inglês, *Field Emission Gun*). A voltagem para aceleração dos elétrons aplicada foi de 15 kV, distância de trabalho de 15 mm e *spot size* de 5 nm.

3.4.1 EBSD

Os resultados de EBSD foram obtidos utilizando uma câmera Hitachi EDAX acoplado ao MEV. As análises foram feitas utilizando-se voltagem de aceleração dos elétrons de 30 kV, *spot size* de 80 nm, *step size* de 0,5 µm, inclinação da amostra em relação ao feixe de 70° e distância de trabalho de 25 mm. As amostras foram

preparadas. O software OIM Data Collector v.7 foi utilizado para controlar, para aquisição dos dados e armazenar. O software OIM Data Analysis v.8.0 foi usado para manipular os dados brutos para produzir os mapas de orientação e realizar a análise de textura.

Por meio da técnica de mapeamento em EBSD é possível avaliar a nucleação de novos grãos recristalizados dinamicamente e a orientação cristalográfica dos grãos, utilizando imagens de polo inversa (IPF, do inglês *Inverse Pole Figure*).

Para investigação em maiores detalhes da formação dos subgrãos, mapas de desorientação média de Kernel (KAM, do inglês *Kernel Average Misorientation*) e de *Grain Reference Orientation Deviation* (GROD), foram usados com o intuito de estudar os efeitos da recristalização na microestrutura das ligas. O mapa KAM apresenta a desorientação média entre um ponto em um Kernel e os pontos circundantes. Já o GROD mostra o desvio na orientação de um ponto medido da orientação média do grão ao qual o ponto pertence (WRIGHT; NOWELL; FIELD, 2011).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados todos os resultados obtidos dos ensaios experimentais e de microscopia eletrônica de varredura e suas respectivas discussões.

Os resultados serão apresentados em duas seções:

- i. Curva Tensão-Deformação
- ii. Metalografia
- iii. Evolução Microestrutural

Em “Curva Tensão-Deformação” será apresentado os resultados referentes ao teste mecânico de compressão. Em “Metalografia” serão exibidas as imagens de MEV para comparação entre as imagens das amostras fundidas que foram realizadas por Buzolin et al. (2015, 2016) e as imagens das amostras deformadas do presente trabalho. Em “Evolução Microestrutural” serão apresentados os resultados de EBSD e do sincrotron com o intuito de esclarecer os mecanismos de deformação que ocorreram durante os testes.

4.1 Curva Tensão-Deformação

As curvas tensão-deformação obtidas nos ensaios de compressão a quente *in situ* estão contidas na Figura 16. As tensões de escoamento e máxima compressão verificadas até a deformação de 30% estão apresentadas nas Tabelas 5 e 6, respectivamente.

Figura 16 – Curvas de tensão-deformação dos testes de compressão *in situ* nas temperaturas (a) 250 °C e (b) 300 °C.

Fonte: Autor.

Tabela 5 – Tensão de Escoamento.

Temperatura (°C)	Taxa de Deformação (s ⁻¹)	Tensão de Escoamento $\sigma_{0,2\%}$ (MPa)		
		ZK40	ZK40-2Gd	ZK40-2CaO
250	10 ⁻³	31,2	31,6	35,0
	10 ⁻⁴	28,4	29,8	32,6
300	10 ⁻³	18,8	25,2	20,9
	10 ⁻⁴	15,5	21,9	13,6

Fonte: Autor.

Tabela 6 – Tensão Máximas de Compressão.

Temperatura (°C)	Taxa de Deformação (s ⁻¹)	Tensão Máxima de Compressão $\sigma_{\text{máx}}$ (MPa)		
		ZK40	ZK40-2Gd	ZK40-2CaO
250	10 ⁻³	56,7	76,0	73,2
	10 ⁻⁴	42,3	43,7	47,0
300	10 ⁻³	30,9	49,1	40,2
	10 ⁻⁴	26,5	38,7	27,6

Fonte: Autor.

O efeito da temperatura e a taxa de deformação ocasiona dois tipos de comportamento na curva tensão-deformação para todas as ligas. Em baixa temperatura e alta taxa de deformação, a amostra apresenta uma tendência para exibir maiores taxas de encruamento em baixas deformações seguidas por pequenas regiões de deformação uniformes. Em alta temperatura e baixa taxa de deformação, o material exibe menores valores de tensão, a fase de encruamento é mais extensa e gradual. O mesmo fenômeno também é observado em outros autores (Al et al., 2012; AL-SAMMAN; GOTTSTEIN, 2008; HADADZADEH; WELLS; JAVAID, 2016).

