

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA

DEPARTAMENTO DE MATERIAIS



**CARACTERIZAÇÃO METALÚRGICA E DO COMPORTAMENTO
TERMOMECÂNICO DA LIGA DE MAGNÉSIO ZE10A DEFORMADA A MORNO**

STÉFANY VIER STEFFEN

Porto Alegre

2021



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
ESCOLA DE ENGENHARIA

DEPARTAMENTO DE MATERIAIS



**CARACTERIZAÇÃO METALÚRGICA E DO COMPORTAMENTO
TERMOMECÂNICO DA LIGA DE MAGNÉSIO ZE10A DEFORMADA A MORNO**

STÉFANY VIER STEFFEN

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais, pelo Curso de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS).

Orientador: Professor Dr. Carlos Pérez Bergmann

Coorientadora: Eng. Daniela Bertol

Porto Alegre

2021

Aos meus avós, minhas paixões.

AGRADECIMENTOS

Gratidão, substantivo feminino oriundo do latim *gratitudo*. Representa em forma de vocábulo o sentimento experimentado por alguém com relação a um benefício ou como demonstração de agradecimento a alguém que tenha feito algo bom. É exatamente com esse sentimento que encerro esse ciclo da minha formação acadêmica.

Gratidão a Deus por me dar saúde e firmeza para superar os desafios durante a graduação. Gratidão aos meus pais Jorge e Loreta por sempre me incentivarem a ser a melhor pessoa que eu posso ser, me apoiando ao longo de toda a minha trajetória. Ao meu namorado que sempre esteve comigo ao meu lado durante o meu percurso acadêmico e também aos meus sogros que foram como pais para mim.

Gratidão a todos os meus professores do curso por instigarem a minha curiosidade sobre o “porquê das coisas”. Em especial sou grata ao meu orientador, Carlos Bergmann, por aceitar conduzir meu trabalho de pesquisa e à minha coorientadora, Daniela Bertol, que além de contribuir com seu conhecimento científico foi uma amiga e esteve sempre presente.

Sou grata a toda ajuda oferecida para a realização dos ensaios e por compartilharem um pouco de todo o seu conhecimento comigo, Alexander Otoni e Elidiane Jaques. Da mesma forma, sou grata à empresa Gerdau, usina Riograndese por permitir a realização dos meus ensaios. E, em especial, sou grata à empresa Brunning Tecnometal por me ceder as amostras.

Por fim, sou grata a mim mesma por não perder a fé em quem sou e por acreditar em quem ainda posso ser.

*We have not inherited the Thulê from our ancestors,
we have borrowed it from our children.*

V. Vikernes

RESUMO

A fim de reforçar a importância de estudos de utilização de ligas de magnésio em processos de transformação mecânica, o presente trabalho visa caracterizar metalurgicamente a liga de magnésio ZE10A tracionada a morno nas temperaturas de 150°C, 200°C e 250°C e em nas taxas de deformação de 347mm/min e 500mm/min. Análises de composição e de microestrutura foram realizadas para caracterização inicial da amostra. As amostras foram aquecidas até a temperatura de trabalho e deformadas. O ensaio de tração contou com ambientação do conjunto corpos-de-prova e equipamento antes de seu início. As amostras deformadas foram caracterizadas por metalografia, difração de raios x e microscopia óptica e de varredura. Os resultados mostraram que o aumento da temperatura na faixa do morno aumenta a ductilidade da amostra, enquanto o aumento da velocidade de deformação faz com que a ductilidade diminua.

Palavras-chave: metalografia; liga de magnésio; ZE10A; Elektron 717; ensaio de tração a quente.

ABSTRACT

In order to reinforce the importance of studies on the use of magnesium alloys in mechanical transformation processes, the present work aims to metallurgically characterize the ZE10A magnesium alloy through hot tensile testing at warm temperatures (150°C, 200°C and 250°C) and at two different strain rates of 347mm/min and of 500mm/min. Chemical composition, hardness and microstructure analyses were performed for initial sample characterization. The samples were heated to working temperature and then were tensile tested. The tensile tests were performed with the specimens and the equipment properly warmed up and calibrated. The deformed samples were characterized through analysis of their hardness and microstructure.

Keywords: metallography; magnesium alloy; ZE10A; Elektron 717; hot tensile test.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Evolução das reservas brasileiras de magnesita de 1995 a 2008 (em mil toneladas).....	15
Figura 2. Diagrama de fases do sistema Mg-Zn.....	18
Figura 3. Diagrama de fases do sistema Mg-Zn.....	20
Figura 4. Estrutura hexagonal compacta do magnésio	25
Figura 5. Posicionamento de átomo na célula da estrutura HC.....	26
Figura 6. Curva esquemática de tensão deformação e a ocorrência de encruamento, recuperação e recristalização dinâmica.	29
Figura 7. (a) Microestrutura inicial; (b) microestrutura após uma deformação; (c) microestrutura após segunda deformação	31
Figura 8. Curva de escoamento esquemática	33
Figura 9. Fluxograma do estudo.....	33
Figura 10. Torno CNC Mazak Nexus VCN-510c.	35
Figura 11. Corpo-de-prova de acordo com a norma ASTM E8 (dimensões em mm).	36
Figura 12. (a) Forno de aquecimento da amostra e ferramental; (b) Estrutura cabeçotes e mordentes; (c) Mordentes com amostra.....	36
Figura 13. Estereoscópio Zeiss.	38
Figura 14. Serra circular para corte de amostras.	38
Figura 15. Posicionamento do corpo de prova para corte na serra	39
Figura 16. MEV Hitachi TM3000 de bancada.....	40
Figura 17. Exterior DRX Rigaku	41
Figura 18. Amostra posicionada para análise.....	41
Figura 19. Curva tensão x deformação de engenharia para diferentes temperaturas e velocidade de deformação de 500 mm/min.....	42
Figura 20. Curvas de tensão x deformação de engenharia para diferentes temperaturas e velocidade de deformação de 347 mm/min.	43
Figura 21. Imagens de estereoscópio com ampliação de 8x: a)CP01; b) CP02; c) CP03; d) CP04; e) CP05 e f) CP06	44
Figura 22. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP01.....	47
Figura 23. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP02.....	47
Figura 24. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP03.....	48

Figura 25. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP04.....	48
Figura 26. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP05.....	49
Figura 27. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP06.....	49
Figura 28. Análise de MEV amostra branco, aumento de 250x.....	50
Figura 29. Análise de MEV CP01, tracionado a 250°C e 500mm/min aumento de 250x.	51
Figura 30. Análise de MEV CP02, tracionado a 250°C e 347mm/min aumento de 250x.	52
Figura 31. Análise de MEV CP03, tracionado a 200°C e 500mm/min aumento de 250x.	53
Figura 32. Análise de MEV CP04, tracionado a 200°C e 347mm/min aumento de 250x.	54
Figura 33. Análise de MEV CP04, região central da fratura, aumento de 500x.....	55
Figura 34. Análise de MEV CP04, região central da fratura, aumento de 100x.....	55
Figura 35. Análise de MEV CP04, região central da fratura, aumento de 50x.....	56
Figura 36. Análise de MEV CP05, tracionado a 150°C e 500mm/min aumento de 250x.	57
Figura 37. Análise de MEV CP05, região central da fratura, aumento de 500x.....	57
Figura 38. Análise de MEV CP06, tracionado a 150°C e 347mm/min aumento de 250x.	58
Figura 39. Análise de MEV CP07, região central da fratura, aumento de 500x.....	58
Figura 40. Análise de DRX da amostra BRANCO.	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Algumas propriedades de interesse tecnológico do Mg puro com 99,9% em massa.....	16
Tabela 2. Algumas características microestruturais importantes do magnésio	20
Tabela 3. Nomenclatura de elementos de liga	23
Tabela 4. Nomenclatura dos elementos e tratamentos termomecânicos.	24
Tabela 5. Composição química padrão segundo norma UNS M11610 da liga AZ61.	28
Tabela 6. Composição química da liga ZE10A em %.....	34
Tabela 7. Roteiro do aquecimento.....	37

SUMÁRIO

.....	1
1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVOS	13
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
3.1 Magnésio	14
3.2 Indústria do magnésio	16
3.3 Ligas de magnésio	17
3.3.1 Descrição	17
3.3.2 Adição de elementos de liga.....	17
3.3.3 Classificação das ligas de magnésio.....	22
3.3.4 Cristalografia das ligas de magnésio.....	24
3.3.5 Aspectos da deformação das ligas de magnésio.	26
3.4 Liga ZE10A	27
3.5 Aspectos metalúrgicos da deformação a quente	28
3.5.1 Encruamento	29
3.5.2 Recuperação dinâmica.....	30
3.5.3 Recristalização dinâmica.....	30
3.6 Comportamento tensão-deformação	31
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	33
4.1 Materiais	34
4.2 Métodos	34
4.2.1 Corte dos corpos de prova	34
4.2.2 Ensaio de Resistência à Tração.....	35
4.2.3 Análise Metalográfica	39
4.6 Análise de fases cristalinas	40
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	42
5.1 Curva tensão vs. deformação da liga ZE10A	42
5.2 Avaliação microestrutural	44
5.2.1 Imagens obtidas através de estereocópio	44
5.2.2 Microscopia óptica.....	46
5.2.3 Microscopia eletrônica de varredura.....	50
5.2.4 Difração de raios x.....	59

6 CONCLUSÕES	60
7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	61
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	62

1 INTRODUÇÃO

De todas as características que o magnésio possui, mais excepcional é a sua densidade $1,74 \text{ g/cm}^3$. Isso o torna o metal estrutural com a menor densidade de todos os metais, possibilitando assim a sua aplicação em setores em que o baixo peso da estrutura seja importante [1].

O crescente investimento em pesquisas para redução de peso em componentes do setor automobilístico é justificado ao desafio de relacionar resistência mecânica a componentes leves. Com isso, diversas ligas de magnésio têm sido estudadas, devido a sua baixa densidade e excelentes propriedades mecânicas.

Parcelas significativas das peças produzidas a partir de ligas de magnésio são provenientes do processo de fundição. Contudo, tal processamento representa perda de resistência mecânica ao comparar aos processos de transformação mecânica. Através disso, se faz necessário o estudo sobre a deformação mecânica das ligas de magnésio com o objetivo de encontrar a condição ideal de transformação mecânica.

A fim de explorar as condições de deformação a quente das ligas de magnésio, o presente trabalho visa a caracterização da liga de magnésio ZE10A utilizada em processos de deformação a morno.

O objetivo desse trabalho é analisar duas condições de deformação, 347 mm/min e 500 mm/min em relação à taxa de deformação, a 150°C , 200°C e 250°C por meio da dureza e da microestrutura.

2 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo caracterizar a microestrutura e relacioná-las com propriedades do comportamento mecânico (resistência mecânica à tração) da liga de magnésio ZE10A submetida à deformação mecânica a morno. Além disso, os objetivos específicos são:

- a. Estudar o comportamento termomecânico da liga;
- b. Realizar a construção da curva de escoamento por meio do teste de tração a quente;
- c. Determinar a microestrutura da liga ZE10A;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Magnésio

Magnésio, um metal alcalino terroso que é o oitavo elemento mais abundante na crosta terrestre, em torno de 2,5%, sendo também o terceiro elemento mais abundante presente na forma de sal nos oceanos. Seu número atômico é o 12 e seu peso atômico 24,305 g/mol, pertencente ao grupo 2 da Tabela Periódica. Apresenta coloração acinzentada quando na sua forma metálica e seu ponto de fusão gira em torno de 650°C [4]. A primeira extração de magnésio puro ocorreu na Inglaterra através de eletrólise de uma mistura de magnesita e óxido de mercúrio (HgO) por *sir* Humphry Davy em 1808.

Magnésio possui a menor densidade de todos os metais estruturais, sendo em torno de 25% da densidade do ferro e aproximadamente 65% da do alumínio. Devido a sua baixa densidade, ligas de magnésio fundido e forjado têm sido desenvolvidas para uma grande variedade de aplicações estruturais em que o baixo peso seja crucial. Muito utilizado em aplicações automotivas, aeroespacial, indústria de computação e comunicação entre outros.[2] [3].

A magnesita, matéria-prima nobre, é a principal fonte de magnésio. Sua estrutura é representada através da fórmula $MgCO_3$ e é composta por 47,8% de MgO e 52,2% de CO_2 , constituindo assim um carbonato de magnésio. Outras fontes de obtenção de magnésio são as olivina e salmouras provenientes de lagos salgados e da água marinha. O Brasil é detentor de algumas das jazidas de magnesita de melhor qualidade do mundo, sendo que grande parte dessas jazidas estão localizadas na Região Nordeste do país, em específico nos estados da Bahia (94% das reservas) e do Ceará (restantes 6%).

Em escala mundial de produção de magnesita, o Brasil ocupa a 4ª posição. Atualmente, a China, Coréia do Norte, Rússia, Brasil e Eslováquia são detentores de 79% da produção mundial de magnesita [1].

O principal método para obtenção do magnésio puro é através do processo eletrolítico. A extração de magnésio ocorre pela eletrólise do cloreto de magnésio sendo a relação de produção/matéria-prima de 1:800. Ou seja, para cada tonelada de magnésio produzido são necessárias oitocentas toneladas de água do mar [5]. É

possível também reciclar magnésio, reduzindo assim consideravelmente os custos de produção deste material.

A Figura 1 apresenta a evolução das reservas brasileiras de magnesita de 1995 a 2008 (em mil toneladas).

Figura 1. Evolução das reservas brasileiras de magnesita de 1995 a 2008 (em mil toneladas).

ANO	RESERVA MEDIDA	RESERVA INDICADA	RESERVA MEDIDA + INDICADA
1.995	348.878	371.144	720.022
1.996	401.091	374.801	775.892
1.997	444.856	380.673	825.529
1.998	438.862	355.917	794.779
1.999	412.202	334.455	746.657
2.000	411.295	334.455	745.750
2.001	307.969	244.410	552.379
2.002	309.182	244.486	553.668
2.003	338.808	266.282	605.090
2.004	321.521	234.754	556.275
2.005	321.304	234.754	556.058
2.006	321.070	234.754	555.824
2.007	290.964	234.748	525.713
2.008	323.356	234.715	558.071

Fonte: DNPM/Relatório Anual de Lavra

Fonte: DNPM/Relatório Anual de Lavra

A Tabela 1 apresenta algumas propriedades de interesse tecnológico do magnésio entre as quais, já mencionada, a sua baixa densidade. Essa característica preponderante, associada à abundância do material e baixo custo, torna o magnésio atrativo para aplicações em que se requer, por exemplo, uma relação resistência mecânica por densidade maximizada.

Tabela 1. Algumas propriedades de interesse tecnológico do Mg puro com 99,9% em massa.

Propriedade	Valor
Coloração	Cinza prateado
Densidade (Temperatura ambiente)	1,738 g/cm ³
Temperatura de fusão	650 °C ± 5 °C
Estrutura cristalina	HCP
Calor de fusão	370 ± 15 kJ/kg
Coeficiente de expansão linear	26 x 10 ⁻⁸ K ⁻¹
Contração (sólido-líquido)	4,2%
Capacidade calorífica (a 20 °C)	1,05 kJ.(kg. K) ⁻¹
Condutividade térmica (a 20 °C)	155 W.km ⁻¹
Módulo de elasticidade	45 GPa
Limite de escoamento	90 a 105 MPa
Limite de resistência	160 a 195 MPa
Energia de defeito de empilhamento (a 25 °C)	125 mJ/m ²

Fonte: [4]. KLEINER, 2004.

No entanto, o baixo limite elástico em compressão e tração do magnésio puro o torna inviável para utilização estrutural. Para isso, é necessário adicionar elementos de liga a ligas de magnésio ou combiná-lo com outros metais que possibilitam a formação de mecanismos de endurecimento para aumento de resistência [6].

3.2 Indústria do magnésio

Atualmente a produção de magnésio no Brasil é liderada por três empresas. Em primeiro lugar, a brasileira RIMA, que é a única produtora de magnésio primário do Hemisfério Sul a partir da dolomita e quartzo de alta pureza, sendo a líder nacional na produção de ligas de magnésio. Já a multinacional Roullier Groupe atende aos setores agrícolas para nutrição animal e produção vegetal e também o setor de processos industriais ou ambientais, além de atender à indústria siderúrgica. A empresa Buschle & Lepper S.A., localizada em Joinville, é a única empresa brasileira a extrair magnésio do mar, exportando produtos químicos, insumos agrícolas, além de magnésio e derivados [7].

Uma das estratégias de incremento na economia de combustível e melhoramento do desempenho de veículos é o desenvolvimento de peças cada vez mais leves. Utilizando ligas de magnésio na estrutura e em componentes de transmissão, em especial em blocos de motores. Recentemente, o interesse pelo desenvolvimento de novas ligas de magnésio tem se renovado, tanto pela indústria militar e aeroespacial, como para aplicação médica [8].

3.3 Ligas de magnésio

3.3.1 Descrição

A classificação das ligas de magnésio é tradicionalmente empregada primeiramente de acordo com a sua forma de manufatura, com subdivisões indicando a composição e aplicação. Dessa forma, a primeira classificação é, por exemplo, extrusão, laminação, forjamento, fundição, etc.

O metal magnésio tem configuração eletrônica terminada em s^2 , o que lhe confere uma relativamente homogênea nuvem de elétrons deslocalizada, caracterizando assim uma verdadeira ligação metálica [9]. Sua estrutura cristalina é a hexagonal.

