

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS  
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

MODIFICAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA DE MAGNÉSIO AZ31 POR  
FRICÇÃO E MISTURA A ALTAS VELOCIDADES

Gustavo Trindade Valio

São Carlos  
2015



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS  
E ENGENHARIA DE MATERIAIS**

MODIFICAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA DE MAGNÉSIO AZ31 POR  
FRICÇÃO E MISTURA A ALTAS VELOCIDADES

Gustavo Trindade Valio

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e  
Engenharia de Materiais como requisito  
parcial à obtenção do título de MESTRE EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Nelson Guedes de Alcântara

Agência financiadora: CNPq

São Carlos

2015

Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da Biblioteca Comunitária UFSCar  
Processamento Técnico  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

V173m Valio, Gustavo Trindade  
Modificação microestrutural da liga de magnésio  
AZ31 por fricção e mistura a altas velocidades /  
Gustavo Trindade Valio. -- São Carlos : UFSCar, 2016.  
61 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de  
São Carlos, 2015.

1. Processamento por fricção e mistura. 2. FSP. 3.  
Magnésio. 4. Evolução microestrutural. 5. Fluxo de  
material. I. Título.

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho a toda a minha família e amigos em especial a minha avó Maria Dominga Trindade, aos meus pais Paulo H. Marino Valio e Joana D'arc Trindade Valio e minhas irmãs Camila T. Valio e Carla T. Valio.

## **VITAE DO CANDIDATO**

Bacharel em Engenharia de Materiais nas ênfases de Metais, Polímeros e Cerâmicas pela Universidade Federal de São Carlos – UFSCar (2013).





UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

Folha de Aprovação

---

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Gustavo Trindade Valio, realizada em 03/07/2015:

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini  
UFSCar

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi  
UFSCar

Prof. Dr. Waldemar Wladimir Bose Filho  
USP



## AGRADECIMENTO

Aos meus pais Paulo e Joana por serem meu porto seguro e sempre terem se dedicado ao máximo para que eu alcançasse meus sonhos.

Às minhas irmãs Camila e Carla por toda a força e ensinamentos em momentos difíceis.

À minha família, pela dedicação, apoio e incentivo em todas as etapas da minha vida.

Ao professor Nelson Guedes de Alcântara, pela orientação e oportunidades profissionais.

Aos professores Paulo Sérgio C. P. da Silva e Claudemiro Bolfarini e pesquisador Leon Leander Hütsch, pela paciência, ensinamentos e contribuições técnicas.

À banca examinadora, pela contribuição com seus conhecimentos e críticas construtivas.

Aos a todos os professores que me capacitaram muito mais que tecnicamente.

A todos os colegas da HZG, CCDM, LabSol e da graduação pela contribuição direta e indireta na minha vida profissional e pessoal.

Aos meus amigos de Ribeirão, São Carlos e Pastela, em especial a Gabriela, Pedro, Murilo, Fá, Stall, Van e Luiza pelo companheirismo, paciência e suporte durante estes felizes anos que passamos e passaremos juntos.



## RESUMO

Com o atual crescimento do consumo de combustíveis fósseis, existe uma grande preocupação com o aumento de emissões de gases poluentes. Para redução dessas emissões, pesquisas apontam que a diminuição do peso de veículos pode ser uma das soluções para reduzir as emissões de gases poluentes pelo aumento da eficiência energética. Uma forma possível de diminuir o peso de automóveis é pela substituição de partes que utilizam metais com alta densidade por ligas de Magnésio. O grande problema desta substituição é a falta de ductilidade que este material possui a temperatura ambiente, sendo necessário aquecer as chapas antes da conformação. Atualmente este processo de aquecimento gera um alto custo de produção dificultando sua utilização na indústria automotiva. Tendo em vista este problema, o presente trabalho tem como objetivo entender esta dificuldade na conformação a temperatura ambiente e propor uma solução utilizando uma técnica de modificação microestrutural localizada nas regiões de conformação. Esta técnica é o Processamento por Fricção e Mistura (FSP – *Friction Stir Processing*) à altas velocidades. Este processamento é semelhante ao de Soldagem por Fricção e Mistura (FSW – *Friction Stir Welding*), mas sem a formação de uma região de união entre materiais. O FSP é apenas uma modificação microestrutural localizada. As análises realizadas neste estudo após o processamento à 1, 7 e 10m/min apontam que a microestrutura e as propriedades mecânicas sofrem variações diferentes a cada velocidade de processamento. Os resultados mostraram que o material obteve uma melhoria na ductilidade à temperatura ambiente devido à diminuição do tamanho de grão.