A liga ZK40-2CaO exibe as maiores tensões de escoamento, com o maior valor de 35 MPa na condição de 250 °C para a taxa de deformação de 10⁻³ s⁻¹. A liga ZK40-2CaO, para a temperatura 250 °C e taxa de deformação de 10⁻⁴ s⁻¹, foi a que apresentou menor tensão de escoamento, cujo valor de 13,6 MPa.

A maior tensão máxima de compressão foi verificada na liga ZK40-2CaO – com valor de 73,2 MPa - para temperatura e taxa de deformação de 250 °C e 10⁻³ s⁻¹, respectivamente. Já a liga ZK40 exibiu o menor valor, com 26,5 MPa, para a temperatura de 300 °C e taxa de deformação de 10⁻⁴ s⁻¹.

No geral, as ligas ensaiadas na temperatura e taxa de deformação de 250 °C e 10^{-3} s^{-1} , na devida ordem, denotaram maior resistência a compressão. Além disso, os corpos de provas com os elementos de liga CaO e Gd aumentaram substancialmente a resistência mecânica do material durante o ensaio de compressão (BUZOLIN et al., 2015, 2016).

4.2 Metalografia

Os resultados apresentados a seguir são referentes as imagens de MEV das amostras fundidas já realizados em estudo passado pelos autores Buzolin et al. (2015, 2016) e dos corpos de prova submetidos aos ensaios de compressão a quente nas diversas condições propostas neste trabalho.

4.2.1 Amostras Fundidas

As amostras utilizadas neste trabalho são as mesmas ligas estudadas em Buzolin et al. (2015, 2016), os quais analisaram imagens de elétrons secundários das amostras fundidas de ZK40, ZK40-2CaO e ZK40-2Gd, como mostra a Figura 17.

Conforme estudos realizados pelos autores, as ligas ZK40 modificadas, ou seja, as que apresentam CaO e Gd, contém partículas intermetálicas distribuídas de maneira semi-contínua ao longo dos contornos de grãos (Figura 17(b) e Figura 17(c)), enquanto que a ZK40 exibe partículas intermetálicas distribuídas pontualmente pela extensão dos contornos de grãos (Figura 17(a)). O óxido de cálcio não foi verificado na microestrutura final, apenas o composto intermetálico contendo Ca - conforme foi observado também por Wiese et al. (2015) - pois o CaO é dissociado durante a fusão e solidificação. He et al. (2006) também observaram microestrutura semelhante em uma liga ZK60 com adição de Gd. As matrizes dos materiais estudados são similares, apesar de apresentarem pequena diferença na quantidade de Zn em cada liga.

Figura 17 – Imagens SE das amostras fundidas a) ZK40, b) ZK40-2Gd e c) ZK40-2CaO.

Fonte: Buzolin et al. (2015 e 2016).

4.2.2 Amostras Deformadas

As Figuras 18 e 19 exibem imagens de BSE das amostras deformadas. Como é possível observar, as amostras ZK40 modificadas apresentam grande concentração de intermetálicos na região dos contornos de grãos, assim como observado nas amostras fundidas.

O aumento na tensão máxima de compressão nos testes mecânicos a quente nas ligas ZK40 modificadas é devido a presença dos intermetálicos. Pois, como ilustrado nas Figuras 18 e 19, em que mostram imagens de elétrons retroespalhados, as amostras deformadas exibem fraturas das partículas intermetálicas localizadas nas regiões dos contornos de grãos em ZK40-2Gd e ZK40-2CaO, evidenciando que o aumento da tensão necessária para deformar essas amostras foi causado pelas partículas intermetálicas localizadas ao redor dos contornos de grãos (BUZOLIN et al., 2015, 2016; HARANDI et al., 2012; HE et al., 2006).

Não foi possível obter imagens da amostra ZK40-2Gd para temperatura e taxa de deformação de 250 °C e 10^{-3} s^{-1} , respectivamente. Porém, como o fenômeno ocorreu na mesma amostra para as outras condições de deformação e também houve aumento da tensão máxima de compressão em relação a liga ZK40, é possível concluir que também houve fratura dos intermetálicos dessa liga na temperatura de 250 °C e taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} , em virtude da presença dos intermetálicos observados nos contornos de grãos das amostras modificadas.