3.3.2 Adição de elementos de liga

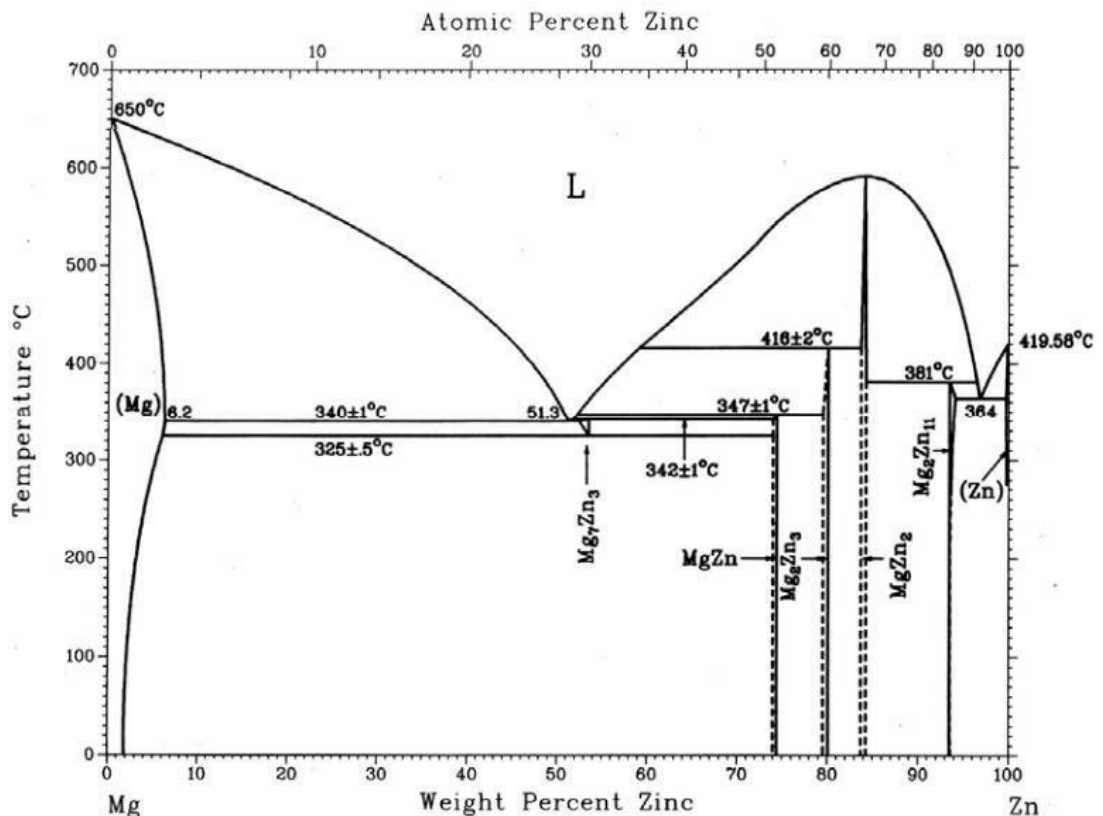
Para aplicações de engenharia se faz necessário a adição de outros metais às ligas de magnésio. Por ser um elemento quimicamente ativo, o Mg pode reagir com outros metais formando estruturas intermetálicas. Na grande maioria das ligas de Mg, pode-se observar essas estruturas que influenciam a microestrutura da liga afim de melhorar suas propriedades mecânicas como elasticidade, limite de escoamento e dureza, sendo o endurecimento por precipitação ou solução sólida os principais mecanismos empregados no melhoramento da performance mecânica das ligas de Mg [10].

O elemento de liga mais comumente utilizada é o alumínio, porém no presente trabalho aborda-se como elementos de liga apenas o zinco (Zn), zircônio (Zr) e terras raras (RE) em específico neodímio (Nd).

O zinco é um dos elementos de liga mais utilizados. Geralmente, é utilizado em conjunto com alumínio por aumentar a resistência mecânica sem perder ductilidade. Inerentemente, o zinco atua como refinador de grão, buscando-se o efeito Hall-Petch. No entanto, se adicionado em teores acima de 1% em massa, o zinco acaba reduzindo a ductilidade a quente das ligas que contêm de 7-10% de alumínio em massa. Além disso, ajuda a reduzir os efeitos deletérios de corrosão provenientes de impurezas de ferro e níquel.

No diagrama da Figura 2, pode-se observar que o limite de solubilidade a quente (340°C) do Zn em ligas de Mg é de 2,4%, ou seja 6,2 wt%, a 340°C . O limite de solubilidade a temperatura ambiente é de 0,5%, 1,1wt%. Isso torna possível o melhoramento da resistência mecânica através do endurecimento por precipitação, utilizando tratamento térmico para controle da decomposição da solução sólida supersaturada de Zn-Mg [12].

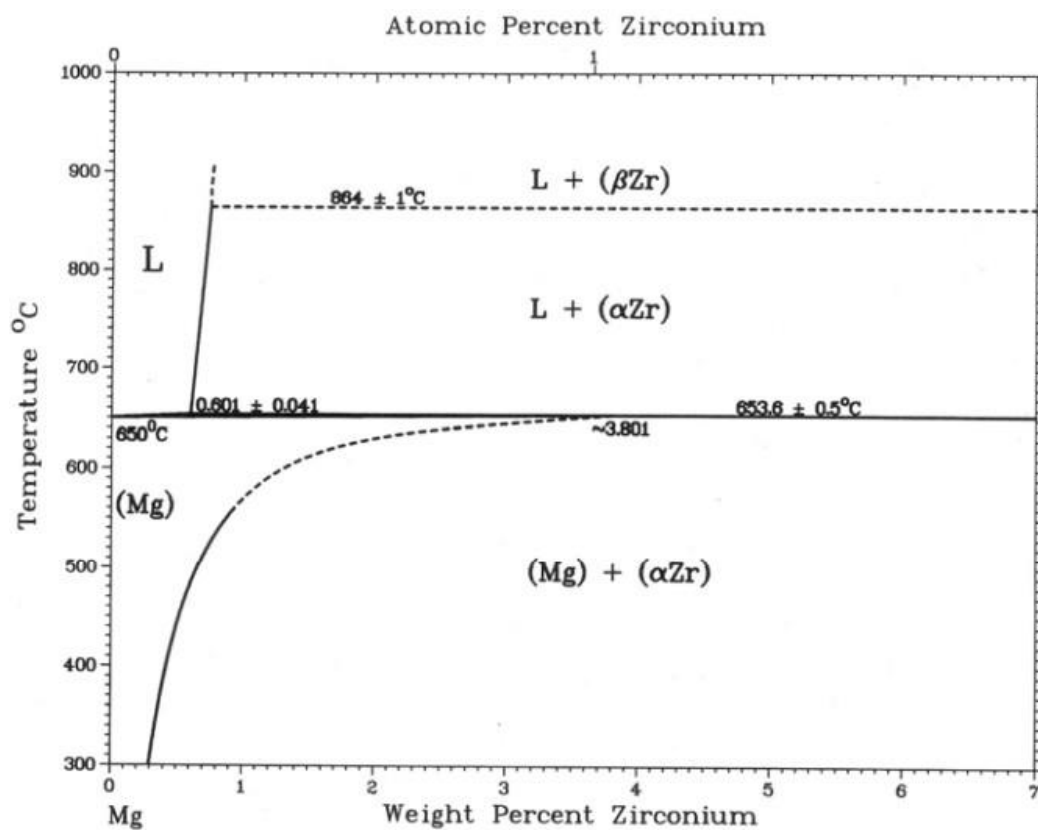
Figura 2. Diagrama de fases do sistema Mg-Zn.



Fonte: GARCIA, 2019.

Zircônio pode atuar como um excelente refinador de grão quando incorporado juntamente com o zinco, tório, terras raras, ou uma combinação desses elementos em ligas de magnésio. Em contrapartida, o Zr não pode ser utilizado em conjunto com Al ou Mn pela sua interação com esses elementos formando componentes estáveis. E em processos de fundição pode formar compostos estáveis com ferro, carbono, oxigênio e hidrogênio [10]. Acredita-se que devido ao parâmetro de rede do α -zircônio ($a=0,323\text{nm}$, $c=0,514\text{nm}$) ser muito próximo ao do magnésio Figura 3. Diagrama de fases do sistema Mg-Zn.

Figura 3. Diagrama de fases do sistema Mg-Zn.

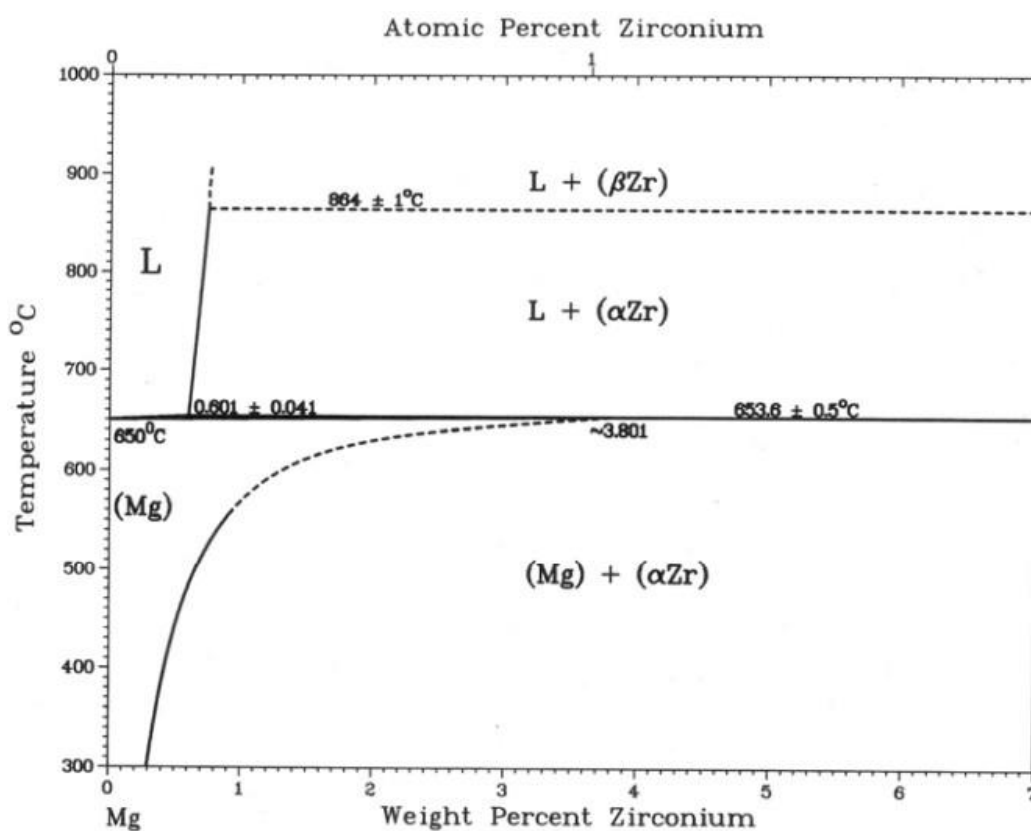


Fonte: GARCIA, 2019.

Tabela 2 mostra que, partículas ricas em zircônio produzidas no início do resfriamento do fundido pode proporcionar nucleação heterogênea de grãos de magnésio durante a solidificação. Ao se adicionar Zr (aproximadamente 0,32 wt.%) a essas ligas, tem-se uma redução na média do tamanho de grão de alguns milímetros para 80 - 100 μm em taxas normais de resfriamento [12].

A solubilização máxima de Zr em Mg derretido puro é de 0,6wt. % a 654°C, conforme mostra o diagrama da Figura 2. Na temperatura peritética, essa solubilidade aumenta para 3,8wt. %, porém cai para 0,3wt. % quando resfriado a 300°C e se mantém neste nível em temperatura ambiente. Estudos recentes mostram que a adição de ~4 wt.% de Zn aumenta a solubilidade do Zr [12,13].

Figura 3. Diagrama de fases do sistema Mg-Zn.



Fonte: GARCIA, 2019.

Tabela 2. Algumas características microestruturais importantes do magnésio.

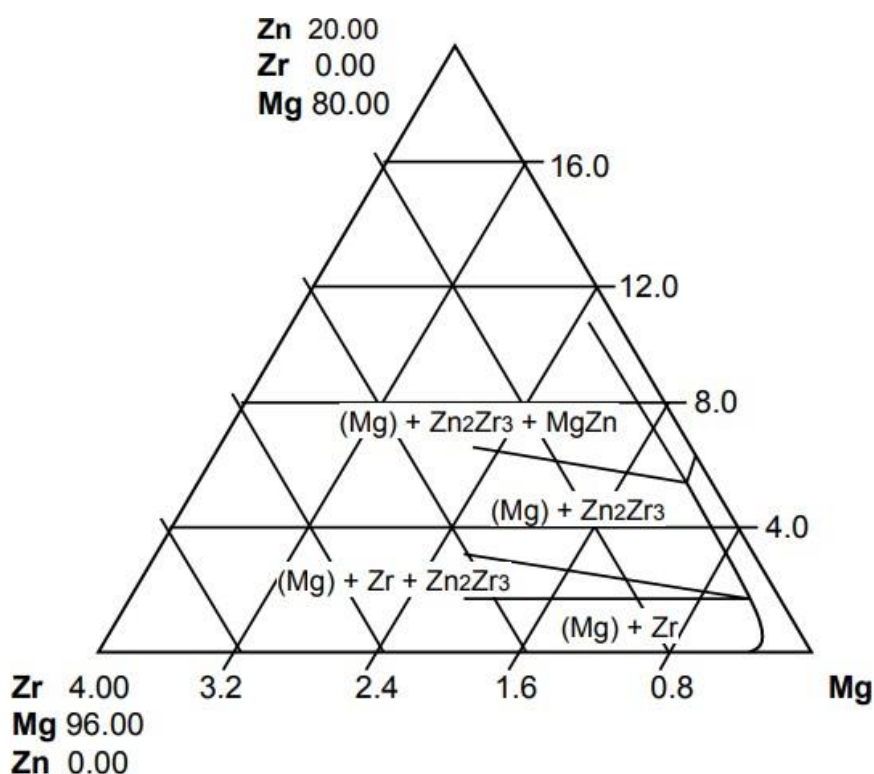
Estrutura cristalina	Hexagonal compacta (HC)
Parâmetro de rede a	0,32094 nm ($\pm 0,01\%$)
Parâmetro de rede c	0,52107 nm ($\pm 0,01\%$)
Razão c/a	1,6236
Raio atômico	0,159 nm

Ponto de fusão	648,8°C
Calor latente	382 [KJ/kg]
Potencial de oxidação	-2,4 Volts

Fonte: GARCIA, 2019.

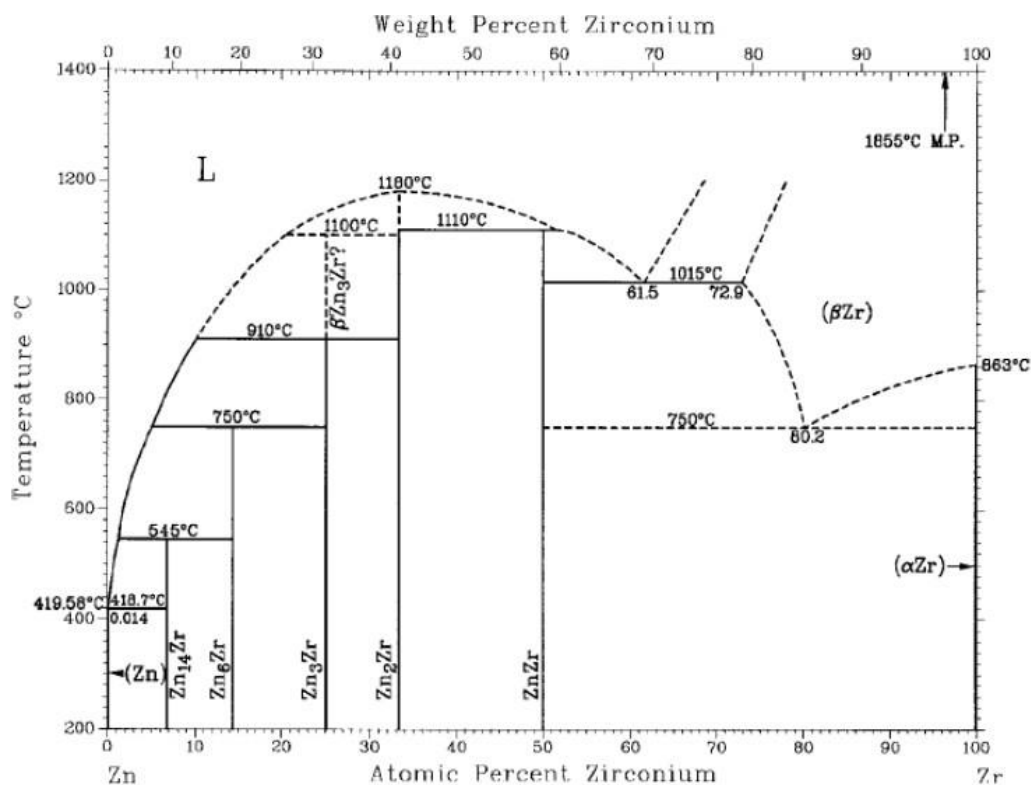
Para o sistema Mg-Zn-Zr, cujo diagrama apresentado na Figura 4, a maioria das fases intermetálicas relacionam-se majoritariamente com o sistema Zn-Zr (diagrama da Figura 5), que possui os componentes intermetálicos mais estáveis, e em um grau menor com o sistema Mg-Zn. Muito provavelmente, a baixa solubilidade do Zn e Zr na estrutura cristalina hexagonal compacta do Mg a baixas temperaturas se deve a segregação de ambos elementos que combinados formam componentes Zn-Zr. As fases intermetálicas mais comumente observadas no diagrama binário Zn-Zr são ZnZr e Zn₂Zr, em que uma isotérmica do diagrama ternário a 300°C a presença de Zn₂Zr₃ é indicada quando na presença de 25%w de Zn e 75% de Zr.

Figura 4. Diagrama ternário do sistema Zn-Zr-Mg.



Fonte: GARCIA, 2019.

Figura 5. Diagrama de fases do sistema Zn-Zr.



Fonte: GARCIA, 2019.

Terras Raras são adicionadas a ligas de magnésio com o intuito de aumentar a resistência a altas temperaturas, corrosão e fluência. Em adição, a presença desses elementos também auxilia na redução da zona de resfriamento da liga, o que resulta em menor porosidade na fundição e rachaduras em soldas. A adição de neodímio aumenta a resistência das ligas de magnésio devido ao seu limite de solubilidade e a formação de precipitados estáveis entre os grãos da estrutura e também no contorno de grão. Um bom exemplo dessa aplicação é a liga Elektron 21, desenvolvida pela Magnesium Elektron para aplicações aeroespaciais que contém neodímio, zinco, zircônio e gadolínio, contrabalanceando assim seu efeito de refinamento de grão [10].