**Palavras chave:** Processamento por Fricção e Mistura, FSP, Magnésio, evolução microestrutural, fluxo de material e ductilidade.



## MICROSTRUCTURE MODIFICATION BY HIGH SPEED FRICTION STIR PROCESSING OF MAGNESIUM AZ31 ALLOY

### ABSTRACT

Due to the current growth in the fossil fuels consumption, there is a great concern about the increase in pollutant emissions. In order to reduce these emissions, research indicates that the decrease in vehicle weight can be one of the solutions to reduce these gas emissions. One possible way to reduce the car weight is the replacement of parts that uses high density metals by Magnesium alloys. The major problem with this replacement is the lack of ductility that this material has at room temperature, being necessary to heat the plates before the conformation. This heating process has a high production costs and it is unfeasible to use in the automotive industry today. In view of this problem, this work aims to study this lack of conformity to room temperature using a microstructure modification technique located in the regions of conformation. The technic used was Friction Stir Processing (FSP) at high speed. This processing is similar to Friction Stir Welding (FSW), but without joining materials. The FSP is just a localized microstructural modification. The analysis performed in this study after processing at 1, 7 and 10 m/min show that the microstructure and mechanical properties undergoes various changes at for every processing speed output different. The results showed that the material after processing improves the ductility at room temperature as grain size decreases.

**Keywords:** Friction Stir Processing, FSP, Magnesium, microstructural evolution, material flow and ductility.



**SUMÁRIO**

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTO .....	iii
RESUMO .....	v
ABSTRACT .....	vii
ÍNDICE DE TABELAS.....	xi
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xiii
1 INTRODUÇÃO .....	1
2 OBJETIVOS .....	7
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	9
3.1 Magnésio e suas ligas.....	9
3.1.1 Metalurgia física do magnésio e suas ligas.....	9
3.1.2 Liga Magnésio-Alumínio-Zinco-(Manganês).....	12
3.1.3 Liga de magnésio AZ31 .....	14
3.2 Processamento por Fricção e Mistura.....	15
3.2.1 Parâmetros de processo e geometria de ferramenta .....	17
3.3 Fluxo de material.....	18
4 MATERIAIS E MÉTODOS .....	21
4.1 Material utilizado .....	21
4.2 Processo de FSP .....	22
4.2.1 Processo de modificação microestrutural.....	23
4.3 <i>Stop action test</i> .....	24
4.4 Caracterização metalúrgica.....	25
4.5 Ensaio de dobramento .....	25
4.6 Ensaio de microdureza Vickers.....	25
4.7 Ensaio de Tração.....	25
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	27
5.1 Caracterização Metalográfica.....	27
5.1.1 Metalografia do Fluxo de Material .....	27
5.1.1.1 Região paralela ao processamento.....	28

5.1.1.2 Região perpendicular ao processamento .....	30
5.1.1.3 Resultados de fluxo de material .....	31
5.2 Tamanho de grão, contornos de grão e textura.....	33
5.2.1 Tamanho de grão .....	34
5.2.2 Contorno de grão.....	36
5.2.3 Textura .....	39
5.3 <i>Stop Action Test</i> .....	42
5.4 Ensaio de Dobramento.....	43
5.5 Ensaio de Microdureza Vickers .....	44
5.6 Ensaio de Tração .....	44
5.7 Comparação de tamanhos de grão .....	52
6 CONCLUSÃO.....	55
7 REFERÊNCIAS .....	57