As partículas intermetálicas ao longo dos contornos de grãos da liga ZK40-2Gd apresentaram resistência mecânica significativamente maior que a liga ZK40-2CaO, menos na condição de teste de compressão a quente a temperatura de 250 °C a taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} , conforme os valores de tensão máxima de compressão da Tabela 6. Dessa forma, essas partículas dificultaram o deslizamento dos grãos mais eficientemente e suportaram maior tensão durante a compressão, o que foi benéfico para a nucleação e crescimento de grãos recristalizados na liga ZK40-2Gd.

Por outro lado, conforme observado nas imagens de BSE das amostras deformadas de ZK40, devido a presença de apenas pequenas partículas intermetálicas nos contornos de grãos, fez permitir maior liberdade para os grãos se deformarem. consequentemente as amostras dos ensaios de compressão a quente

da ZK40 apresentaram os menores valores de tensão máxima de compressão.

Figura 18 – Imagens de BSE das amostras deformadas a temperatura de 250 °C e para as taxas de deformação iguais a (a, d) 10^{-3} e (b, c, e) 10^{-4} s $^{-1}$ mostrando as fraturas dos intermetálicos das ligas (a, b) ZK40, (c) ZK40-2Gd e (d, e) ZK40-2CaO.

Fonte: Autor.

Figura 19 - Imagens de BSE das amostras deformadas a temperatura de 300 °C e para as taxas de deformação iguais a (a, c, e) 10^{-3} e (b, d, f) 10^{-4} s $^{-1}$ mostrando as fraturas dos intermetálicos das ligas (a, b) ZK40, (c, d) ZK40-2Gd e (e, f) ZK40-2CaO.

Fonte: Autor.

Portanto, os diferentes comportamentos de compressão exibidos entre as ligas no presente estudo são causados pelos compostos intermetálicos localizados ao longo dos contornos de grãos nas microestruturas e pelas possíveis diferenças no teor de soluto na matriz de magnésio.

4.3 Evolução Microestrutural

Neste item do trabalho será apresentado a análise do comportamento das amostras a deformação em relação a sua microestrutura, por meio dos resultados de EBSD das amostras após deformação e de sincrotron *in situ*.

4.3.1 EBSD

Os mapas de EBSD de polo inverso (IPF, do inglês *Inverse Pole Figure*), de desorientação média de Kernel (KAM, do inglês *Kernel Average Misorientation*) e de *Grain Reference Orientation Deviation* (GROD) das amostras deformadas de ZK40 (Figuras 20 e 21), ZK40-2Gd (Figuras 22 e 23) e ZK40-2CaO (Figuras 24 e 25) são apresentadas neste item do trabalho.

As imagens IPF estão com os contornos de grão demarcados. A coloração apresentada é baseada na orientação do eixo cristalográfico e proporciona informações sobre a orientação cristalográfica da rede cristalina do material deformado.

As desorientações dentro dos grãos foram investigadas por meio do método KAM e GROD. Nos mapas KAM, a escala de desorientação vai de 0° nas regiões azuis, em que mostram um baixo grau de desorientação, a 5° nos pontos em vermelho, onde indicam maior desorientação dentro do grão. GROD denotam a desorganização, em graus, considerando cada grão de forma isolada e aplicando a escala de 0° a 100°. As regiões na microestrutura onde apresentam coloração azul, ou seja, baixo grau de desorientação, indicam regiões recristalizadas na microestrutura das amostras deformadas. Também é possível verificar alto grau de desorientação dentro dos grãos de todas as amostras para todas as condições de ensaio, evidenciando a presença de subgrãos nos grãos deformados e ausência de zonas livres de deformação.

Figura 20 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40 a 250 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a-c) e 10^{-4} s^{-1} (d-f).

Fonte: Autor.

Figura 21 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40 a 300 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a-c) e 10^{-4} s^{-1} (d-f).

Fonte: Autor.

Figura 22 - Imagens IPF (a), KAM (b) e GROD (c) das amostras deformadas de ZK40-2Gd a 250 °C para a taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} .

Fonte: Autor.

Figura 23 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40-2Gd a 300 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a-c) e 10^{-4} s^{-1} (d-f).

Fonte: Autor.

Figura 24 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40-2CaO a 250 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a-c) e 10^{-4} s^{-1} (d-f).

Fonte: Autor.