3.3.3 Classificação das ligas de magnésio

Para a classificação das ligas de magnésio, utiliza-se a nomenclatura definida pela American Society for Testing and Materials (ASTM B275), pela qual um conjunto de caracteres alfanuméricos informa sobre sua composição química e os

tratamentos térmicos utilizados na produção. Assim, a nomenclatura pode ser definida em quatro partes, duas letras iniciais que indicam os principais elementos de ligas e dois algarismos que indicam a percentagem desses elementos [6].

A terceira parte corresponde a uma letra sequencial atribuída à ordem de patente que permite diferenciação entre ligas com o mesmo teor de elementos de liga (A significa: primeira liga registrada, B: segunda liga, C: terceira liga registrada, D: liga de alta pureza, E: liga de alta resistência à corrosão, X1: liga não registrada).

E a quarta parte é denotada pelas letras e números que aparecem após o hífen e identifica o tipo de tratamento térmico ou mecânico no qual a liga foi sujeita [15].

Por exemplo, na liga ZE10A, sabe-se pela nomenclatura que a liga contém pelo menos 1% de zinco e até 1% de terras raras (*rare earths*) na sua composição química. A letra A indica que a liga foi registrada na ASTM como primeira liga que contém essa composição. Na Tabela 3, é possível verificar um breve resumo sobre a nomenclatura e tratamentos termomecânicos.

Tabela 3. Nomenclatura de elementos de liga.

Elemento de adição	Letra de abreviação
Alumínio	A
Bismuto	B
Cobre	C
Cadmio	D
Terras raras	E
Ferro	F
Tório	H
Zircônio	K
Lítio	L
Manganês	M
Níquel	N
Chumbo	P
Prata	Q
Cromo	R
Silício	S
Estanho	T
Ytrio	W
Antimônio	Y
Zinco	Z

Fonte: ASM Metals Handbook, 1992

Tabela 4. Nomenclatura dos elementos e tratamentos termomecânicos.

Divisão Geral	
F	Como fabricado
O	Recozido, recristalizado
H	Encruado
T	Tratamento térmico para têmpera estável
W	Tratamento térmico, têmpera não estável
Subdivisão de H	
H1, um ou mais dois dígitos	Encruado apenas
H2, , um ou mais dois dígitos	Encruado e parcialmente recozido
H3, , um ou mais dois dígitos	Encruado e então
Subdivisão de T	
T1	Resfriado ao ar de alta temperatura de conformação
T2	Recozido (apenas produtos fundidos)
T3	Têmpera e trabalhado a frio
T4	Têmpera e resfriamento ao ar até estabilização
T5	Resfriado de alta temperatura de conformação e envelhecido
T6	Têmpera e artificialmente envelhecido
T7	Têmpera e estabilização
T8	Têmpera, trabalhado a frio e envelhecido
T9	Têmpera, envelhecido artificialmente e trabalhado a frio
T10	Resfriado de alta temperatura de processamento, envelhecido artificialmente e trabalhado a frio

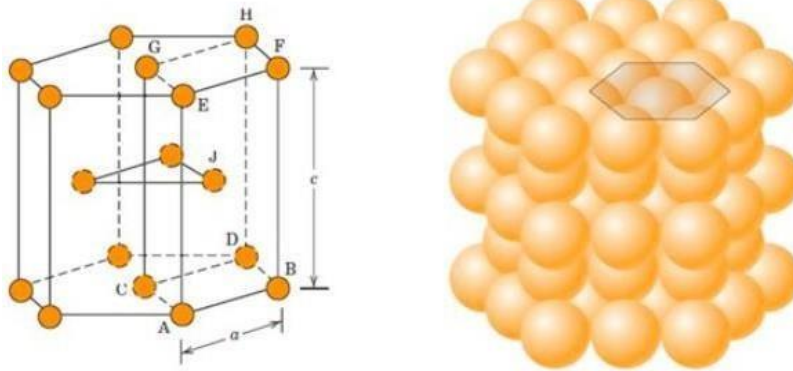
Fonte: GUPTA, 2011

3.3.4 Cristalografia das ligas de magnésio

A face superior e inferior da célula unitária é composta por 6 átomos que formam um hexágono entre si e esse hexágono rodeia um único átomo ao centro. Entre as duas extremidades da célula há um outro plano situado, que adiciona 3

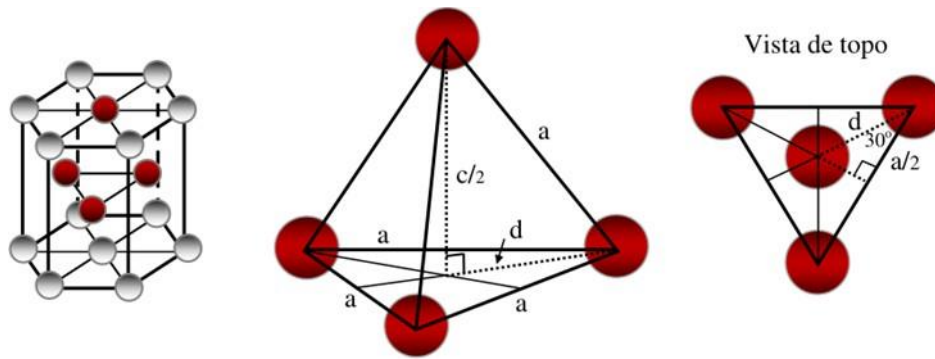
átomos a célula, formando assim um plano intermediário que possui como vizinhos os átomos dos planos adjacentes conforme Figura 4.

Figura 4. Estrutura hexagonal compacta do magnésio



Fonte: CALLISTER, 2012.

Os arranjos compactos decorrem com a liberação de energia ao aproximar os átomos até a distância de equilíbrio um do outro. Dessa forma a estrutura compactada apresenta seu menor nível de energia, logo essa é a sua estrutura mais estável. As estruturas cristalinas hexagonais apresentam dois diferentes tipo de arranjo, o hexagonal simples (HS) e o hexagonal compacto (HC), para o caso do Mg a estrutura é a HC. Segundo Teófilo (2014), essa estrutura é caracterizada pelo fato de que cada átomo de uma dada camada, está diretamente abaixo ou acima dos interstícios formados entre três átomos das camadas adjacentes [21].



Fonte: Apostila Estruturas Cristalinas, 2014.

Devido à estrutura hexagonal compacta apresentada nas ligas de magnésio, a deformabilidade é fortemente influenciada pela anisotropia inerente deste elemento. Isso resulta da baixa simetria da sua estrutura, o que limita a viabilidade de escorregamento simultâneo de planos cristalinos em temperatura ambiente tendo os planos basais como preferenciais. Sendo assim, a microestrutura requer temperaturas de processamento relativamente elevadas para ativar os sistemas de escorregamento piramidais e assim, facilitar a deformação da liga, elevando a deformabilidade do material [11,14].

3.3.5 Aspectos da deformação das ligas de magnésio.

A deformação plástica para o magnésio e suas ligas ocorre predominantemente pela interação dos mecanismos de escorregamento causados por forças cisalhantes de planos cristalinos e pela formação de maclas. Esses fenômenos dependem de variáveis como temperatura, taxa de deformação, microestrutura, tamanho de grão, impurezas, texturas, etc. [22][24].

A anisotropia resultante da baixa simetria da estrutura hexagonal compacta imprime grande influência na deformação do magnésio e suas ligas. Essa baixa simetria age diretamente nos sistemas de escorregamento que poderiam ser ativados simultaneamente. No entanto, essa característica da anisotropia pode ser

atenuada com o aumento da temperatura, pois com o aumento da temperatura há a ativação do deslizamento de planos não basais, como o plano piramidal. Ou então pelo deslizamento dos contornos de grão [22], como por exemplo a ativação de planos piramidais acima de 225°C [3]. Em contrapartida, por mais que o aumento da temperatura propicie a deformação das ligas de Mg, há um limite de aquecimento. Segundo YI, aquecimento acima de 400°C oxida o material, inviabilizando sua aplicação.

O sistema de escorregamento é definido pelo plano de escorregamento, plano com maior densidade atômica, juntamente com a sua direção mais empacotada com o plano de escorregamento, independentemente da estrutura do cristal. Segundo Cartoceno, a estrutura hexagonal apresenta quatro sistemas de deslizamento constituídos pelos planos basais e prismáticos. Em contrapartida, os sistemas não são considerados independentes, isso por equivalerem a deslizamento com desvio gerados pela combinação entre o plano basal e prismáticos. Contudo, ao trabalhar-se em uma faixa abaixo da temperatura usual de trabalho, a deformabilidade do material pode ser reduzida, em especial nas extremidades e faces expostas à troca de calor. Isso dá origem a trincas por excesso de deformação [25]. Para que isso não ocorra, recomenda-se que durante a deformação de ligas de Mg, todo o ferramental seja aquecido juntamente com o material, restringindo assim a troca de calor entre o material e as ferramentas [26].

3.4 Liga ZE10A

A ZE10A, comercialmente conhecida como Elektron 717, além de Mg, contém zinco (Zn), zircônio (Zr) e terras raras. É uma promissora liga de engenharia, 30% mais leve do que o alumínio e sem perda de desempenho a suas aplicações lançada em 2018 pelo Grupo Luxfer. Possui também boa resistência à corrosão em teste de névoa salina com revestimentos comerciais, mostrando que essa liga pode exceder a 1000 horas de exposição.

O controle da estrutura cristalina durante a laminação das chapas permite alta conformabilidade devido a sua isotropia das chapas. Sua composição química padrão pode ser analisada na Tabela 5.

Tabela 5. Composição química padrão segundo norma UNS M11610 da liga AZ61.

Porcentagem em peso	Zinco	Zircônio	Terras Raras	Magnésio
% Mín.	1,00	0,20	0,12	restante
% Max.	1,50	-	0,22	restante

Fonte: Catálogo Magnesium Elektron 717.

Quando adicionados a ligas de Mg, o Zn e Zr têm como função, aumentar a resistência mecânica da liga. Isso acontece através do mecanismo de formação de fase intermetálica na matriz de Mg. Essa interfase entre o Zn e Zr é mais estável do que a fase MgZn. Por outro lado, os precipitados ricos em Zn diminuíam a ductilidade da liga, além de possibilitar leve diminuição no ponto de fusão do material, gerando assim economia para processos como fundição [4].

A adição de elementos de liga tem por finalidade alterar e muitas vezes melhorar algumas características das ligas como ductilidade, resistência à corrosão, ponto de fusão e alongamento. Um exemplo disso é a adição de cálcio a ligas de Mg, que visa refinar o tamanho de grão da liga melhorando assim a sua resistência a fluência. Outro exemplo é a adição de terras raras, que objetiva um incremento da resistência mecânica em elevadas temperaturas [27].

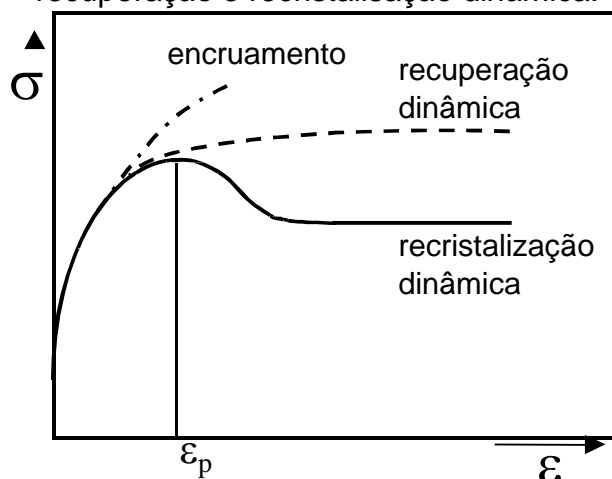
3.5 Aspectos metalúrgicos da deformação a quente

A grande maioria das ligas de Mg passa por processos de deformação a quente para a produção de produtos finais. Nesse processo, transformações ocorrem em sua microestrutura em função da temperatura e taxa de deformação [28]. Por consequência, esses parâmetros afetam as propriedades finais dos materiais através de fenômenos metalúrgicos que ocorrem durante a deformação a quente, são eles o encruamento, a recuperação dinâmica e a recristalização dinâmica [19].

Ao se aplicar uma carga sobre um material para que se deforme plasticamente, ou seja, não retorne a sua condição inicial, há a ocorrência de deslizamentos dos planos cristalinos por forças cisalhantes e também a formação de maclas. Junto a isso, variáveis como temperatura, taxa de deformação e algumas propriedades do material como microestrutura, tamanho de grão, concentração de impurezas e textura influenciam na deformação [22].

A Figura 6 mostra a curva esquemática de tensão-deformação mostrando comparativamente a ocorrência de encruamento, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica [18].

Figura 6. Curva esquemática de tensão de deformação e a ocorrência de encruamento, recuperação e recristalização dinâmica.



Fonte: SICILIANO, 2001.

3.5.1 Encruamento

O encruamento, também chamado de trabalho a frio, é o aumento da resistência mecânica dos materiais durante a deformação plástica. Basicamente, o encruamento é caracterizado pelo aumento da densidade de discordâncias e pelo tipo de arranjo no qual estes defeitos se apresentam, modificando assim a estrutura cristalina do material a baixo da temperatura de recristalização. Esse aumento de discordâncias é decorrente da multiplicação das discordâncias já existentes ou pelo surgimento de novas discordâncias. Com o aumento da densidade de discordância, há uma diminuição na distância média entre elas. Essa diminuição na distância faz com que as interações entre discordâncias-deformações devidos às discordâncias sejam repulsivas [16]. Durante a deformação plástica do material, na rede cristalina, há duas classes de discordâncias: as móveis, onde há mudanças de forma ou acomodações nos cristais, e as imóveis, onde há acúmulo de interações entre si de forma aleatória, formando subestruturas aglomeradas [15].

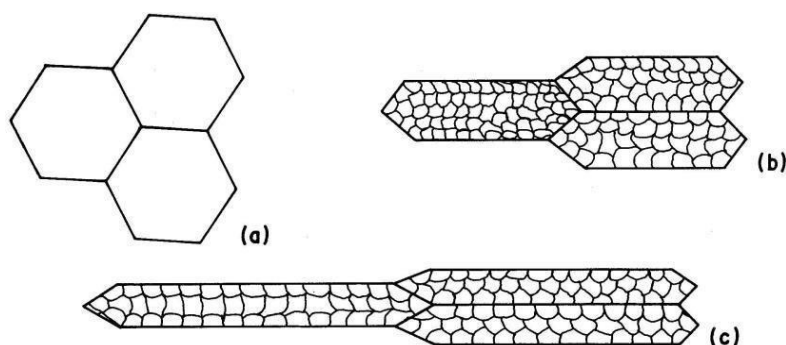
3.5.2 Recuperação dinâmica

Quando deformado sob aquecimento, um material apresenta a formação de defeitos cristalinos como discordâncias, lacunas e maclas. Durante a recuperação, o movimento das discordâncias libera uma parcela da energia proveniente da deformação. Essa movimentação resulta numa maior difusão atômica em temperaturas elevadas, proveniente do rearranjo de discordâncias até alcançar o equilíbrio dinâmico entre a taxa de geração e de aniquilação de discordâncias chamado como estado estacionário. É nesse momento que a quantidade de defeitos gerados é compensada pela quantidade de defeitos eliminados, mantendo a quantidade de defeitos constante. Na curva de tensão-deformação, pode-se perceber isso através da estabilização da tensão ao longo do tempo em que o material vai sendo deformado [15,16, 17].

3.5.3 Recristalização dinâmica

A recristalização dinâmica é chamada assim, pois ocorre durante a deformação, quando o material está sob tensão e geralmente a altas temperaturas. Esse fenômeno é caracterizado pela mudança microestrutural devido à redução da densidade de discordâncias. Essa alteração se justifica pela difusão dos átomos e pela reordenação da estrutura celular de subgrãos. Segundo Rodrigues (2010), a transformação microestrutural de recuperação é conhecida como poligonização e consiste no aumento do tamanho do subgrão com o aumento da temperatura. Na Figura 7, é possível verificar as alterações microestruturais durante a recuperação dinâmica.

Figura 7. (a) Microestrutura inicial; (b) microestrutura após uma deformação; (c) microestrutura após segunda deformação.



Fonte: SICILIANO, 2001.

Segundo Callister, (2012), a recristalização é a formação de um novo conjunto de grãos livres de deformação e equiaxiais (aproximadamente as mesmas dimensões em todas as direções), com baixas densidades de discordâncias e que são características das condições anteriores ao trabalho a frio.

A recristalização dinâmica está associada à geração de um grande número de defeitos durante a deformação a quente. A recristalização ocorre quando há uma microestrutura de novos grãos que não apresenta evidências de deformação e a densidade de discordâncias tem valores baixos, tanto em seu interior, como nos seus contornos. A etapa de recristalização ocorre apenas em temperaturas mais elevadas e tempos mais longo. Os grãos recristalizados são formados pelo crescimento de subgrãos na microestrutura deformada e recuperada, com configuração equiaxial [19].

3.6 Comportamento tensão-deformação

Segundo Siciliano, a tensão pode ser definida como a resistência interna de um material a uma força externa aplicada sobre ele, por unidade de área. A deformação é definida como a variação em uma dimensão qualquer desse material, por unidade da mesma dimensão, quando submetido a esforço. Por conveniência, chama-se a tensão média aplicada na tração apenas como tensão σ , isso porque o termo “tensão média” decorre do fato de a tensão não ser uniforme em toda a seção transversal do corpo-de-prova, que daqui em diante neste trabalho será denominada pela sigla CP. Ou seja, cada segmento logitudinal do CP sofre uma deformação diferente. Isso decorre da anisotropia inerente aos grãos de um metal policristalino,

impedindo assim uniformidade na tensão aplicada sobre o corpo. Porém, por essa variação ser muito pequena, pode-se excluí-la e considerar a tensão aplicada como uniforme [20].

O grau que uma estrutura se deforma depende da magnitude da tensão imposta sobre ela. Para a grande maioria dos metais, a relação entre a deformação e a tensão aplicada segue a lei de Hooke, em que a constante de proporcionalidade E representa o módulo de elasticidade do material.

Equação 1. Equação que relaciona módulo de elasticidade e deformação

$$\sigma = E\epsilon$$

Fonte: Callister, 2015.