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1.1 - Principais benefícios do FSP [6]. .....	3
Tabela 3.1 - Composição química nominal das ligas AZ31 [11].....	14
Tabela 4.1 - Parâmetros de processo utilizados. ....	23
Tabela 5.1 - Resultados dos ensaios de tração. ....	45
Tabela 5.2 - Resultados da análise de EDS da amostra utilizada no ensaio de EBSD. ....	51
Tabela 5.3 - Relação dos tamanhos de grão obtidos em diferentes estudos na região da zona de mistura utilizando FSP em ligas de Magnésio AZ31. ....	53



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.1 - Célula cristalina do Magnésio. 1)posições atômicas, 2) plano basal, plano da face e plano principal do [1210] e 3)direções principais. ....	9
Figura 3.2 - Sistemas de escorregamento. 1)Sistema basal, 2)sistema das faces e 3) sistema piramidal.....	11
Figura 3.3 - Diagrama de fases binário da liga Al-Mg [11]. ....	13
Figura 3.4 - Grãos recristalizados de uma chapa da liga AZ31.....	15
Figura 3.5 - Processo FSW 1)rotação da ferramenta, 2) penetração da ferramenta, 3)movimentação da ferramenta e 4) saída da ferramenta [20]. ....	16
Figura 3.6 - Detalhe do processo de FSP. ....	17
Figura 4.1 - Fluxograma da estratégia de experimentos adotada. ....	21
Figura 4.2 - Representação esquemática da chapa utilizada para realização dos ensaios de fluxo de material. ....	22
Figura 4.3 - a) Robô TRICEPT 805/SINUMERIK 840D e b) travamento mecânico das chapas. ....	23
Figura 4.4 - Processo realizado com o pino ao lado do marcador. ....	24
Figura 4.5 - Amostra do “stop action test” a)com a ferramenta inteira e b) apenas com o pino. ....	24
Figura 4.6 - Corpo de prova de tração da amostra processada à 10m/min. ....	26
Figura 5.1 - Esquema representativo da superfície utilizada para análise do fluxo de material. ....	27
Figura 5.2 - Amostra a) à 1m/min e b) à 10m/min lixadas e polidas na parte inferior da chapa. DN – Direção Normal à chapa, DP – Direção de Processamento, DT - Direção transversal ao processamento e LR – Lado de Retrocesso. ....	28
Figura 5.3 - Amostra à 10m/min logo após o processamento. ....	30
Figura 5.4 - Corte na direção transversal ao processamento da amostra à 1m/min. DN – Direção Normal à chapa, DP – Direção de Processamento, DT - Direção Transversal ao processamento, LR – Lado de Retrocesso e LA – Lado de Avanço. ....	31
Figura 5.5 - Resultados de fluxo de material na transversal e paralelo ao processamento à 1m/min. DN – Direção Normal à chapa, DP – Direção de	

Processamento, DT - Direção transvesal ao processamento, LR – Lado de Retrocesso e LA – Lado de avanço.....	33
Figura 5.6 - Resultados por EBSD para medida e distribuição de tamanho de grão. a) Metal base, zona de mistura das amostras processadas à b)1m/min, c)7m/min e d)10m/min.....	35
Figura 5.7 - Resultado por EBSD para contornos de alto e baixo ângulo. a)Material base e zona de mistura das amostras à b)1m/min, c)7m/min e d)10m/min.....	37
Figura 5.8 - Resultado ampliado de EBSD da amostra processada a 1m/min.	38
Figura 5.9 - Figuras de polo invertida e figuras de polo do a)material base e das amostras à b)1m/mm, c)7m/min e d)10m/min. DN – Direção Normal à chapa, DL – Direção de Laminação da chapa, DP – Direção de Processamento e DT - Direção transvesal ao processamento. ....	40
Figura 5.10 - Modificação da textura em relação ao material base. DN – Direção Normal à chapa, DL – Direção de Laminação da chapa, DP – Direção de Processamento, DT - Direção transvesal ao processamento.....	42
Figura 5.11 - Resultado dos ensaios de dobramento. ....	43
Figura 5.12 - Resultados do ensaio de micro Vickers. ....	44
Figura 5.13 - Resultados dos ensaios de tração para o a) material base e b) material processado à 10m/min.....	45
Figura 5.14 - Imagens da fratura por MEV. ....	46
Figura 5.15 - Esquema de ensaio de tração com solda na a)transversal e em b)paralelo à solicitação.....	48
Figura 5.16 - Esquema do ensaio de tração da amostra processada. ....	49
Figura 5.17 - Micrografias da amostra processada a 10m/min utilizada para o ensaio de EBSD por MEV. ....	50
Figura 5.18 - Falta de preenchimento encontrado no corpo de prova de ensaio de tração.....	52