Figura 25 - Imagens IPF (a, d), KAM (b, e) e GROD (c, f) das amostras deformadas de ZK40-2CaO a 300 °C para as taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a-c) e 10^{-4} s^{-1} (d-f).

Fonte: Autor.

A liga ZK40 contém grãos recristalizados nos contornos de grãos, conforme indicado pelas flechas sólidas nas imagens de IPF das Figuras 20(a, d) e 21(a, d) em todas as amostras deformadas. Os mesmos grãos não apresentam desorientação no seu interior, de acordo com as imagens de GROD; Figura 20(c, f) e Figura 21(c, f). Já as regiões apontadas pelas setas tracejadas nas imagens de IPF e nos mapas KAM, indicam baixa desorientação dentro dos grãos e correspondem ao desenvolvimento de subgrãos. As áreas circuladas das Figura 20 e Figura 21, mostram regiões dentro do grão que foram inicialmente macladas e posteriormente ocorreu processo de recuperação, porém é pouco observado a ocorrência de maclas em todas as condições de ZK40. Esse último fenômeno não é verificado para a condição de 300 °C na taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} . Além disso, nota-se que houve aumento da presença dos planos não basais e dos tamanhos de grãos com o aumento da temperatura no ensaio de mecânico de compressão de 250 °C para 300 °C. Por outro lado, o aparecimento desses planos não foi observado com o acréscimo da taxa de deformação.

As imagens de IPF das amostras deformadas de ZK40-2Gd, Figuras 22 e 23, exibem grãos recristalizados nos contornos de grãos, conforme indicado pelas flechas sólidas; sendo que a maior quantidade observada dos grãos recristalizados foi para a condição de deformação a temperatura de 250 °C para taxa de deformação igual a 10^{-4} s^{-1} Figura 22(a). As setas tracejadas, nas imagens de IPF e KAM, revelam a presença de subgrãos dentro dos grãos. Enquanto que nas imagens de GROD, os grãos

recristalizados não apresentam desorganização no seu interior, ou seja, apresentam áreas livres de deformação. Já os outros grãos, originais da estrutura cristalina antes da deformação, exibem desorganização no seu interior, evidenciando que eles estão deformados. As microestruturas deformadas também apresentam zonas de maclas, exibidas pelas áreas circuladas. Outro fenômeno observado é a presença dos planos prismáticos e piramidais e o aumento dos tamanhos dos grãos com o aumento da temperatura do ensaio de compressão a quente das amostras deformadas.

As imagens de IPF da microestrutura das amostras deformadas de ZK40-2CaO contém poucos grãos recristalizados em relação as demais amostras; indicados pelas flechas sólidas nas Figuras 24 e 25. Como nas outras amostras, as flechas tracejadas exibem áreas de formação de subgrãos dentro dos grãos deformados nas imagens IPF; refletindo na desorientação dessas mesmas regiões nas figuras de mapas KAM. As áreas circuladas evidenciam que a formação desses grãos teve início pela formação de maclas de deformação. Pelas imagens de GROD, Figura 24(c) e Figura 25(f), é possível afirmar que não há zonas de livre deformação. O aumento da temperatura na condição do teste de compressão a quente nessa liga, ocasionou a diminuição do tamanho dos grãos da microestrutura deformada.

As Tabelas 7 e 8 apresentam os valores médios KAM e de desorientação, respectivamente, das amostras deformadas ZK40, ZK40-2Gd e ZK40-2CaO nas condições dos testes realizados.

Tabela 7 - Valores Médios de KAM.

Temperatura (°C)	Taxa de Deformação (s ⁻¹)	KAM Médio (°)		
		ZK40	ZK40-2Gd	ZK40-2CaO
250	10 ⁻³	0,919	-	1,044
	10 ⁻⁴	1,115	1,050	0,907
300	10 ⁻³	0,904	0,895	0,897
	10 ⁻⁴	0,898	0,864	0,739

Fonte: Autor.

Tabela 8 - Valores Médios de Desorientação.

Temperatura (°C)	Taxa de Deformação (s ⁻¹)	Desorientação Média (°)		
		ZK40	ZK40-2Gd	ZK40-2CaO
250	10 ⁻³	18,08	-	14,64
	10 ⁻⁴	16,42	16,93	17,37
300	10 ⁻³	19,03	14,72	20,95
	10 ⁻⁴	18,71	15,73	16,94

Fonte: Autor.