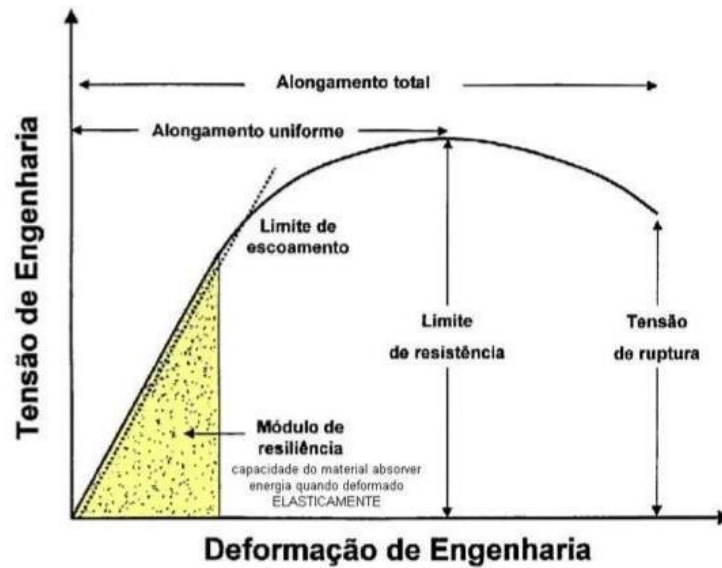
Quando a tensão e deformação são proporcionais entre si, diz-se que a deformação é elástica. Quando se diz que um material atingiu seu limite elástico, significa que ele atingiu a maior tensão suportável sem causar deformações permanentes após descarregado [15,19].

Para se provocar deformação plástica no material, é necessário atingir sua tensão de escoamento [16]. A tensão de escoamento depende de fatores como: temperatura, composição do material, microestrutura, deformação e velocidade de deformação aplicada [29].

A curva de escoamento mostra o comportamento do material ao longo da deformação do CP. Dela, pode-se obter a tensão necessária para atingir a deformação plástica do material [16].

Através do ensaio de tração, é possível determinar-se o limite de proporcionalidade, limite de escoamento e módulo de elasticidade de um material, além de determinar a carga máxima atingida ou de ruptura em materiais dúcteis. pois o CP é tracionado, geralmente, até o rompimento. Na Figura 8, é possível verificar o comportamento da curva de escoamento esquemática.

Figura 8. Curva de escoamento esquemática.

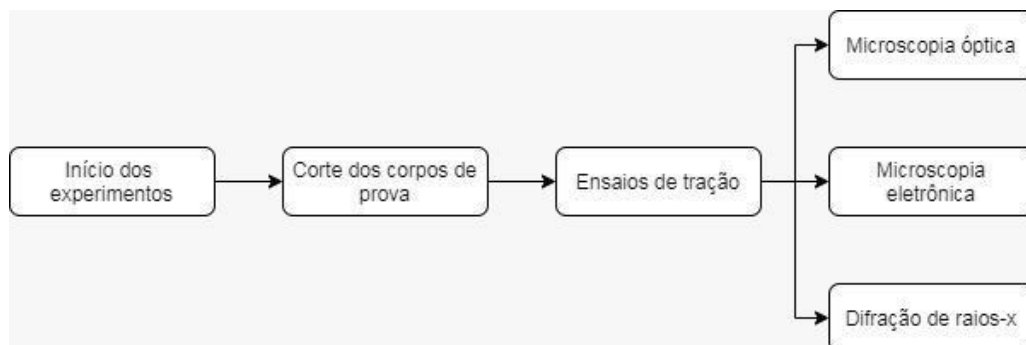


Fonte: CALLISTER, 2005.

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nesse capítulo, são descritos os materiais, a metodologia e as condições utilizadas nos ensaios para o estudo do comportamento da liga de magnésio ZE10A deformada a quente. Além disso, se descreve as etapas envolvidas no trabalho experimental. As diversas etapas são apresentadas na Figura 9. Fluxograma do estudo

Figura 9. Fluxograma do estudo



Fonte: Autoria própria

4.1 Materiais

A liga de magnésio ZE10A laminada, analisada nesse trabalho, foi produzida pela empresa Luxfer Holdings, cedida pela empresa Bruning Tecnometal.

A Tabela 6 apresenta os valores da composição química do material, de acordo com o catálogo do fornecedor da liga estudada.

Tabela 6. Composição química da liga ZE10A em %.

Zn	Terras Raras	Zr	Mg
1,0 – 1,5%	0,12 – 0,22%	0,2% min	Balanço

Fonte: Fornecedor Luxfer.

4.2 Métodos

4.2.1 Corte dos corpos de prova

Os cortes das amostras foram feitos no mesmo sentido da direção da laminação da chapa recebida. Ou seja, os CP possuem a mesma direção longitudinal que a direção de laminação da chapa, especificado como sendo 0°. Os cortes foram realizados conforme a Figura 10, baseado na norma ASTM E8/E8M e obtidos a partir de usinagem em torno CNC do modelo Mazak Nexus VCN-510c.



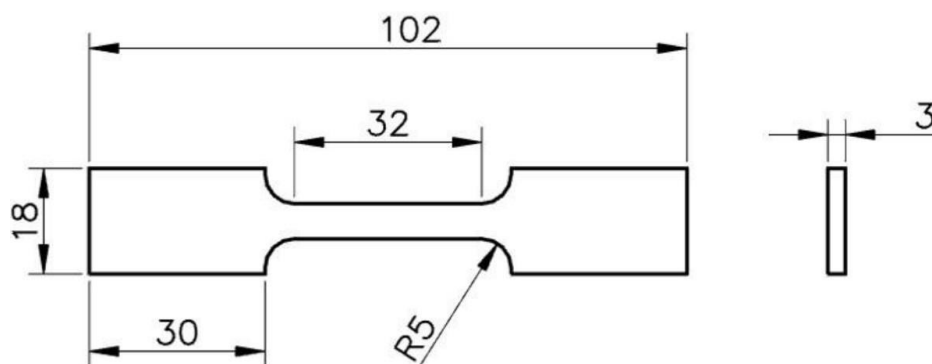
Fonte: Autoria própria.

4.2.2 Ensaio de Resistência à Tração

Os ensaios para caracterização mecânica da liga de magnésio ZE10A foram realizados por ensaios de resistência à tração com o auxílio de uma máquina de ensaios universal marca Shimadzu AG-X 250kN. A temperatura durante o ensaio foi mantida constante devido ao sistema de aquecimento do ferramental em um forno de aquecimento. Na Figura 11, é possível verificar a estrutura utilizada no ensaio.

Os ensaios de resistência à tração foram realizados para CPs submetidos a 6 condições diferentes: CP01 a 250°C e 500mm/min; CP02 a 250°C e 347 mm/min; CP03 a 200°C e 500 mm/min; CP04 a 200°C e 347 mm/min; CP05 a 150°C e 500 mm/min; CP07 a 150°C a 347 mm/min.

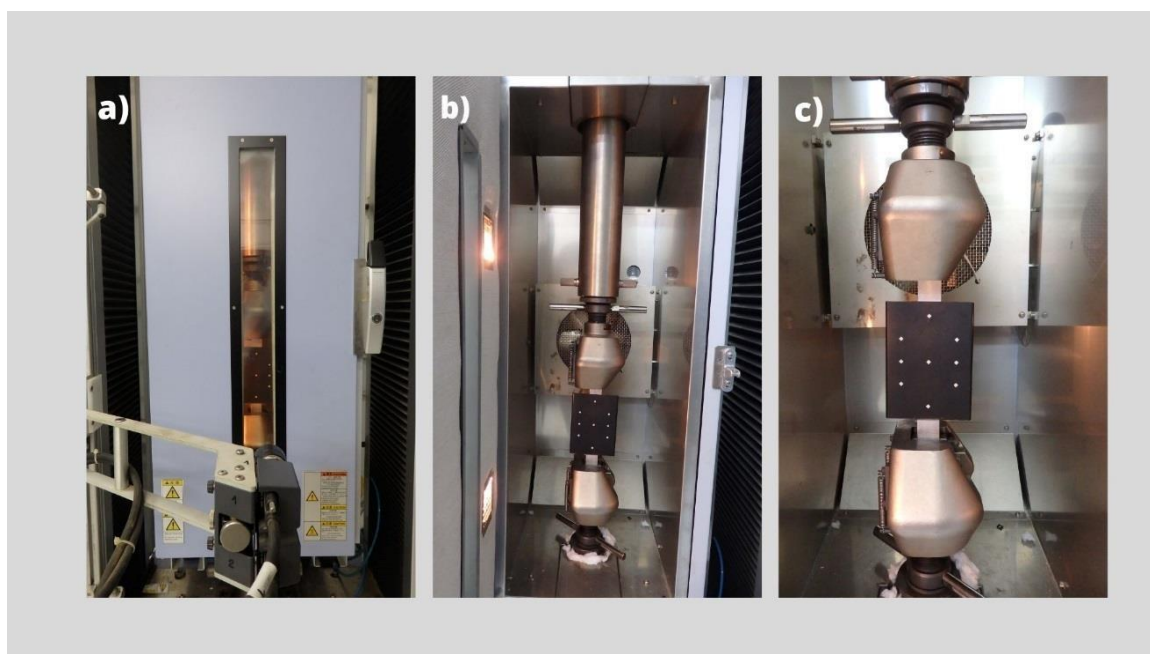
Figura 11. Corpo-de-prova de acordo com a norma ASTM E8 (dimensões em mm).



Fonte: ASTM E8

Os ensaios experimentais ocorreram na seguinte ordem: montagem do ferramental e preparação do programa de aquecimento, posicionamento dos corpos de prova nos mordentes, aquecimento e ambientação do conjunto por 16 minutos, ensaio de tração, resfriamento do conjunto, remoção do corpo de prova do ferramental, conforme Figura 12.

Figura 12. (a) Forno de aquecimento da amostra e ferramental; (b) Estrutura cabeçotes e mordentes; (c) Mordentes com amostra.



Fonte: Autoria própria.

As temperaturas escolhidas para o ensaio de tração foram 150°C, 200°C e 250°C. A escolha das temperaturas se justifica por serem valores dentro da faixa de

trabalho da liga ZE10A, conforme apresentado anteriormente, e também por serem facilmente alcançadas em grande parte das empresas de transformação mecânica.

A definição do tempo de aquecimento do CP e ferramental se deu através do termômetro interno do forno de aquecimento. Assim, ocorreu a completa homogeneização da temperatura de ensaio em 16 minutos. É possível verificar na Tabela 7 o esquema utilizado como roteiro de aquecimento.

Tabela 7. Roteiro do aquecimento.

Amostra	Taxa de aquecimento	Temperatura do ensaio	Velocidade de deformação
1	50°C/s até 225°C, após 5°C/s	250 °C	500 mm/min
2	50°C/s até 225°C, após 5°C/s	250 °C	347 mm/min
3	50°C/s até 175°C, após 5°C/s	200 °C	500 mm/min
4	50°C/s até 175°C, após 5°C/s	200 °C	347 mm/min
5	50°C/s até 125°C, após 5°C/s	150 °C	500 mm/min
6	50°C/s até 125°C, após 5°C/s	150 °C	347 mm/min

Para a taxa de deformação, foram adotados os valores limitantes do equipamento, ou seja, o valor máximo de temperatura que o equipamento atingia era de 250°C e a velocidade máxima que alcançava era de 500mm/min. Os demais valores adotados simbolizavam condições intermediárias de processamento.

Com o intuito de obter uma imagem mais detalhada da reação da fratura da amostra, realizou a gravação dessas imagens através sistema de imagem Digimet 5G do estereoscópio Zeiss conforme a Figura 13.

Figura 13. Estereoscópio Zeiss.



Fonte: Autoria própria.

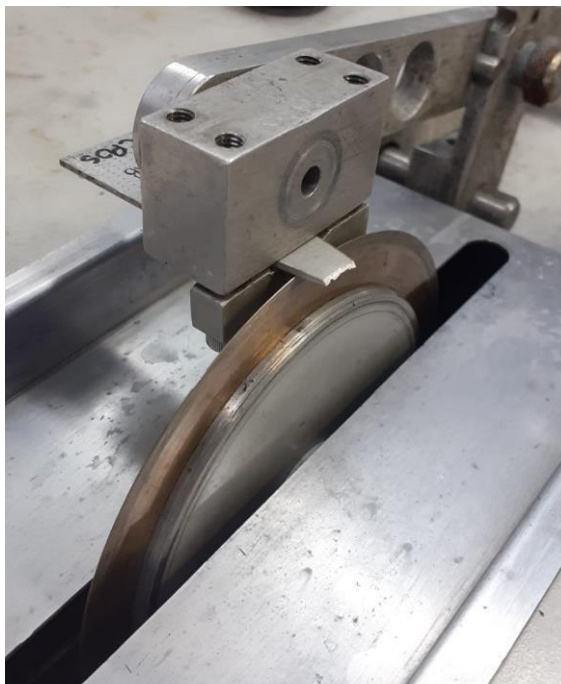
Para obtenção da seção de análise, utilizou-se a serra circular IsoMet 1000 Precision Cutter da marca Buehler, na velocidade de 100 rpm e com o corte a 6mm do suporte da amostra.

Figura 14. Serra circular para corte de amostras.



Fonte: Autoria própria.

Figura 15. Posicionamento do corpo de prova para corte na serra.



Fonte: Autoria própria.

4.2.3 Análise Metalográfica

Para a preparação metalográfica, a amostra foi embutida a quente em resina de baquelite preta. Sua preparação seguiu o procedimento padrão de preparação de amostras, sendo inicialmente lixadas com as seguintes granas e ordem: 320, 400, 600 e 1200. Em seguida, as amostras foram polidas em solução de polimento (solvente JP, pasta de diamante e lubrificante azul) de 6 μm e depois em uma solução de 2 μm .

Para o ataque da superfície da amostra testou-se três soluções diferentes, porém nenhuma delas trouxe resultados que fossem significativos para a caracterização da textura da amostra. Todas as soluções foram testadas utilizando-se a amostra tida como referência (chamada neste trabalho de “BRANCO”), dado que esta não passou por nenhum tipo de tratamento térmico ou esforço mecânico. As imagens de variadas tentativas de ataques químicos estão na seção Apêndice A deste trabalho, pelas quais é possível identificar-se que independente do tempo de imersão, nenhuma das soluções agiu como se esperava na revelação da textura da amostra.

Para a obtenção das imagens utilizou-se o microscópio óptico Olympus BX60M e para processamento utilizou-se o software Digimet 5G Plus.

A análise por microscopia eletrônica de varredura foi realizada em um microscópio do modelo Hitachi TM3000 Tabletop (que é um microscópio de bancada) com parâmetros de voltagem 15 kV e com magnificação de 250x. As amostras utilizadas foram as mesmas utilizadas na análise de microscopia óptica após ataque, ou seja, partes dos CP seccionados após ensaio de tração e embutidos em resina preta de baquelite.

Figura 16. MEV Hitachi TM3000 de bancada.



Fonte: Autoria própria.

4.6 Análise de fases cristalinas

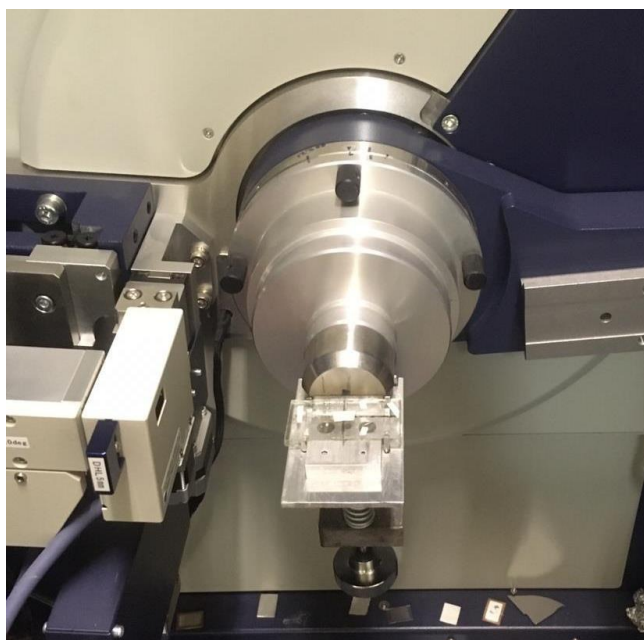
Para a identificação de fases cristalinas dos CP, procedeu-se a análise por difração de raios x em um equipamento Rigaku Ultima IV, utilizando um tubo de raios x de Cu com comprimento de onda $1,5418 \text{ \AA}$. O escaneamento $\theta - 2\theta$ foi realizado nos valores nominais de 30 a $85^\circ 2\theta$. Para a leitura superficial da amostra, utilizou-se uma máscara de 5mm de abertura. Para identificação dos picos detectados, utilizou-se o software X'Pert HighScore. Nesta análise, a seção de fratura utilizada era a contrária aquela utilizada nos ensaios de microscopia.

Figura 17. Exterior DRX Rigaku.



Fonte: Autoria própria.

Figura 18. Amostra posicionada para análise.



Fonte: Autoria própria.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

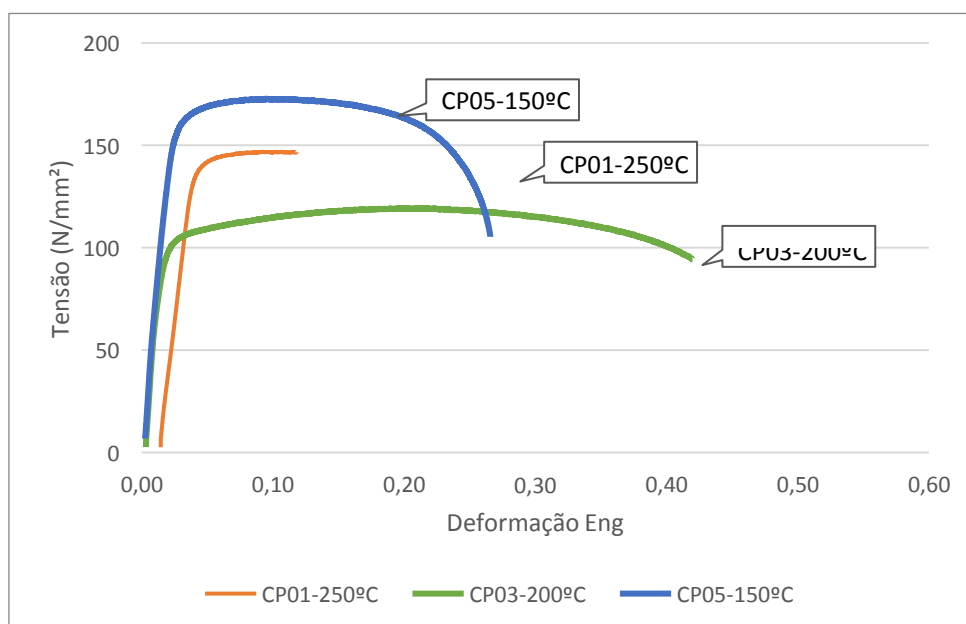
5.1 Curva tensão vs. deformação da liga ZE10A

Do gráfico de tensão e deformação real, obteve-se a curva de escoamento da liga ZE10A para cada um dos CP investigados.