## 1 INTRODUÇÃO

Devido ao alto consumo de combustíveis fósseis, seu custo atual e também os resíduos gerados pela sua combustão tem se tornado uma preocupação crescente. Atualmente existe uma necessidade na diminuição de seu consumo para evitar problemas gerados pelos resíduos gerados (efeito estufa) após sua queima e também os custos de utilização de veículos e aeronaves. Para se alcançar tal objetivo, há atualmente algumas formas para esta diminuição como utilização de energias alternativas (Ex.: solar, tecnologia híbrida, etc.), melhorias de aerodinâmica e motores mais eficientes. Estas alternativas possuem um alto custo, estão em desenvolvimento, porém com uso restrito em curto prazo.

Outra possível alternativa que se mostra no mercado é a redução de peso de partes desses meios de transporte. Esta alternativa possui um melhor custo-benefício, sendo assim, pode ser utilizado imediatamente [1]. Desta forma, a busca por ligas metálicas mais leves é uma alternativa para melhorar a eficiência energética e, conseqüentemente, a diminuição de emissão de gases poluentes e os custos de utilização no setor automobilístico e aeroespacial.

As ligas de Magnésio (Mg) são as ligas estruturais mais leves atualmente no mercado, e se apresentam como a melhor alternativa para esta redução de peso. Nos dias de hoje a utilização destas ligas vem aumentando após sofrer uma queda de produção nos anos de 2008 e 2009. A produção de Magnésio teve o recorde de produção em 2012 chegando a 1,1 milhão de toneladas, sendo suas principais utilizações para injeção de peças para a indústria automobilística, partes estruturais de eletroeletrônicos, equipamentos médicos e como elemento de liga em ligas de Alumínio [2]. Isto está ocorrendo devido à alta demanda da indústria automobilística e aeroespacial por ligas com boas propriedades mecânicas, com baixa densidade e, ao mesmo tempo, sem diminuir a segurança [3]. No entanto, para utilização de chapas de ligas de Magnésio nessas indústrias é necessário que o material seja conformado.

A forma mais comum para conformar estas chapas de ligas de Mg é através de seu aquecimento (em torno de 280°C) e após a homogeneização da

temperatura a chapa é submetida a conformação necessária [4]. Devido a baixa deformabilidade das ligas de Mg à temperatura ambiente, esse processo de aquecimento é imprescindível para a fabricação de partes dos automóveis que utilizam chapas. Porém, este é um processo de produção com elevado custo, demanda energética muito alta e também é um processamento longo.

Uma possível solução para redução de custos de processamento, de consumo de energia e de tempo de processo, como também uma melhora nas propriedades mecânicas das peças é a utilização do Processamento por Fricção e Mistura (FSP *Friction Stir Processing*). Este processo pode ser realizado a temperatura ambiente, a altas velocidades e é um processo que ocorre totalmente no estado sólido.

Os princípios básicos do FSP são os mesmos da Soldagem por Fricção e Mistura (FSW - *Friction Stir Welding*), só que no caso do FSP não ocorre a união de duas chapas. Esta nova técnica utiliza apenas a plastificação do material para modificá-lo microestruturalmente. O processo possui muitos benefícios que estão demonstrados na Tabela 1.1 [6]. Esta tecnologia foi desenvolvida para ser utilizada na indústria aeroespacial, naval e automobilística.

As limitações da técnica estão principalmente relacionadas a adequação dos parâmetros de processamento para que se possua uma região processada livre de defeitos e altamente deformada.

Tabela 1.1 - Principais benefícios do FSP [6].