O maior valor médio de KAM, de 1,115°, pode ser verificado na liga ZK40 no ensaio com temperatura de 250 °C e taxa de deformação de 10⁻⁴ s⁻¹ na Tabela 7. Por outro lado, a amostra testada de ZK40-2CaO para temperatura de 300 °C e taxa de deformação de 10⁻⁴ s⁻¹ apresentou 0,739°, sendo o menor valor observado dentre as amostras.

O espécime de ZK40-2CaO para a temperatura e taxa de deformação de 300 °C e 10⁻³ s⁻¹ aponta a máxima desorientação média encontrada entre as amostras testadas, 20,95° (Tabela 8). O mesmo material também apresentou o valor mínimo de 14,64° de desorientação na microestrutura para o teste de compressão a quente na temperatura de 250 °C e para a taxa de deformação de 10⁻³ s⁻¹.

As imagens IPF indicadas nas Figuras 20, 21, 22, 23, e 25 denotam que ocorreu recristalização dinâmica contínua em todas as amostras deformadas. Durante a deformação das amostras, nas condições do teste mecânico de compressão realizadas, é possível observar que novos grãos e subgrãos se formaram progressivamente dentro dos grãos originais deformados e nos seus contornos. Existem, na literatura, evidências da rotação da rede cristalina em contornos de grãos em ligas de magnésio (GALIYEV; KAIBYSHEV; GOTTSTEIN, 2001; ION; HUMPHREYS; WHITE, 1982; MACKENZIE, 2005; TAN; TAN, 2003), levando a formação de subgrãos e novos grãos.

De maneira geral, não foi observado recristalização dinâmica descontínua em nenhuma microestrutura após deformação das amostras e em nenhuma das condições experimentais, como também foi observado para condições semelhantes no estudo dos autores Galiyev, Kaibyshev e Gottstein (2001). Portanto, a energia criada durante a compressão foi realizada pela maclação e por recristalização

dinâmica contínua.

4.3.2 Sincrotron

Os AT plots dos planos $\{10\bar{1}0\}$ e $\{0002\}$ para todas as condições de deformação a quente *in situ* ilustrados nas Figuras 26, 27 e 28. As curvas tensão-deformação estão plotadas abaixo de cada AT plots com o intuito de correlacionar os pontos de interesse durante a deformação com o AT plots.

As imagens de AT plots das amostras para a condição de 10^{-3} s^{-1} estão com baixa resolução em relação a 10^{-4} s^{-1} , pois a primeira situação apresenta apenas 23 imagens do ensaio *in situ* enquanto a outra 230. Como só é possível observar borões na condição 10^{-3} s^{-1} , poucas informações acerca dessas amostras podem ser relatadas.

Figura 26 - Ângulo azimutal pelo tempo obtidos durante ensaio de deformação a quente *in situ* de radiação de sincrotron da amostra ZK40 para as temperaturas 250 °C (a-b) e 300 °C (c-d) e taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a, c) e 10^{-4} s^{-1} (b, d).

Fonte: Autor.

Figura 27 - Ângulo azimutal pelo tempo obtidos durante ensaio de deformação a quente *in situ* de radiação de sincrotron da amostra ZK40-2Gd para as temperaturas 250 °C (a-b) e 300 °C (c-d) e taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a, c) e 10^{-4} s^{-1} (b, d).

Fonte: Autor.

Figura 28 - Ângulo azimutal pelo tempo obtidos durante ensaio de deformação a quente *in situ* de radiação de sincrotron da amostra ZK40-2CaO para as temperaturas 250 °C (a-b) e 300 °C (c-d) e taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} (a, c) e 10^{-4} s^{-1} (b, d).

Fonte: Autor.

Durante o estágio de deformação inicial, como da região elástica do gráfico de tensão-deformação, não é observado nenhuma mudança significativa nos padrões dos traços nos AT plots das Figuras 26, 27 e 28.

Os AT plots de todas as amostras ensaiadas - Figuras 26, 27 e 28 - apresentam, principalmente durante a deformação plástica, novas linhas de tempo, em consequência da formação de grãos recristalizados. Esse fenômeno é mais evidente na condição de ensaio a temperatura de 300 °C para taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} . Traços inclinados também são verificados na região de deformação plástica dos AT plots, devido a rotação dos grãos. Porém, isso não ocorre na liga ZK40 na condição de teste de 250 °C e 10^{-3} s^{-1} .