A Figura 19 compara o comportamento da curva de tração para a maior velocidade de deformação. É possível observar que com o aumento da temperatura acarretou em diminuição na tensão de ruptura, assim como da tensão de escoamento. A curva do CP01 apresenta comportamento fora do esperado, quando comparado ao comportamento da curva do CP03. Supõe-se que isso se deva ao aquecimento inicial do sistema, formando um diferencial temporário de temperatura entre o CP, o ferramental e o forno do equipamento, já que essa foi a primeira amostra ensaiada.

Além disso, a quantidade de grãos recristalizados dinamicamente é inversamente proporcional ao aumento na velocidade de deformação. Isso acontece, pois há menos tempo disponível para a nucleação de novos grãos [22].

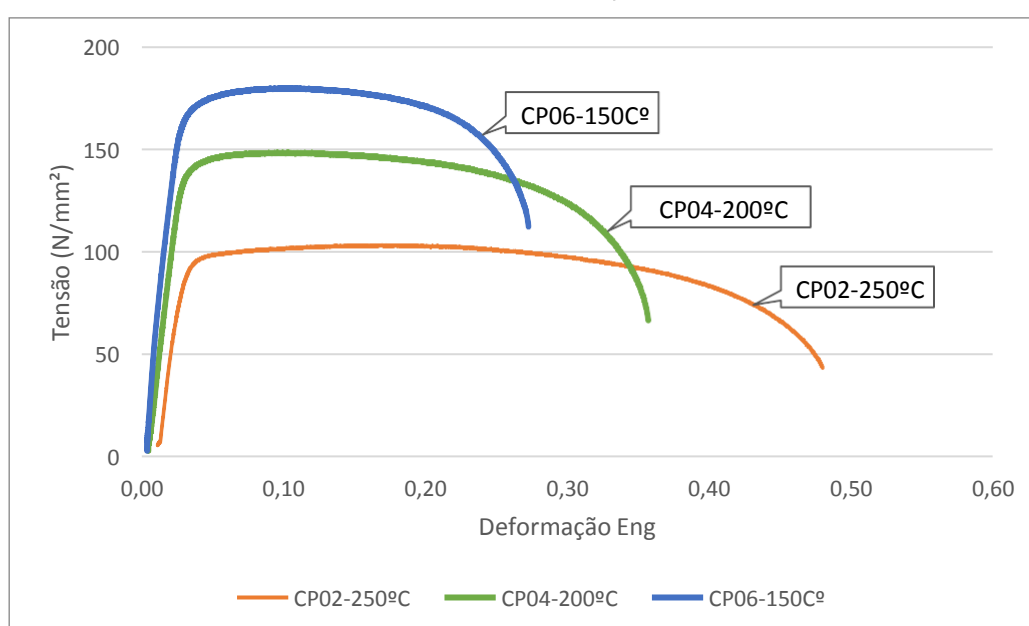
Figura 19. Curva tensão x deformação de engenharia para diferentes temperaturas e velocidade de deformação de 500 mm/min.



Fonte: Autoria própria

A tensão final e a tensão de escoamento diminuem com o aumento da temperatura em uma mesma velocidade de deformação, comprovando assim a magnificação da ductilidade com aumento da temperatura. Aliado a isso, pode-se associar que o aumento na temperatura é diretamente proporcional ao aumento no tamanho do grão dinamicamente recristalizado, devido à facilidade de crescimento em temperaturas maiores.

Figura 20. Curvas de tensão x deformação de engenharia para diferentes temperaturas e velocidade de deformação de 347 mm/min.



Fonte: Autoria própria.

De uma forma geral, pode-se dizer que há um acréscimo nas tensões de escoamento e finais com o aumento das velocidades de deformação devido ao efeito de encruamento [21]. Exceto pelo CP03.

Pode-se, ainda, destacar que a resistência ao escoamento diminui com a diminuição da velocidade de deformação. Isso ocorre dado que em taxas mais baixas, há tempo para recristalização dinâmica, assim como o ativamento de planos não basais como acontece se compararmos os valores de CP01 e CP02. Porém esse efeito não é tão percebido nos CP03 e CP04, muito devido erro ferramental da análise, enquanto que a variação da velocidade durante o ensaio não causou alterações significativamente para os CP05 e CP06. Que por ocorrerem na temperatura mais baixas do ensaio, possuem o caráter mais frágil de todas. Já o

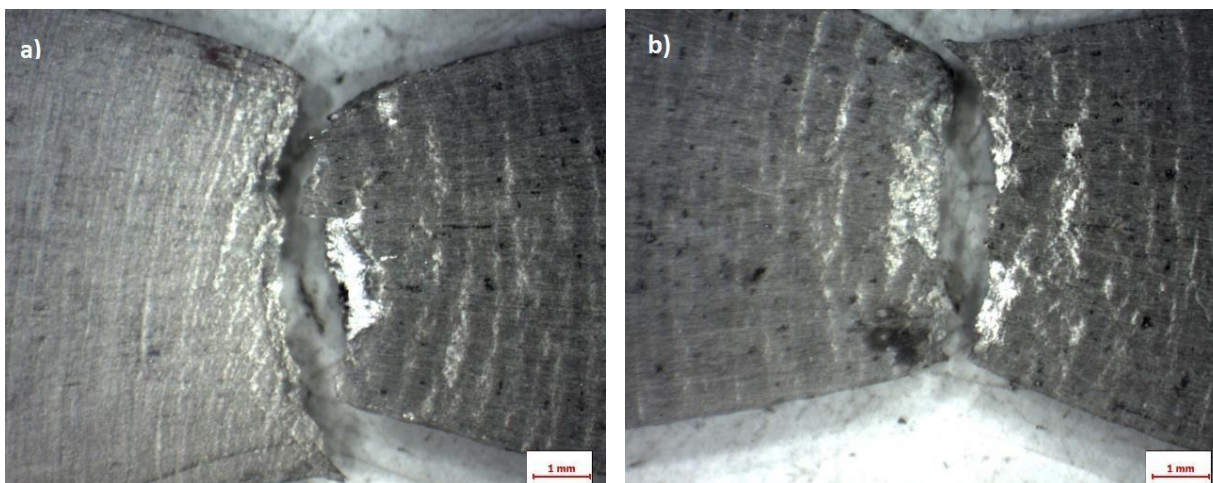
aumento na temperatura favorece a deformação do material, não apenas pelo deslizamento dos planos basais e mobilidade de discordâncias, mas também pelo deslizamento do contorno de grão e pela recristalização dinâmica [22].

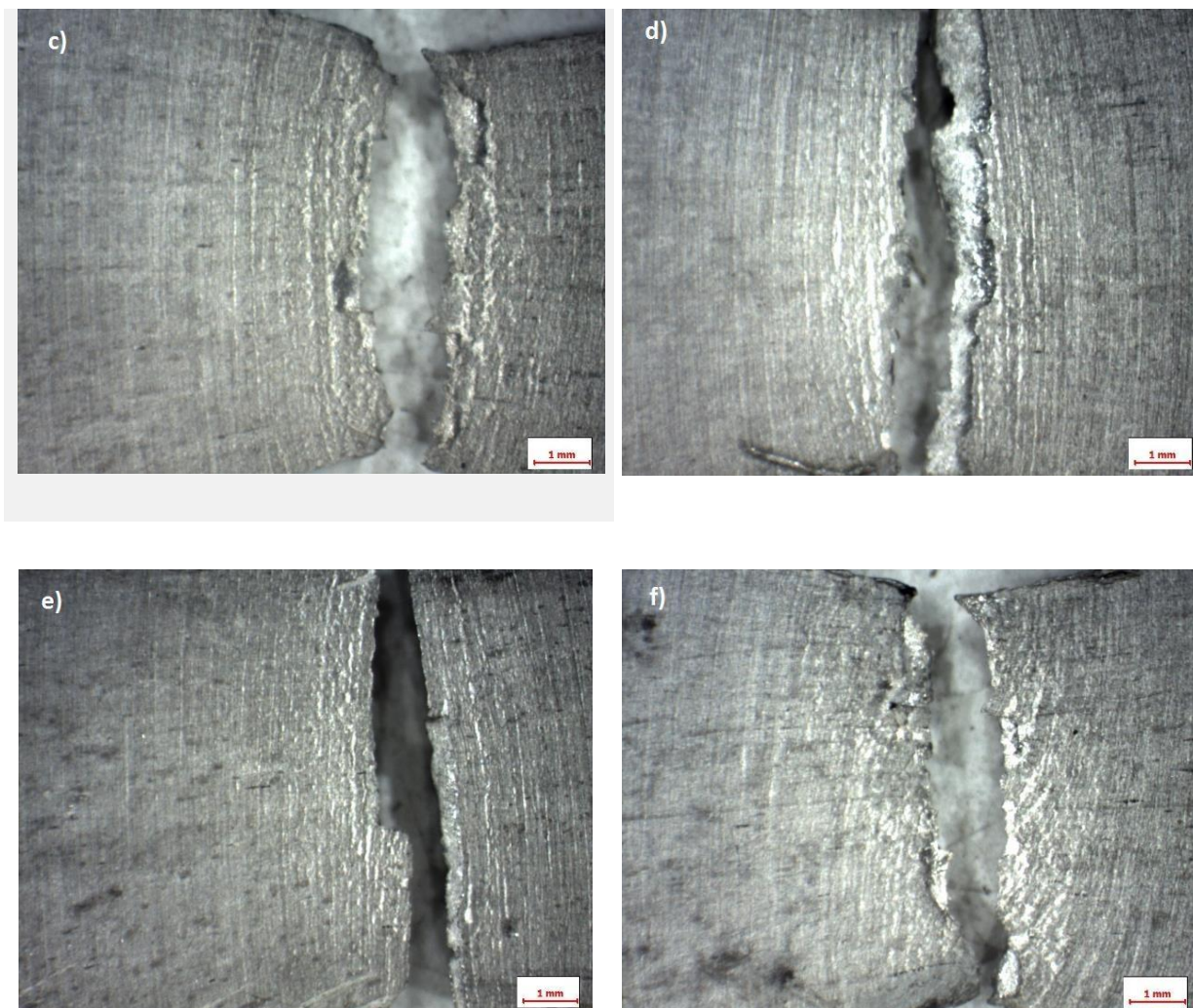
5.2 Avaliação microestrutural

5.2.1 Imagens obtidas através de estereoscópio

Na sequência de imagens da Figura 21, pode-se perceber um decréscimo na capacidade de fluência dos CP conforme prossegue-se com a diminuição na temperatura dos ensaios. O CP02 é o que apresenta a fratura com maior caráter dúctil, aparentemente devido ao fato de seu ensaio ter transcorrido na maior temperatura do ensaio (250°C), ao mesmo tempo que utilizou a menor condição de velocidade de deformação (347mm/min), como já era esperado [20]. Em comparação ao CP02, o CP01 possui linhas de fluxos mais estreitas, influenciadas pela velocidade de deformação que, por ser mais alta, não permitiu a total ativação dos planos de escorregamento.

Figura 21. Imagens de estereoscópio com ampliação de 8x: a)CP01; b) CP02; c) CP03; d) CP04; e) CP05 e f) CP06.





Fonte: Autoria própria.

Os CP03 e 04 foram ensaiados nas condições intermediárias do ensaio de tração: CP03 a 200°C e 500mm/min, enquanto que o CP04 a 200°C a 347mm/min. É possível observar que na região da fratura no CP04, as linhas de fluxo de deformação são mais homogêneas, enquanto que no CP03, as linhas de fluxo possuem uma distribuição mais periódica na direção contrária à da fratura. Em especial, muito próximo à região da fratura do CP03, é notável o surgimento de bandas de deformação mais estriadas que em comparação CP04.

O favorecimento da ductilidade é influenciado pelo aumento da temperatura devido à ativação do deslocamento dos planos não basais. Os CP05 (e) e CP06(f) são as amostras que possuíam as fraturas de aspecto mais frágil, sendo que o CP05 possuía a fratura mais frágil de todas, devido os parâmetros do ensaio (150°C e 500mm/min). Isso dá-se porque não ocorreu a ativação do escorregamento dos

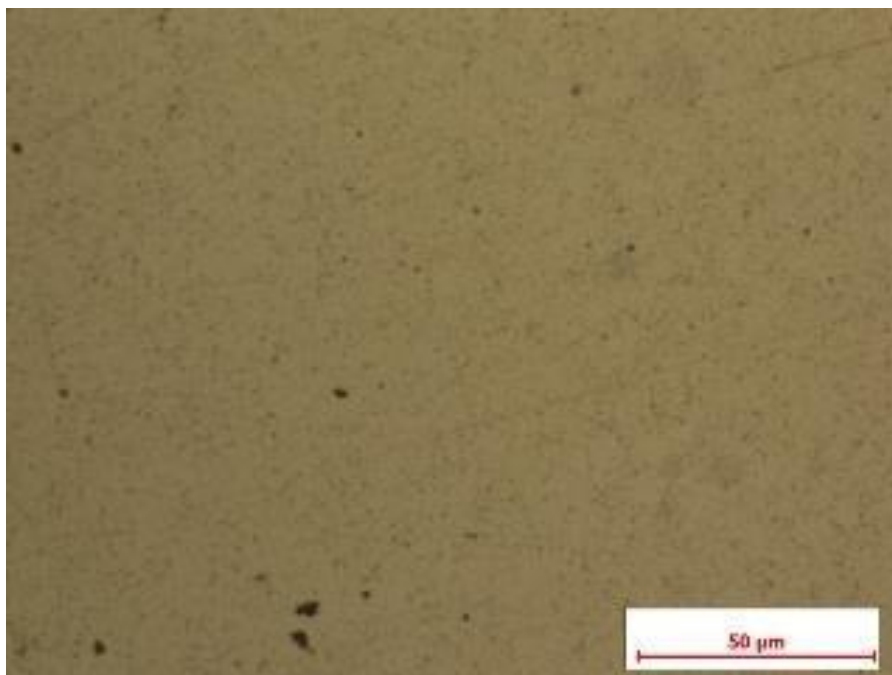
planos cristalinos pela baixa temperatura e também não houve uma total recristalização e recuperação dinâmica devido à velocidade de deformação.

5.2.2 Microscopia óptica

Como é possível ver pelas imagens por microscopia óptica das Figura 22 a Figura 27, nenhum dos CP teve sua microestrutura suficientemente revelada para a identificação visual de fases. Em estudos anteriores, denota-se que ligas de Mg podem ser atacadas por solução aquosa de HF 10% de 1-2s [21]. Outra opção seria o ataque por 5s utilização uma solução de ácido acético (15mL), ácido nítrico (5mL), etanol (60mL) e água (20mL) [30]. Ou até mesmo utilizar ataque em duas etapas como é mostrado por GABBARDO, em que a pré solução de ataque é uma solução de 10% H₃PO₄ aquecida a 50°C com imersão de 2 a 10min e sendo a solução de ataque B um solução de Weck para colorização colorização (1g NaOH e 4g KmnO₄ em 100mL de água) [31]. No entanto, neste presente estudo, as amostras foram banhadas por 20s em solução de HF 10% e ainda assim não se obteve resultados significativos de revelação da suamicroestrutura. Outras soluções também foram testadas na busca de melhorar os resultados obtidos, porém esses resultados também não foram significativos. A composição das demais soluções assim como seus respectivos ataques podem ser encontradas no Apêndice A, no fim deste trabalho.

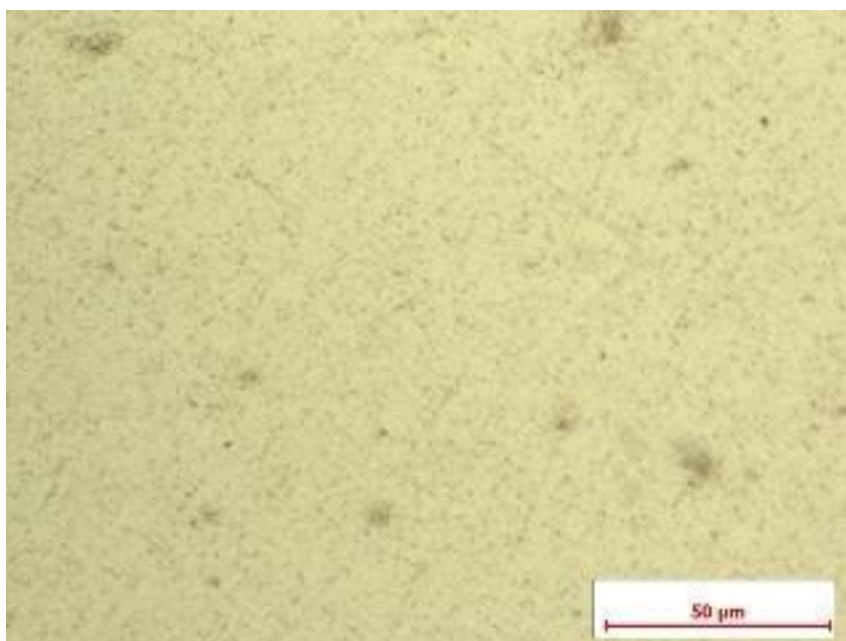
Após essas tentativas, atacou-se todas as amostras com a solução de HF e água de 1 a 20 segundos na busca por uma melhor revelação da textura da amostra e também para uma avaliação de caráter comparativo entre as superfícies. As imagens da Figura 22 até a Figura 27 mostram que a solução utilizada não revelou os contornos de grão em até 20s imersão. Portanto, não foi possível determinar o tamanho médio do contorno de grão, assim como não foi possível ver a evolução dos contornos para cada condição.