Vantagens metalúrgicas	Vantagens ambientais	Vantagens energéticas
Processo no estado sólido	Não necessita limpeza de superfície	Diminuição do consumo de energia
Baixa distorção nas peças	Não necessita de usinagem	Possível ser utilizado em aviões, automóveis e navios
Boa estabilidade dimensional e reprodutibilidade	Elimina a necessidade de solventes para desgordurar superfícies	
Sem perda de elemento de liga		
Propriedades metalúrgicas ótimas na área do processo		
Microestrutura refinada		
Ausência de trincas		

O processo foi primeiramente utilizado em ligas de Alumínio [6] para alcançar superplasticidade e desenvolvimentos posteriores levaram a utilização em compósitos metal-cerâmica, reforço de superfície de chapas Alumínio e finalmente em ligas de Magnésio.

As pesquisas relacionadas a esta área são relativas a parâmetros de processo, melhoria nas propriedades mecânicas, de corrosão, tensões residuais, evolução microestrutural e modelamento do processo [6]. Em relação ao último citado há uma procura para o entendimento do fluxo do material submetido à deformação durante o processo. Conhecendo o fluxo de material é possível melhorar os modelos matemáticos para predizer as características do processo utilizando parâmetros pré-estabelecidos como também melhorar a eficiência das ferramentas.

Até o momento o entendimento do fluxo de material não é suficiente para melhoramentos matemáticos e simulação, pois os estudos foram realizados de forma que não é possível compreender se o material gira em

torno da ferramenta ou não [7,8,9]. Outro fator importante é que os estudos realizados foram feitos à baixa velocidade tanto de rotação como também de avanço.

Além do fluxo de material, um importante parâmetro do FSP é a velocidade de avanço. Na área industrial é muito importante obter um processo confiável, com a menor quantidade de operações possível e com alta velocidade. Desta forma, o FSP é muito atraente para se tornar um processo industrial visto que o mesmo possui um número bem reduzido de operações, além de poder alcançar altas velocidades. Até o momento não existem muitos estudos relacionados ao FSP com altas velocidades principalmente envolvendo ligas de Magnésio [10]. Um fator crucial neste processo é entender a relação entre a microestrutura gerada e sua consequência nas propriedades mecânicas que influenciam diretamente na conformação do material.

Sendo assim, o escopo deste trabalho é investigar a evolução microestrutural e as propriedades mecânicas relacionadas a ductilidade. Entender as consequências nas propriedades de conformação de chapas da liga de magnésio AZ31B submetidas ao processo de FSP com diferentes velocidades de avanço, e também como ocorre o fluxo de material deste processo a altas velocidades. Não foram encontradas publicações em relação ao tamanho de grão, propriedades mecânicas e fluxo de material utilizando altas velocidades. Os trabalhos encontrados relacionados ao processamento por FSP ou FSW utilizam baixas velocidades de processamento (entre 30 e 150mm/min) em relação ao presente trabalho e alguns utilizaram algum tipo de resfriamento para diminuir a energia utilizada para o crescimento de grão. Desta forma uma comparação entre as propriedades mecânicas não são plausíveis, pois os materiais foram submetidos a parâmetros de processamento muito diferentes e, portanto, existem grandes diferenças nas microestruturas como densidade de discordâncias e de defeitos pontuais o que impossibilita uma comparação real entre os processamentos. Já em relação à geração de grãos refinados uma comparação pode ser realizada, pois apenas o tamanho de grão será levado em consideração e não serão realizadas comparações

entre parâmetros de processo, energia do processo, deformação aplicada pelo mesmo motivo citado anteriormente.

Este estudo foi realizado dentro de uma parceria técnico-científica internacional, o processamento e parte dos ensaios foram realizados no instituto Helmholtz-Zentrum Geesthacht - HZG, Alemanha, centro de referência mundial em soldagem robotizada no estado sólido.



## **2 OBJETIVOS**

O objetivo principal deste trabalho foi estudar a evolução microestrutural de chapas da liga de Magnésio AZ31B submetidas ao Processamento por Fricção e Mistura (FSP) a altas velocidades.