Na liga ZK40 para todas as condições de ensaio e, principalmente, para o teste a temperatura de 300 °C e taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} da Figura 21 pode ser observado um significativo número de grãos recristalizados, porém não se apresentam de maneira aglomerada. A recristalização ocorre nos contornos dos grãos originais, como pode ser notado. Os grãos recristalizados crescem através do deslocamento dos contornos de grãos durante o processo de deformação à quente, evidenciando

que houve recristalização dinâmica contínua. O surgimento de novos traços no AT plots da Figura 26 em diversos ângulos denota que os grãos dessa amostra tiveram maior liberdade para rotacionar em comparação com as ligas modificadas.

Os traços observados nas regiões próximas a -15° , 0° e 15° no plano $\{10\bar{1}0\}$ no AT plots da Figura 27 da liga ZK40-2Gd para a condição da temperatura 250°C a taxa de deformação de 10^{-4} s^{-1} indica maior formação de grãos e subgrãos na microestrutura durante o ensaio de compressão a quente em relação às outras condições da mesma liga. Isso pode ser observado nas imagens das amostras deformadas de IPF e nos mapas KAM das Figuras 22 e 23, em que mostram maior número de grãos formados e maior desorientação dentro dos grãos originais. Além disso, as Tabelas 7 e 8 mostram que para a condição de 250°C a 10^{-4} s^{-1} é notado os maiores valores médios de KAM e de desorientação média em relação às demais condições da mesma liga.

Por outro lado, a liga ZK40-2CaO apresenta um menor número de grãos recristalizados, conforme pode ser observado nas Figuras 24 e 25, em relação as demais amostras. Isso também pode ser verificado devido ao pouco surgimento de novos traços na região da deformação plástica dessa liga nas imagens de AT plots (Figura 28).

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste capítulo serão demonstradas as conclusões obtidas a partir dos resultados apresentados e as sugestões para trabalhos futuros.

5.1 Conclusões

A evolução da microestrutura durante teste mecânico de compressão à quente foi investigado *in situ* com auxílio da radiação de difração de radiação de sincrotron para as amostras fundidas de ZK40, ZK40-2Gd e ZK40-2CaO para as temperaturas de 250 °C e 300 °C e taxas de deformação de 10^{-3} s^{-1} e 10^{-4} s^{-1} . Os resultados revelaram que os mecanismos de deformação diferem entre as amostras de ZK40 e as ligas de ZK40 com adição de CaO e Gd. A seguir estão as conclusões a partir dos resultados apresentados:

- Recristalização dinâmica contínua foi observada durante compressão a quente em todas as ligas para todas as condições dos testes realizados;
- Recristalização dinâmica descontínua não foi verificada em nenhuma das amostras deformadas;
- De maneira geral a influência dos compostos intermetálicos na imobilização do limite de grãos, dificultando a rotação dos grãos, causou alterações mais significativas em termos de comportamento mecânico na liga ZK40-2Gd em comparação com a ZK40-2CaO.
- A liga ZK40-2CaO apresentou menor quantidade de grãos recristalizados em relação as demais amostras das outras ligas;
- O aumento na tensão de escoamento e de compressão máxima para as ligas modificadas, ZK40-2Gd e ZK40-2CaO, podem ser explicados pela presença das partículas intermetálicas que bloqueiam a transferência dos esforços através dos grãos da microestrutura;
- As amostras no geral apresentaram forte textura cristalográfica em relação ao plano basal;
- Em todas as ligas observou-se o aumento da presença dos planos não basais com o aumento da temperatura;

5.2 Sugestões para Trabalhos Futuros

- Analisar e verificar as fases das amostras após deformação, por meio de técnica de difração de Raios-X de bancada;
- Analisar os padrões de difração dos dados coletados *in situ* dos ensaios de compressão a quente das amostras de ZK40 e com adição de Gd e CaO;
- Aumentar a quantidade dos ensaios *in situ* com espécimes dos mesmos materiais e composições utilizados neste trabalho, objetivando, de maneira estatística, melhorar a confiabilidade nos resultados obtidos;

6 REFERÊNCIAS

ABRÀMOFF, D. M. D. Image Processing with ImageJ. p. 7, 2004.

AI, W.-J. et al. Effect of twinning on the deformation behavior of an extruded Mg–Zn–Zr alloy during hot compression testing. **Materials Science and Engineering: A**, v. 556, p. 373–381, out. 2012.

AL-SAMMAN, T.; GOTTSTEIN, G. Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium. **Materials Science and Engineering: A**, v. 490, n. 1–2, p. 411–420, ago. 2008.