Figura 22. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP01.



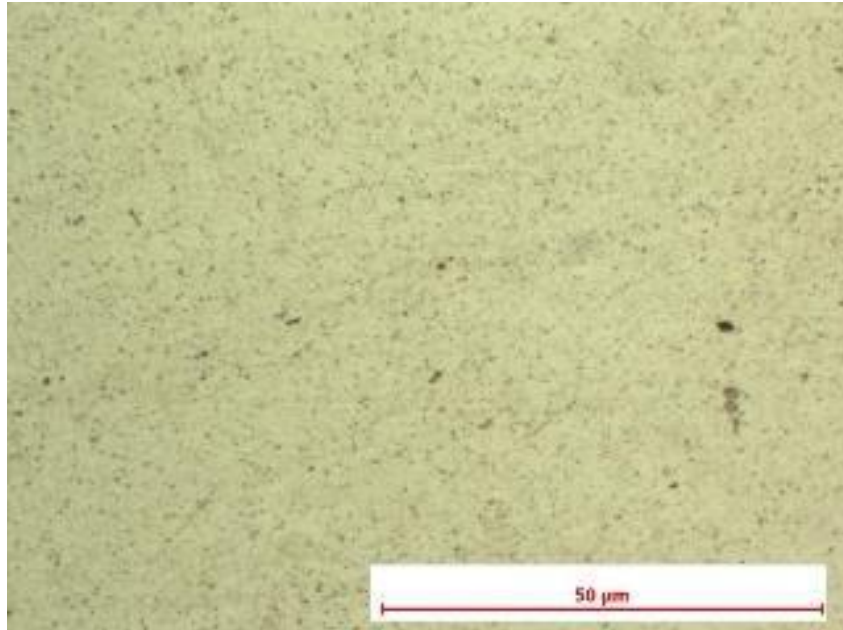
Fonte: Autoria própria.

Figura 23. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP02.



Fonte: Autoria própria.

Figura 22. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP01.



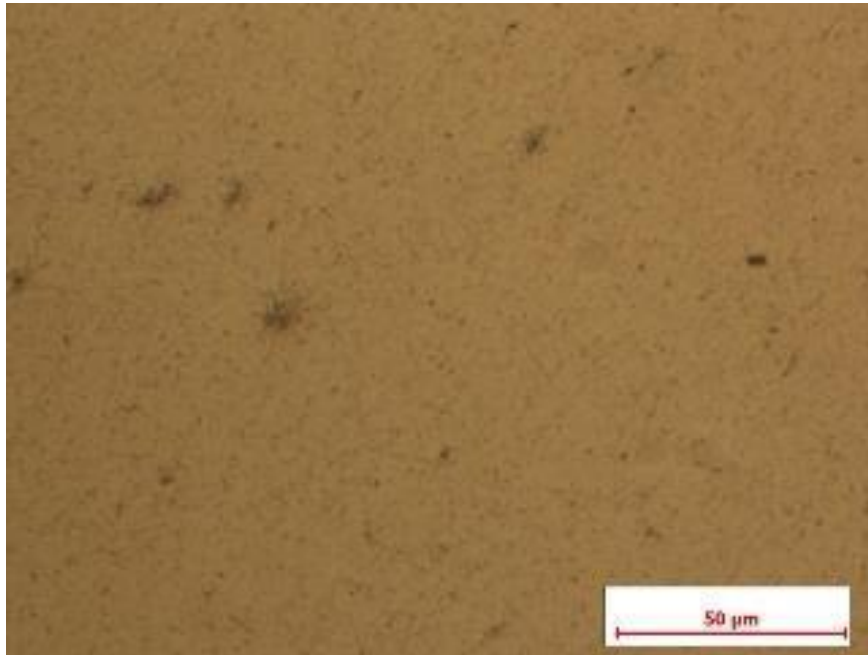
Fonte: Autoria própria

Figura 25. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP04.



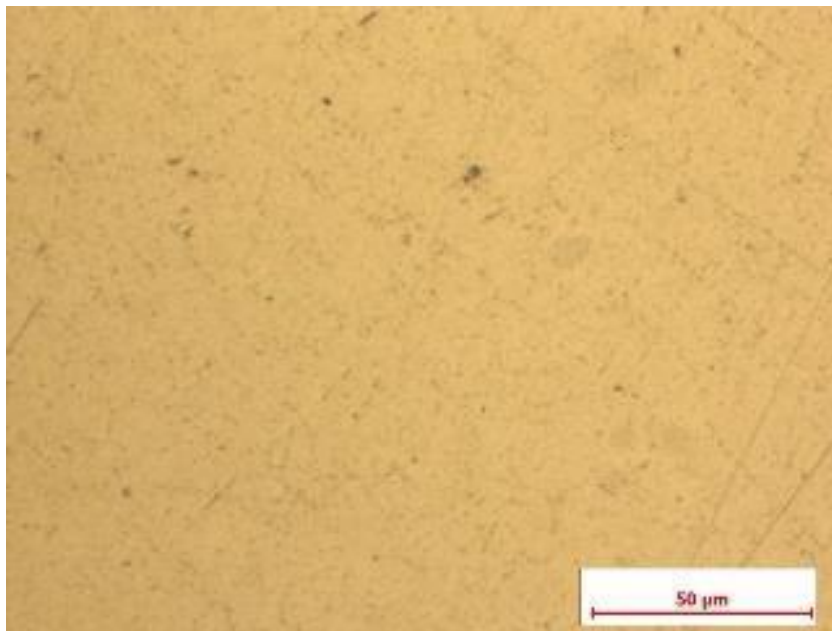
Fonte: Autoria própria.

Figura 22. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP01.



Fonte: Autoria própria.

Figura 27. Ataque com solução de HF por 20s 500x CP06.

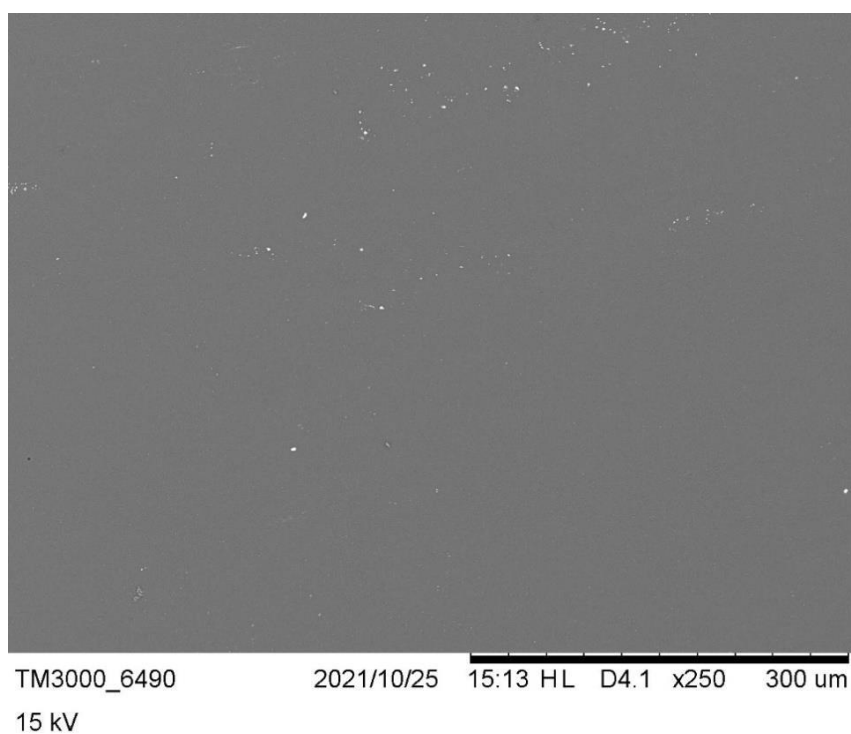


Fonte: Autoria própria.

5.2.3 Microscopia eletrônica de varredura

A Figura 28 representa a imagem de MEV da amostra denominada branco. Ela serviu como referência para as demais condições do ensaio.

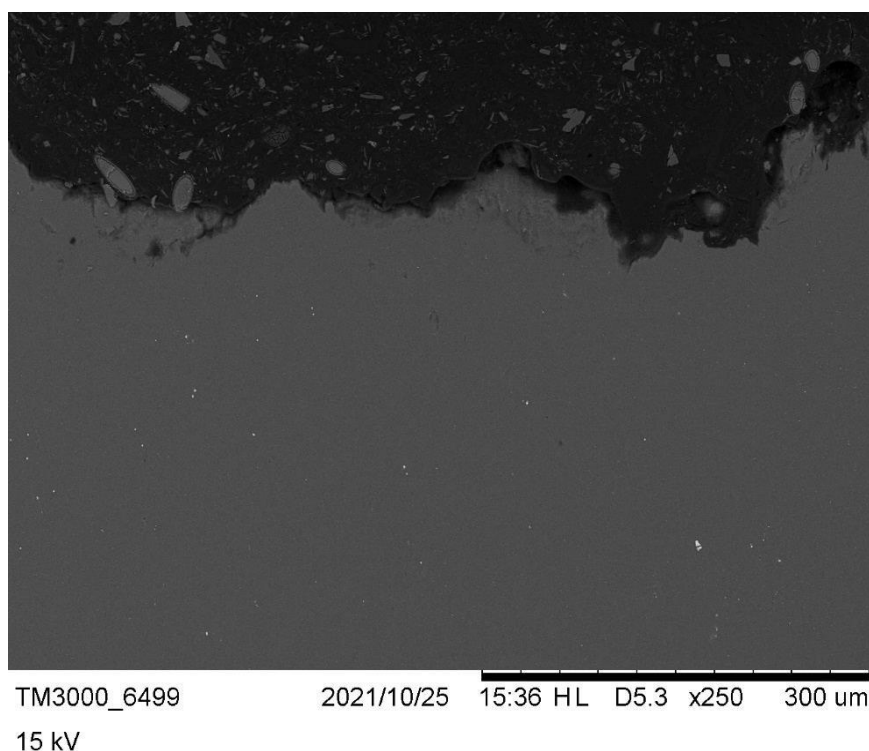
Figura 28. Análise de MEV amostra branco, aumento de 250x.



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 29, pode-se ver que os deslizamentos dos planos ocorrem na faixa bem próxima à região da fratura. Nesse tipo de deslizamento, que ocorre em temperaturas mais altas, a anisotropia plástica diminui devido ao não deslocamento dos planos basais, o que favorece a ductilidade da liga [24].

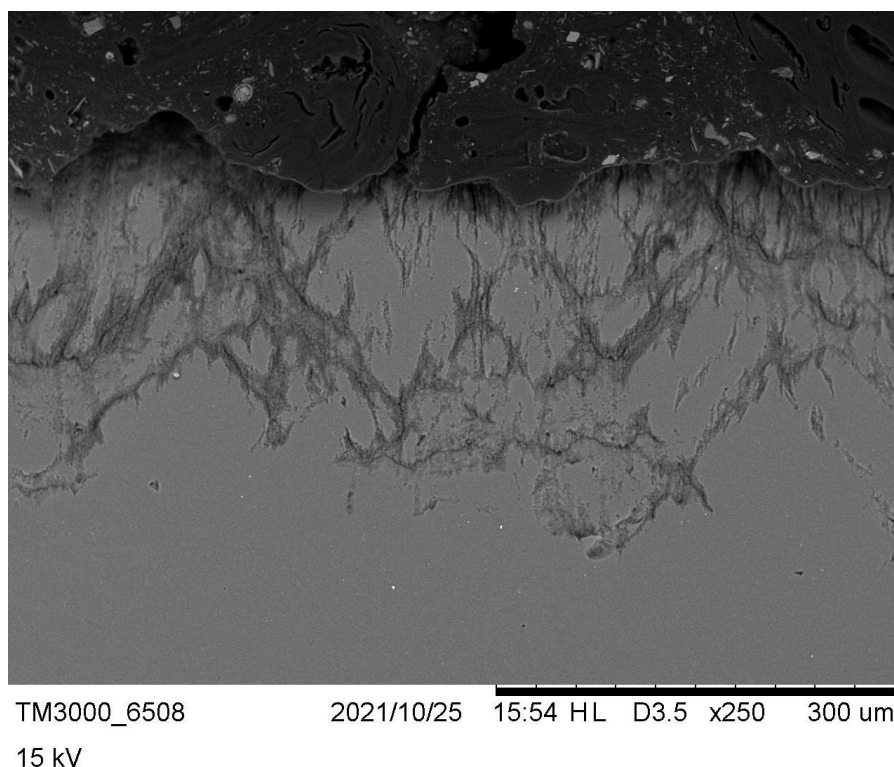
Figura 29. Análise de MEV CP01, tracionado a 250°C e 500mm/min aumento de 250x.



Fonte: Autoria própria.

Da mesma forma, pode-se ver que o efeito do encruamento é menor em velocidades de deformação menores [20], como ocorre com o CP02 quando comparado com o CP01. Isso porque ao se aplicar uma tensão sobre o material para que ocorra a deformação plástica, solicita-se os deslizamentos dos planos cristalinos e a formação de maclas [22].

Figura 30. Análise de MEV CP02, tracionado a 250°C e 347mm/min aumento de 250x.

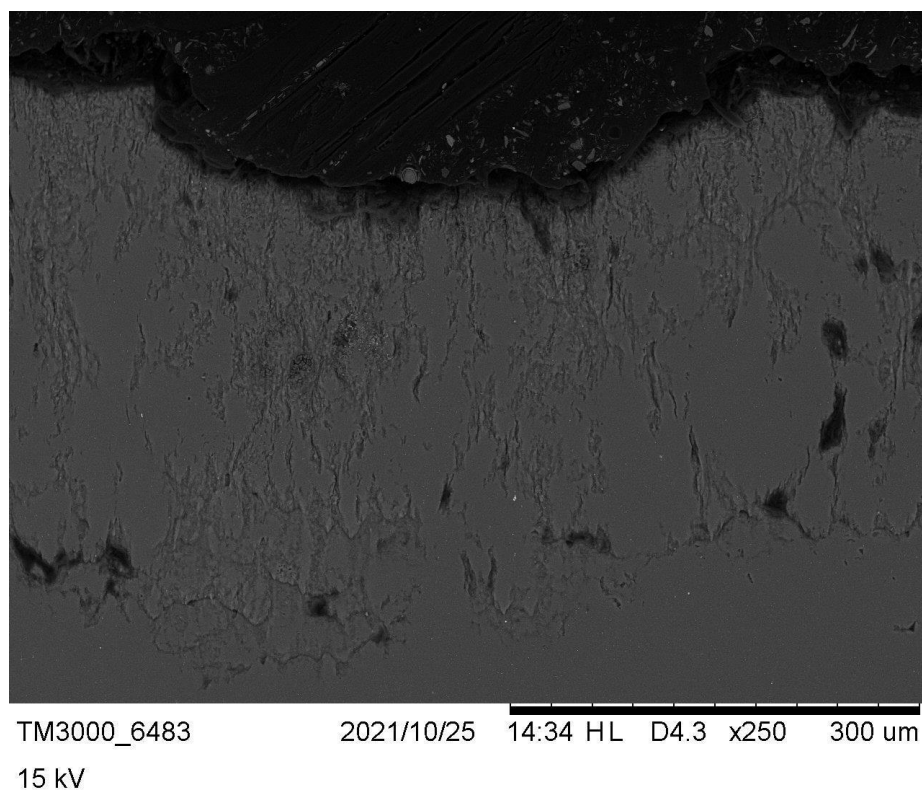


Fonte: Autoria própria.

A resistência ao escoamento é diretamente proporcional à velocidade de deformação. Assim, a resistência à deformação diminui com a diminuição da velocidade de deformação, fenômeno que, quando aliado a altas temperaturas, possibilita a ação da recristalização dinâmica e a ativação do escorregamento de planos não basais.

Já a fratura do CP03, representada na Figura 31, possui um caráter menos dúctil do que em relação à fratura do CP02, mostrado na Figura 30. Isso decorre da diminuição da temperatura, que ocasiona menor difusão atômica. Percebe-se um estiramento dos grãos na região bem próxima à fratura, enquanto que na direção contrária a esta, é possível identificar contornos de grãos com aspecto menos deformado.

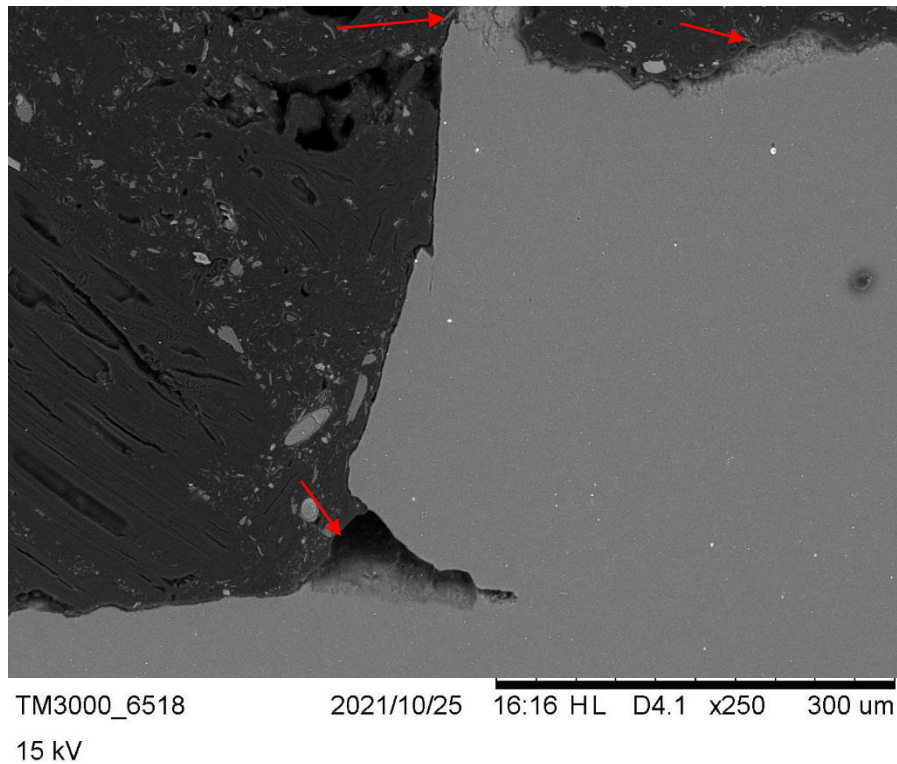
Figura 31. Análise de MEV CP03, tracionado a 200°C e 500mm/min aumento de 250x.