Como objetivos secundários foram estudados como ocorre o fluxo de material nas mesmas condições de ensaios e algumas propriedades mecânicas. Para isso, foram avaliadas as microestruturas obtidas após o processo com diferentes velocidades de avanço, analisado o fluxo de material dos processamentos com a utilização de marcadores como também realizados ensaios mecânicos de dobramento, dureza e tração.



### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Magnésio e suas ligas

##### 3.1.1 Metalurgia física do magnésio e suas ligas

Magnésio sólido possui célula cristalina do tipo hexagonal compacta, com parâmetros de rede de  $a=3,2030\text{nm}$  e  $c=5,2002\text{nm}$  e relação  $c/a=1,624$ , sendo a mais próxima relação entre os metais que possuem este tipo de empacotamento em comparação a relação feita para o modelo de esferas rígidas ( $c/a=1,633$ ), bem como possui um raio atômico de  $0,320\text{nm}$  e densidade de  $1,740\text{g/cm}^3$ [11,12].

A Figura 3.1 é uma ilustração esquemática da estrutura do Magnésio, planos principais cristalográficos e direções de escorregamento. Como consequência desta estrutura cristalina, essas ligas possuem poucos sistemas de escorregamentos à temperatura ambiente, o que significa que sua conformação é mais difícil do que metais com estrutura dos tipos cubo de corpo centrado e cubo de face centrada à temperatura ambiente.

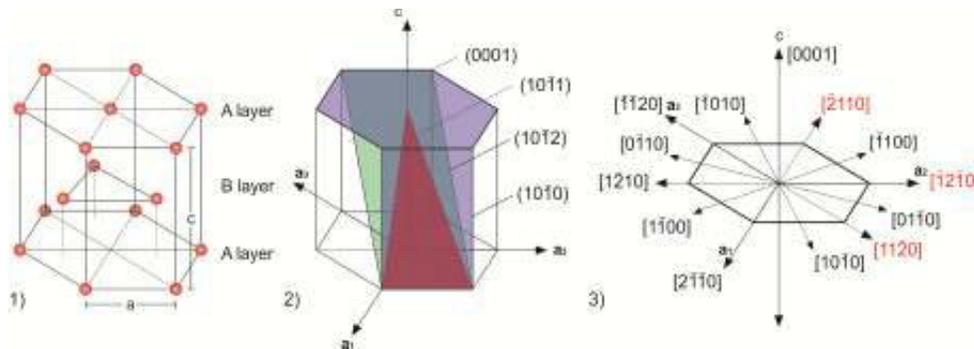


Figura 3.1 - Célula cristalina do Magnésio. 1)posições atômicas, 2) plano basal, plano da face e plano principal do  $[12\bar{1}0]$  e 3)direções principais.

O primeiro sistema de escorregamento a ser ativado é o que possui planos basais  $(0001)$  e direção de maior densidade de átomos  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  destes planos. O segundo sistema é o que possui planos das faces  $(10\bar{1}0)$  e com a mesma direção citada acima. Como apenas seis sistemas de escorregamento são ativados à temperatura ambiente, a plasticidade do cristal é restrita e a deformação não é facilmente alcançada. Desta forma, à

temperatura ambiente, o Magnésio é frágil e possui baixo alongamento antes da fratura [11,13].

O terceiro sistema de escorregamento a ser ativado é o que possui os planos piramidais  $(10\bar{1}1)$  e direção  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . A plasticidade é aumentada significativamente, sendo comparável aos níveis de plasticidade dos cristais cúbicos [14,15]. Para este terceiro sistema de escorregamento ser ativado a temperatura necessita estar acima de 280°C e desta forma o Magnésio possui 12 sistemas de escorregamento como mostra a Figura 3.2.

Outros planos  $(12\bar{2}2)$ ,  $(30\bar{3}4)$ ,  $(11\bar{2}4)$  podem ser ativados [16], mas estes planos não são observados normalmente, esta ativação pode ser explicada pelo alívio de tensões durante a deformação, o que necessariamente evita tensões de cisalhamento para ativar o escorregamento. Estas considerações foram feitas após um ensaio realizado em um monocristal de Magnésio, entretanto uma estrutura policristalina por ser muito mais complexo devido a existência de contornos de grão pode deslizar possibilitando o alívio de tensões.