BARNETT, M. R. A Taylor model based description of the proof stress of magnesium AZ31 during hot working. **Metallurgical and materials transactions A**, v. 34, n. 9, p. 1799–1806, 2003.

BARNETT, M. R. Twinning and the ductility of magnesium alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 464, n. 1–2, p. 1–7, ago. 2007.

BARNETT, M. R.; ATWELL, D.; BEER, A. G. Effect of Grain Size on the Deformation and Dynamic Recrystallization of Mg-3Al-1Zn. **Materials Science Forum**, v. 467–470, p. 435–440, out. 2004.

BUZOLIN, R. H. et al. In situ synchrotron radiation diffraction study of the role of Gd, Nd on the elevated temperature compression behavior of ZK40. **Materials Science and Engineering: A**, v. 640, p. 129–136, jul. 2015.

BUZOLIN, R. H. et al. In situ synchrotron radiation diffraction investigation of the compression behaviour at 350°C of ZK40 alloys with addition of CaO and Y. **Materials Science and Engineering: A**, v. 664, p. 2–9, maio 2016.

BUZOLIN, R. H. **Mechanical properties and corrosion behaviours of the as-cast ZK40 alloys modified with individual additions of CaO, Gd, Nd and Y**. Mestrado em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais—São Carlos: Universidade de São Paulo, 19 jan. 2017.

CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials science and engineering: an introduction**. John Wiley & sons New York, 2007. v. 7

CHIN, G. Y.; MAMMEL, W. L. Competition among basal, prism, and pyramidal slip modes in hcp metals. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 1, n. 2, p. 357–361, fev. 1970.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-Ray Diffraction: Pearson New International Edition**. [s.l.] Pearson Education Limited, 2013.

DIETER, G. E.; BACON, D. J. **Mechanical metallurgy**. McGraw-hill New York, 1986.

DOHERTY, R. D. et al. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science and Engineering A**, p. 56, 1997.

EMLEY, E. F. **Principles of Magnesium Technology**. [s.l.] Pergamon Press, 1966.

FARIA, G. A. **Exploring metallic materials behavior through in situ crystallographic studies by synchrotron radiation = Explorando o comportamento de materiais metálicos através de estudos cristalográficos in situ via radiação síncrotron**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 2014.

FRIEDRICH, H. E.; MORDIKE, B. L. **Magnesium technology: metallurgy, design data, applications**. Berlin ; New York: Springer, 2006.

GALIYEV, A.; KAIBYSHEV, R.; GOTTSTEIN, G. Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60. **Acta Materialia**, v. 49, n. 7, p. 1199–1207, abr. 2001.

GARCÍA, E. M. Influence of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Zn based alloys. **Technischen Universität, Berlin, Germany**, 2010.

GOTTSTEIN, G. **Physical foundations of materials science**. Berlin: Springer, 2010.

GUPTA, M.; NAI, M. L. S.; SHARON, L. **Magnesium, Magnesium Alloys, and Magnesium Composites**, 2010.

HA, S. et al. Behavior of CaO and Calcium in pure Magnesium. **Rare Metals**, v. 25, n. 6, p. 150–154, dez. 2006.

HADADZADEH, A.; WELLS, M. A.; JAVAID, A. Warm and Hot Deformation Behavior of As-Cast ZEK100 Magnesium Alloy. **Experimental Mechanics**, v. 56, n. 2, p. 259–271, fev. 2016.

HARANDI, S. E. et al. Effect of calcium content on the microstructure, hardness and in-vitro corrosion behavior of biodegradable Mg-Ca binary alloy. **Materials Research**, v. 16, n. 1, p. 11–18, 2 nov. 2012.

HE, S. M. et al. Comparison of the microstructure and mechanical properties of a ZK60 alloy with and without 1.3wt.% gadolinium addition. **Materials Science and Engineering: A**, v. 433, n. 1–2, p. 175–181, out. 2006.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. [s.l.] Elsevier, 2012.

ION, S. E.; HUMPHREYS, F. J.; WHITE, S. H. Dynamic recrystallisation and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium. **Acta Metallurgica**, v. 30, n. 10, p. 1909–1919, out. 1982.

KAIBYSHEV, R. Dynamic recrystallization in magnesium alloys. In: **Advances in Wrought Magnesium Alloys**. [s.l.] Elsevier, 2012. p. 186–225.