Fonte: Autoria própria.

Como observado na comparação entre os CP01 e CP02, com a diminuição na velocidade de deformação, diminui-se também o aspecto frágil da fratura. Devido a isto, a imagem da região central da fratura do CP04, mostrada na Figura 32, apresenta pontos de escoamento, que foram destacados, utilizando-se setas vermelhas adicionadas à imagem. Porém, não se pode observar com maior clareza o escorregamento progressivo dos planos na Figura 32, pois a face interna que apresentava esse mecanismo de deformação está embutida para dentro do baquelite.

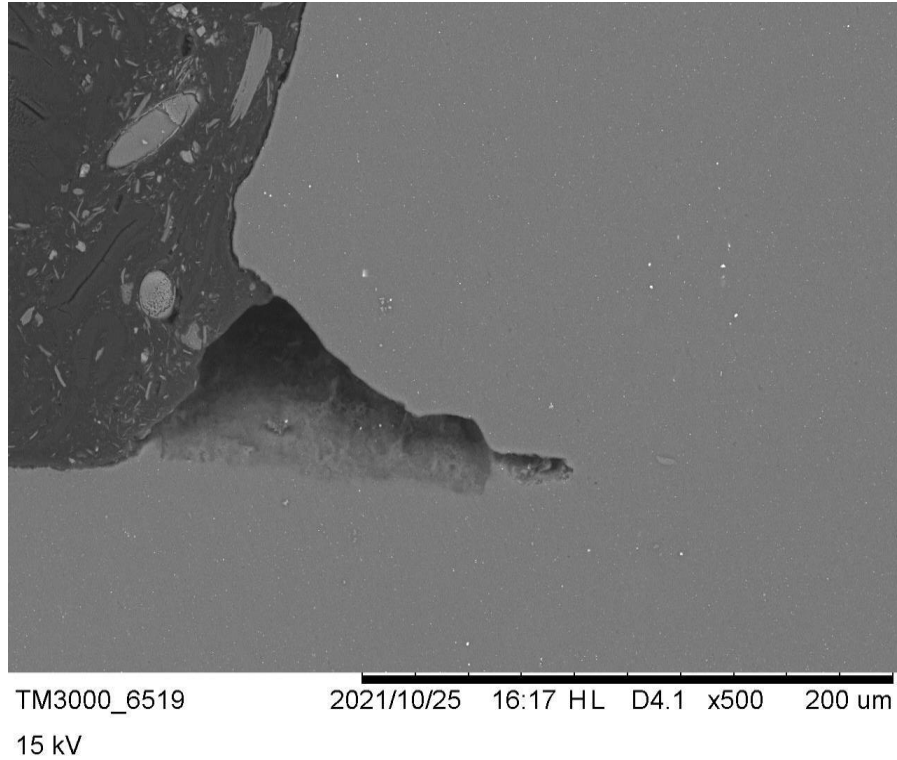
Figura 32. Análise de MEV CP04, tracionado a 200°C e 347mm/min aumento de 250x.



Fonte: Autoria própria.

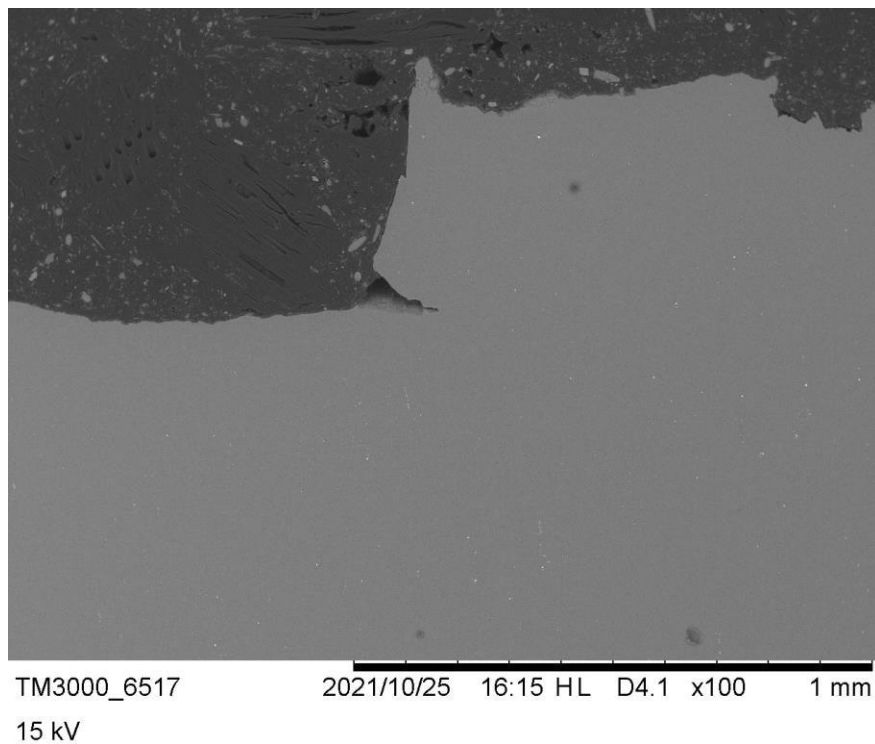
Para facilitar a percepção destes mecanismos, obteve-se as imagens que vão da Figura 33 até a Figura 35, que são ampliações da mesma região de fratura que a Figura 32 apresenta, porém em outros níveis de magnificação.

Figura 33. Análise de MEV CP04, região central da fratura, aumento de 500x.



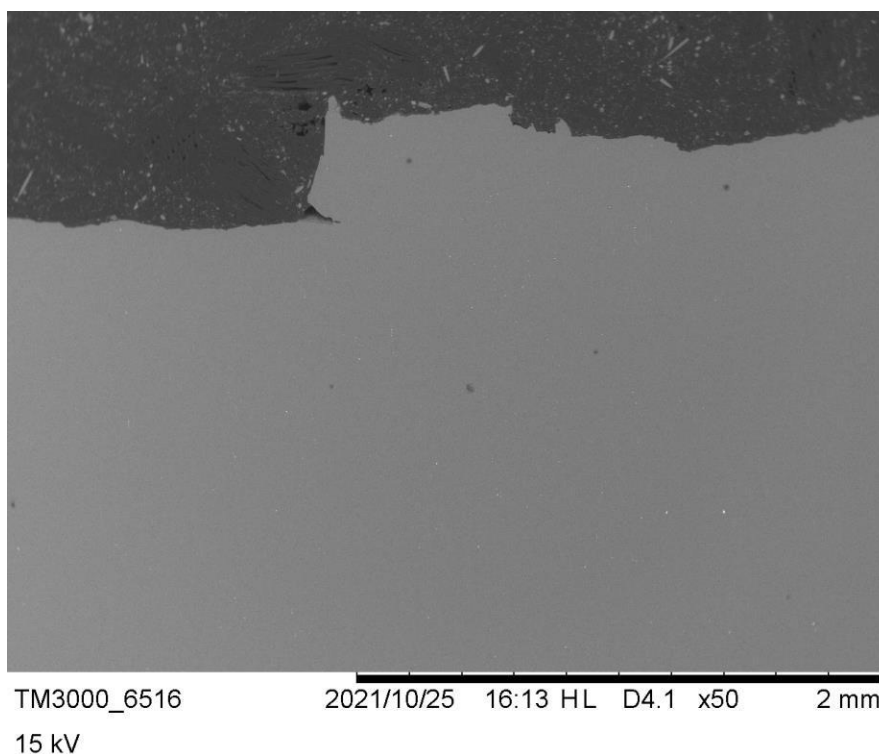
Fonte: Autoria própria.

Figura 34. Análise de MEV CP04, região central da fratura, aumento de 100x.



Fonte: Autoria própria.

Figura 35. Análise de MEV CP04, região central da fratura, aumento de 50x.



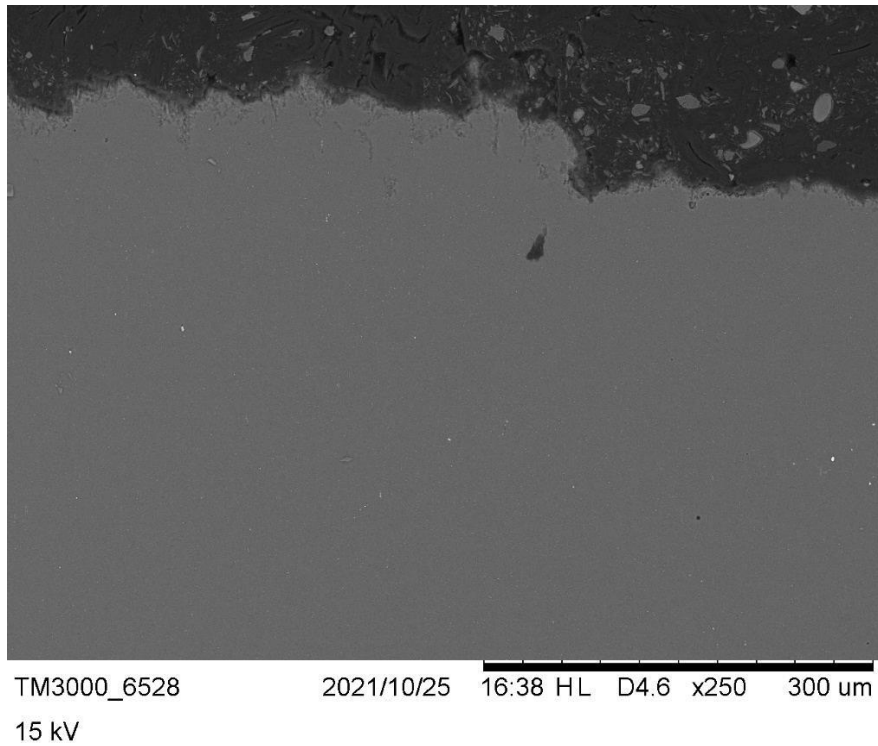
Fonte: Autoria própria.

Com a diminuição da temperatura para o ensaio de tração dos CP05 e CP06, representados respectivamente na Figura 33 e na Figura 34, observa-se que a fratura torna-se mais frágil, percebendo-se assim, mais uma vez, a influência da temperatura no rearranjo das discordâncias.

Esta influência da temperatura é mais evidente para o CP05 do que para o CP04, por utilizar-se para o primeiro uma velocidade de deformação maior, sendo esse um dos fatores que dificulta a recristalização dinâmica. Nessa fratura, percebe-se que para certas condições, o material se deforma muito menos do que as para demais condições.

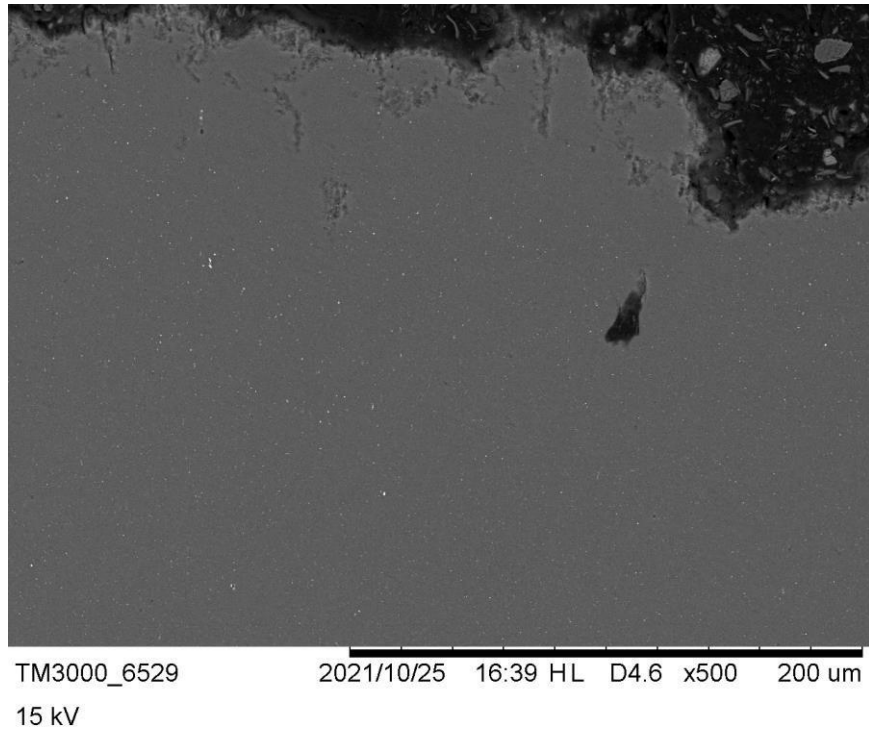
Novamente, a interface que melhor representa o comportamento do deslizamento dos planos de deformação estava embutida para dentro do baquelite. Da Figura 38 a Figura 41, estão representadas as regiões centrais de deformação das amostras com ampliação de 250x e 500x.

Figura 36. Análise de MEV CP05, tracionado a 150°C e 500mm/min aumento de 250x.



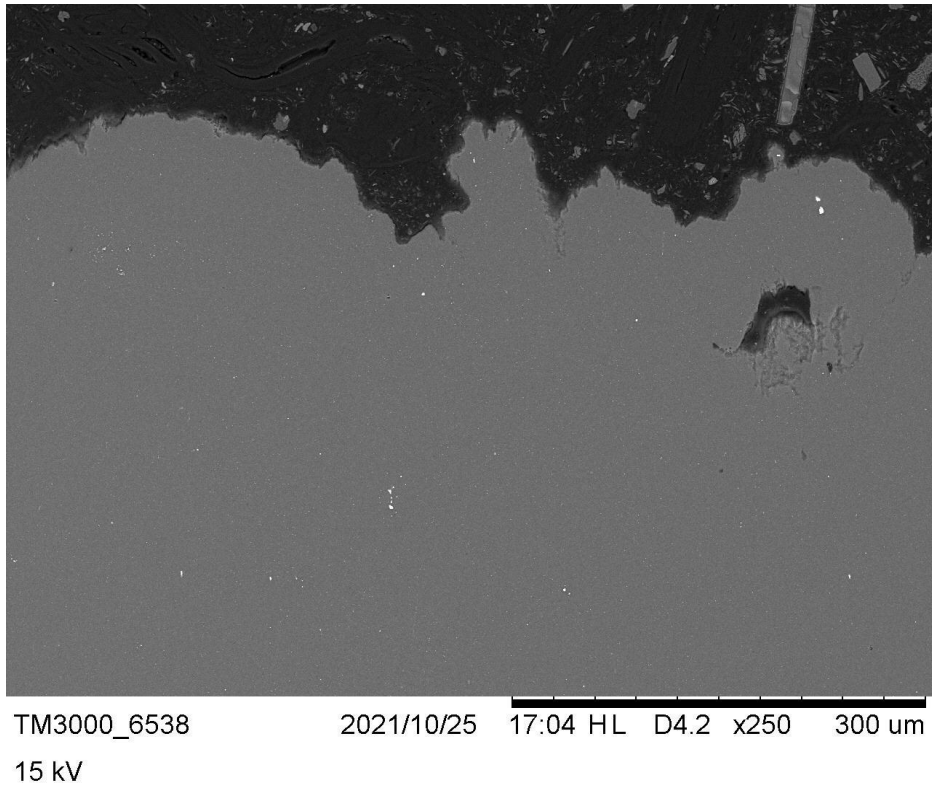
Fonte: Autoria própria.

Figura 37. Análise de MEV CP05, região central da fratura, aumento de 500x.



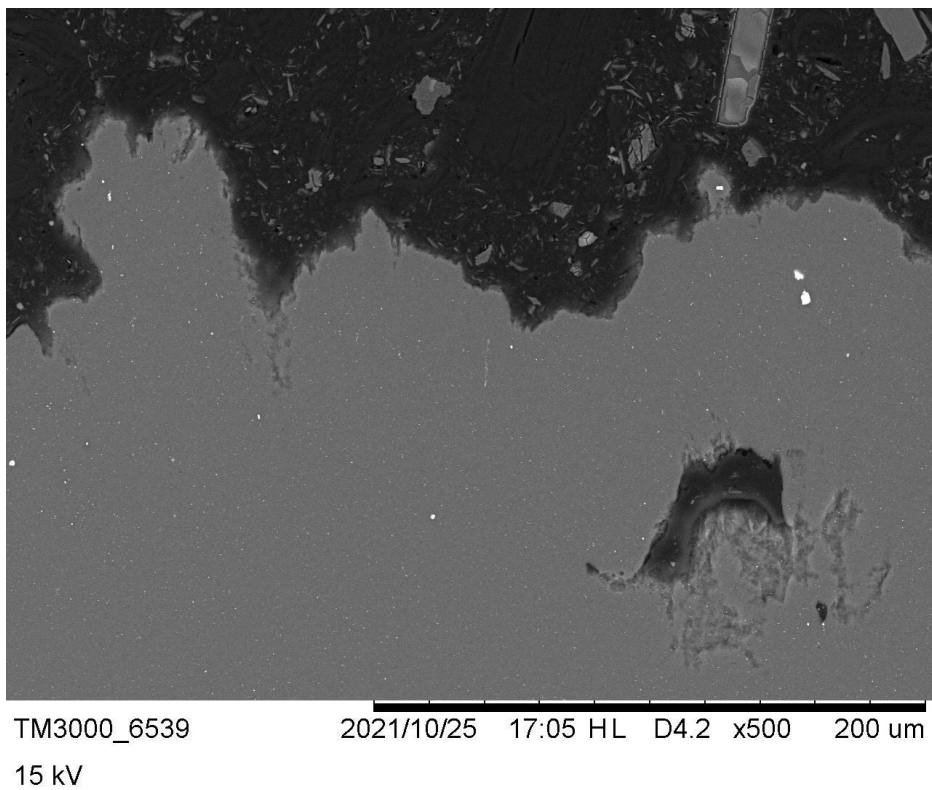
Fonte: Autoria própria.

Figura 38. Análise de MEV CP06, tracionado a 150°C e 347mm/min aumento de 250x.



Fonte: Autoria própria.

Figura 39. Análise de MEV CP07, região central da fratura, aumento de 500x.