KAINER, K. U. **Magnesium: Proceedings of the 6th International Conference-Magnesium Alloys and Their Applications**. John Wiley & Sons, 2006.

KAISER, F.; KAINER, K. U. **Magnesium alloys and technology**. John Wiley & Sons, 2003.

LENTZ, M. C. Deformation behavior of extruded magnesium alloys ME21, WE54, L4 and LA41. p. 145, 2015.

LI, Q. et al. Effect of Nd and Y addition on microstructure and mechanical properties of as-cast Mg–Zn–Zr alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 427, n. 1–2, p. 115–123, jan. 2007.

LI, X. et al. Influence of second-phase precipitates on the texture evolution of Mg–Al–Zn alloys during hot deformation. **Scripta Materialia**, v. 66, n. 3–4, p. 159–162, fev. 2012.

Liss e Yan - 2010 - Thermo-mechanical processing in a synchrotron beam.pdf. , [s.d.].

LISS, K.-D.; YAN, K. Thermo-mechanical processing in a synchrotron beam. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 1, p. 11–27, nov. 2010.

LOW, M. **Determinação do estágio inicial da recristalização em ligas de alumínio por difração de raios-x.** São Paulo: [s.n.].

LUO, A. A.; POWELL, B. R.; BALOGH, M. P. Creep and microstructure of magnesium-aluminum-calcium based alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33, n. 3, p. 567–574, mar. 2002.

MACKENZIE, L. W. F. **Deformation and Recrystallisation Behaviour of Four Magnesium Alloys.** Ph.D.—Ann Arbor, United States: [s.n.].

MASOUMI, M.; ZARANDI, F.; PEKGULERYUZ, M. Microstructure and texture studies on twin-roll cast AZ31 (Mg–3wt.%Al–1wt.%Zn) alloy and the effect of thermomechanical processing. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 3, p. 1268–1279, jan. 2011.

OLIVIER, J. G. J.; SCHURE, K. M.; PETERS, J. A. H. W. **Trends in global CO2 and total greenhouse gas emissions: 2017 report.** Disponível em: <http://www.pbl.nl/sites/default/files/cms/publicaties/pbl-2017-trends-in-global-co2-and-total-greenhouse-gas-emissions-2017-report_2674.pdf>.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedade.** [s.l.] Hemus, 1997.

PADILHA, A. F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura.** 3. ed. rev. e ampl. ed. [s.l.] Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

PEKGULERYUZ, M. O.; KAINER, K. U.; KAYA, A. A. **Fundamentals of magnesium alloy metallurgy.** [s.l.] Woodhead Pub., 2013.

REED-HILL, R. E. **Physical metallurgy principles.** [s.l.] Van Nostrand, 1972.

ROWE, J. **Advanced materials in automotive engineering.** [s.l.] Elsevier, 2012.

SITDIKOV, O.; KAIBYSHEV, R.; SAKAI, T. Dynamic Recrystallization Based on Twinning in Coarse-Grained Mg. **Materials Science Forum**, v. 419–422, p. 521–526, mar. 2003.

TAN, J. C.; TAN, M. J. Superplasticity and grain boundary sliding characteristics in two stage deformation of Mg₃Al₁Zn alloy sheet. **Materials Science and Engineering A**, p. 9, 2003.

ULACIA, I. et al. Tensile characterization and constitutive modeling of AZ31B magnesium alloy sheet over wide range of strain rates and temperatures. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 211, n. 5, p. 830–839, maio 2011.

WIESE, B. et al. CaO dissolution during melting and solidification of a Mg–10wt.% CaO alloy detected with in situ synchrotron radiation diffraction. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 618, p. 64–66, jan. 2015.

WONSIEWICZ, B. C. Plasticity of magnesium crystals. 1966.

WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.; FIELD, D. P. A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction. **Microscopy and Microanalysis**, v. 17, n. 3, p. 316–329, jun. 2011.

YANG, X. et al. Dynamic recrystallization and texture development during hot deformation of magnesium alloy AZ31. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 19, n. 1, p. 55–60, fev. 2009.

YANG, X. et al. Static recrystallization behavior of hot-deformed magnesium alloy AZ31 during isothermal annealing. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 20, n. 7, p. 1269–1274, jul. 2010.

YANG, Z. et al. Review on Research and Development of Magnesium Alloys. **Acta Metallurgica Sinica (English Letters)**, v. 21, n. 5, p. 313–328, out. 2008.