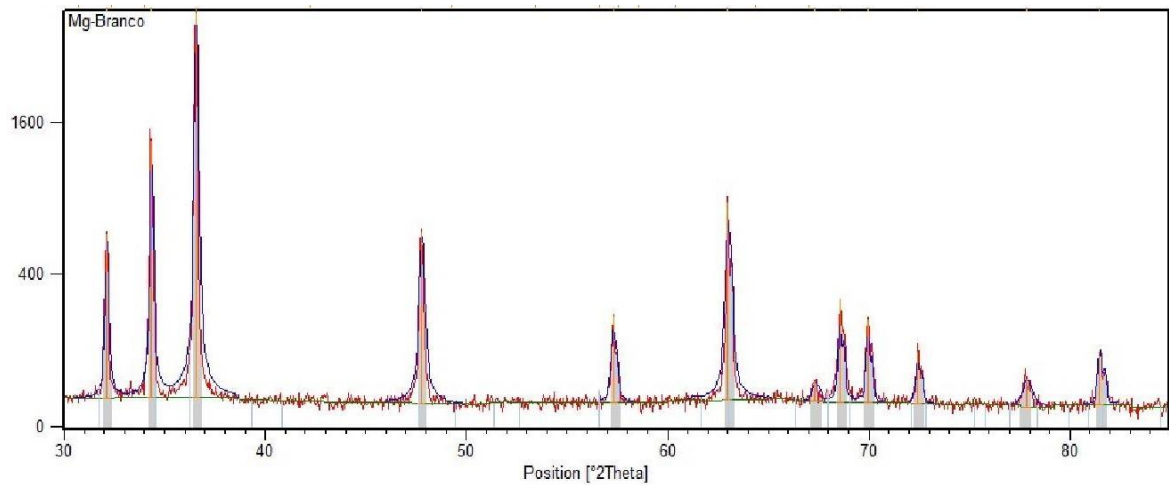


Fonte: Autoria própria.

5.2.4 Difração de raios x

A análise de difração de raios x objetivava identificar a formação da segunda fase na matriz da amostra. Porém, o limiar de detecção de elementos da análise é de no mínimo 5% do elemento a ser identificado em peso, sendo que a liga ZE10A apresenta no máximo 1,92% em peso na sua composição dos elementos de liga Zn, Zr e Nd; sendo assim, não foi possível identificar a formação da segunda fase utilizando-se este método e análise. A Figura 40 representa o difratograma da amostra tida como referencial (chamada de “BRANCO”).

Figura 40. Análise de DRX da amostra BRANCO.



Fonte: Autoria própria.

6 CONCLUSÕES

A fim de estudar o comportamento termomecânico da deformabilidade da liga de magnésio ZE10A, utilizou-se ensaio de tração sob aquecimento na máquina Shimadzu AG-X 250kN. A tentativa de caracterização microestrutural das amostras deformadas foi realizada por metalografia e a identificação de suas fases por difração de raios x, enquanto as deformações microestruturais foram evidenciadas utilizando-se microscopia eletrônica de varredura.

Ao analisar-se as curvas de escoamento observou-se o comportamento conforme descrito na literatura, como era esperado. A literatura aponta que a tensão de escoamento é reduzida por influência do aumento da temperatura, enquanto essa mesma tensão aumenta com o aumento da velocidade de deformação. O que nos leva a concluir que a melhor condição para que a deformação dúctil possível é a 347mm/min e 250°C.

Com relação ao deslizamento de planos cristalinos e variações na ductilidade do material, pode-se afirmar que ocorreram em virtude do aumento da fração de grãos recristalizados dinamicamente, assim como o aumento da tensão de escoamento na condição de maior velocidade de deformação se deve a redução do tempo de conclusão dos mecanismos de deformação.

Quanto aos resultados microestruturais apresentados, testou-se três soluções diferentes, porém nenhuma delas trouxe resultados que fossem significativos para a caracterização da textura da amostra. Dessa forma, não foi possível identificar variação no tamanho dos grãos. Igualmente, não foi possível identificar variações nas fases formadas através de ensaio de raios x devido as porcentagens mínimas em massa de cada fase para a detecção.

7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Para futuros trabalhos de pesquisa com esta mesma liga dá-se as seguintes sugestões:

- Realizar ensaios de tração com outras temperaturas e velocidade de deformação;
- Comparar a deformação dos corpos de prova em 30°, 45° e 90° em relação ao sentido de laminação da chapa;
- Realizar análise microestrutural com outras soluções de ataque, em especial a solução de ácido nítrico (5mL), mais ácido acético (15mL), mais etanol (60mL) e água (20mL) por 5s;
- Realizar ensaio de dobramento com a liga.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1]. COSTA, A. C. M.; CORREIA, D. M. B.; **Magnesita**. <https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/outras-publicacoes-1/6-4-magnesita>. Acesso 22 de setembro de 2021.

[2]. Luo, A.A (2013). Applications: **Fundamentals of magnesium alloy metallurgy**

[3]. ASM METAL HANDBOOK, **Fatigue and Fracture**. V. 19, 1996.

[4]. KLEINER, S.; UGGOWITZER, P., **Mechanical anisotropy of extruded Mg – 6% Al– 1% Zn alloy**. Materials Science and Engineering, v. 379, p-258 – 263, 2004. LETZIG, D. et al., **Wrought magnesium alloys for structural applications** . Materials Science and Technology. v. 24, p-991-996, 2008.

[5]. PEIXOTO, E. M. A., **Revista Química nova na escola – Magnésio**. v. 12, 2000.

[6]. GUPTA, M.; SHARON, N. M. L., **Magnesium, Magnesium Alloys and magnesium Composites**. A John Wiley e Sons, Inc. Hoboken, New Jersey, 2011.

[7]. BUSCH E LEPPER MAG. **A Bel Mag, agregando valor e eficiência ao seu produto**. Em: <https://www.belmag.com.br/pt/about/>. Acesso em: 20 de setembro de 2021.

[8]. HAMZAH, M. Z. H.; AHMAD, R.; ASMAEL, M. B. A.; SHEGGAF, Z. M. (2017). Effects of Rare Earth Neodymium on Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Zn-Zr Alloy. **International Journal of Materials Science and**

Engineering, v.5, n.4, pp. 133-139, December 2018. doi: 10.17706/ijmse.2017.5.4.133-139

[9]. PEKGULERYUZ, M. O.; KAINER, K. U.; KAYA, A. A., **Fundamentals of Magnesium Alloy Metallurgy**. Cambridge, UK: Woodhead, 2013.

[10]. SHARON, N. M. L., GUPTA, M., **Magnesium, magnesium alloys, and Magnesium Composites**. New Jersey: John Wiley & Sons, 2011.

[11]. FRIEDRICH, H. E.; MORDLIKE B.L., **Magnesium Technology: Metallurgy, Design Data, Applications**. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Alemanha, 2006.

[12]. GARCÍA, E. M., **Influence of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Zn based alloys**. Dissertação. Technischen Universität Berlin, Alemanha, 2009.

[13]. J.P. Doan, G. Ansel, **Some Effects of Zirconium on Extrusion Properties of Magnesium base Alloys Containing Zinc**, AIME (1947) 286-305.

[14]. Z. Hildebrand, M. Qian, D.H. StJohn, M.T. Frost, **Influence of Zinc on the Soluble Zirconium Content in Magnesium and the Subsequent Grain Refinement by Zirconium**, Magnesium Technology 2004 (2004) 241-245.

[15]. CARDOSO, K. C. B., **Caracterização Metalúrgica da Liga de Magnésio AZ61 Deformada a Quente**. Orientador: Lírio Schaeffer. 2019. 36f. TCC (Graduação) - Engenharia Metalúrgica, Departamento de Metalurgia, UFRGS, 2019. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/199882>. Acesso em 27 set. 2021.

[16] CALLISTER, W. D. C., RETHWISCH, D.G., **Ciência e Engenharia de Materiais**, 8ªed, LTC, 2012

[17] SOUZA, A. L., **Estudo da tensão média de escoamento de aços laminados em tiras a quente**. Dissertação. Universidade Federal de Minas Gerais, 2010.

[18] SICILIANO, F. J., **Recuperação e Recristalização Durante a Deformação a Quente**.

[19] RODRIGUES, J.; MARTINS, P., **Tecnologia Mecânica: Tecnologia da deformação Plástica. (Vol. I)**. Lisboa, Portugal, 2010.

[20] ZHANG, K.; ZHENG, J.H.; SHAO, Z.; PRUNCU, C.; TURSKI, M.; GUERINI, C.; JIANG, J. **Experimental Investigation of The Viscoplastic Behaviours and Microstructure Evolutions of AZ31B and Elektron 717 Mg – Alloys**. *Materials and Design*, 184 (2019).

[21] O. El Fakir, **Numerical Study of the Solution Heat Treatment, Forming, and In-Dia Quenching (HFQ) process on AA575**, *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 87 (2014).

[22] ARAUJO, A., F., R., **Estampabilidade a Quente de Chapa Espessa da Liga de Magnésio AZ31**. Dissertação. Universidade Estadual de Campinas, 2017.

[23] VOORT, G. V., *Metallography of Magnesium and Its Alloys*. Tech Notes. v.4, Issue 2. 2015.

[24] CATORCENO, L., L., C., **Estudo do Encruamento, Recristalização e Crescimento de Grão em Chapa da Liga de Magnésio AZ31B (Mg-3% Al-1% Zn-0,3%Mn)**. São Paulo, 2013.

[25] OGAWA, N.; SHIOMI, M.; OSAKADA, K., **Forming limit of magnesium alloy at elevated temperatures for precision forging**. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*. v. 42, pg-607–614, 2002.

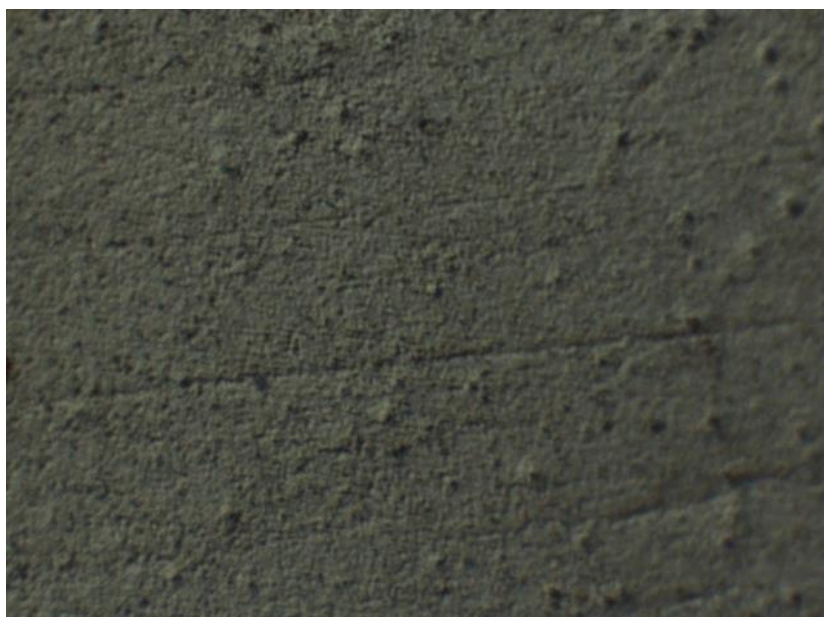
- [26] LIMA, D. R. S. et al., **Influência do número de etapas de conformação na evolução microestrutural e nas propriedades mecânicas da liga Mg AZ61 forjada**. Anais da 15 Conferência Internacional de Forjamento. Porto Alegre, 2011.
- [27] KAINER, K. U., **Magnesium – Alloys and Technologies**. Willey-VCH, Alemanha, 2003.
- [28] PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr. F., **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. ed. ABM Livros, p.13-161, 2005.
- [29] SHAEFFER, L., **Manufatura por Conformação Mecânica**. Porto Alegre, Imprensa Livre, 2016.
- [30] Michael P. Brady, **Temporal Evolution of Corrosion Film Nano-Porosity and Magnesium Alloy Hydrogen Penetration in NaCl Solution**. Et al 2020 J. Electrochemical Soc. 167 131513
- [31] GABBARDO, A., WANG, X., HUGGINS, A., FRANKEL, G.; **Mechanism of Etching of Al-4.5Mg-1.0Mn Alloy**. Microscopy and Microanalysis, 2018.

Apêndice

Lista de soluções e tempo de ataque

Solução	1ª Tentativa	2ª Tentativa
Ácido acético (10mL) + Etanol 96% (150mL) + 4,6g ácido pícrico	15 s	20 s
HNO ₃ (1mL) + H ₂ O (24mL) + Etileno glicol (75mL)	15 s	20 s
HF (10mL) + H ₂ O (90mL)	15 s	20 s

Solução de ácido acético, CP BRANCO ataque por 15s.



Fonte: Autoria própria.

Solução de ácido acético, CP BRANCO ataque por 20s.



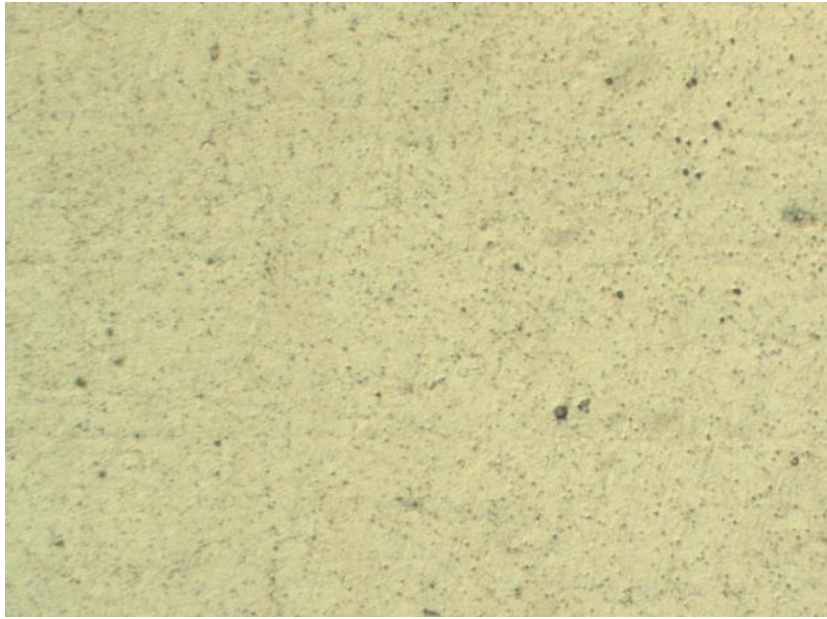
Fonte: Autoria própria.

Solução de glicerol, CP BRANCO ataque por 15s.



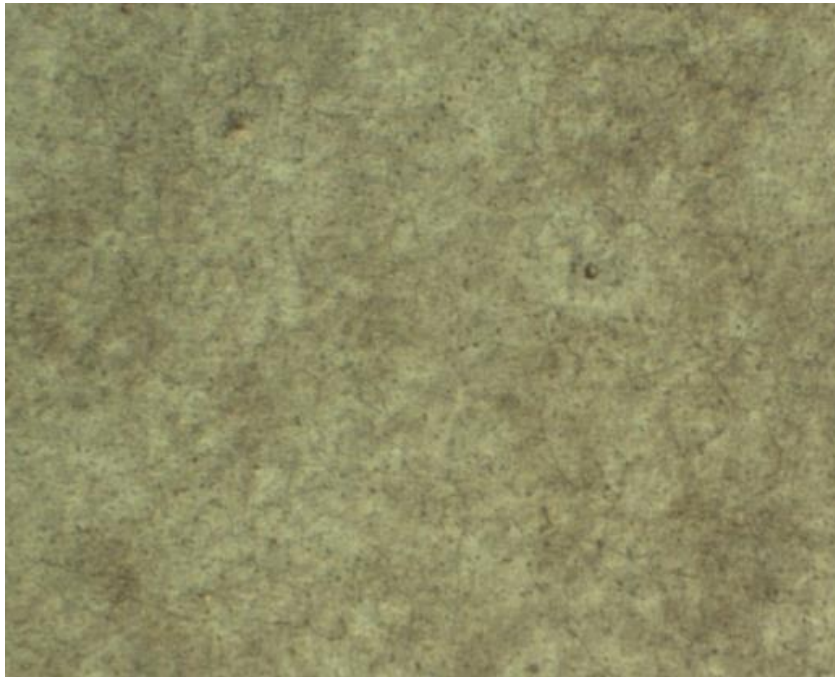
Fonte: Autoria própria.

Solução de glicerol CP BRANCO, ataque por 20s.



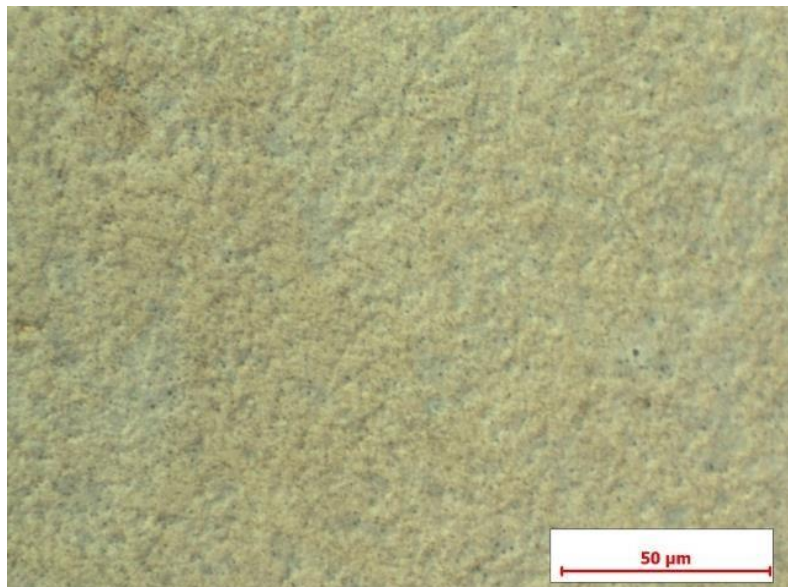
Fonte: Autoria própria.

Solução de glicerol CP BRANCO, ataque por 15s.



Fonte: Autoria própria.

Solução de glicerol CP branco, ataque por 20s.



Fonte: Autoria própria.