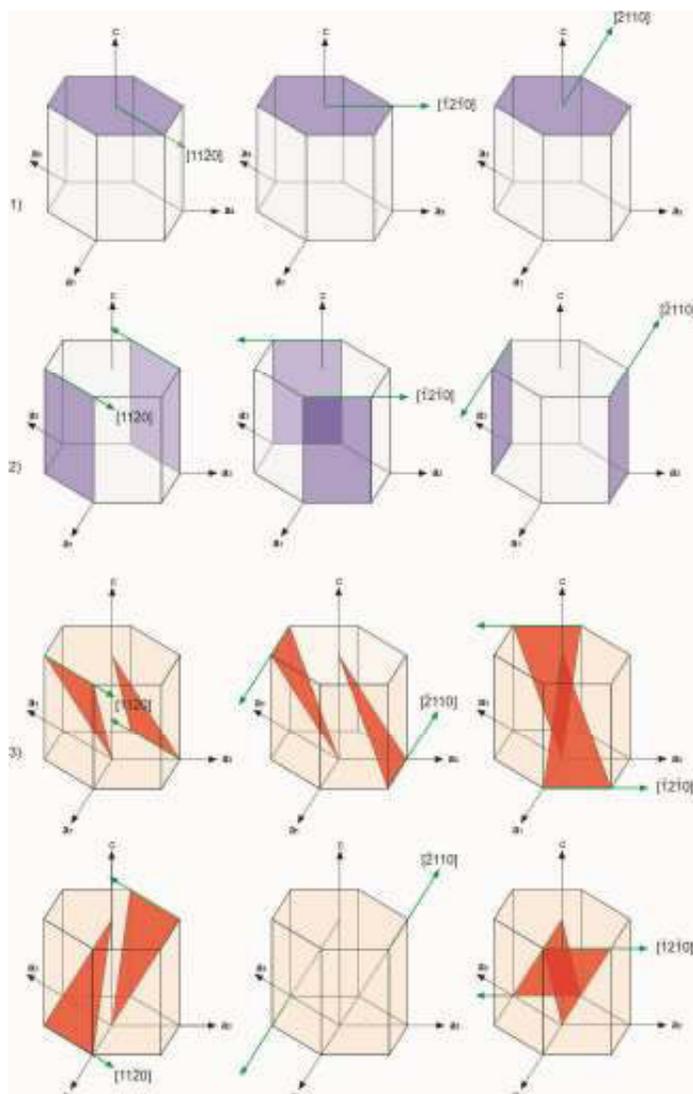


Figura 3.2 - Sistemas de escorregamento. 1) Sistema basal, 2) sistema das faces e 3) sistema piramidal.

A Maclagem também é um fenômeno muito importante na deformação do Magnésio. Quando ocorrem pequenos deslocamentos em regiões próximas à macla o fenômeno ocorre imediatamente, mas este só é possível em regiões limitadas. Em ligas de Mg, maclas possuem geralmente formato lenticular com bordas afiadas, terminando no contorno de grão ou em outra macla e podem ocorrer umas sobre as outras [16].

Não foram encontradas publicações sobre transição frágil-dúctil e também de trabalho a frio em liga de magnésio puro visto que sua recristalização ocorre com baixas deformações. Uma vez que os planos basais

são orientados na direção da aplicação da tensão durante a deformação, as peças deformadas geralmente apresentam textura.

Para utilizações na indústria automobilística, o Mg normalmente é utilizado na forma liga. Devido ao seu tamanho atômico intermediário entre os metais o Magnésio pode ser ligado com um grande número de elementos, apesar de sua solubilidade ser bem restrita para grande parte desses elementos. Os elementos mais comuns para composição de ligas são o Al e o Zn.

O Alumínio é o elemento de liga mais utilizado, sendo empregado para melhorar a resistência mecânica. Este elemento pode induzir o refinamento de grãos em ligas de fundição quando combinado com superaquecimento do banho ou inoculadores de carbono. Uma melhora na fluidez também pode ser observada. Em contrapartida, quando em altas porcentagens o Alumínio forma uma fase intermetálica frágil fazendo com que diminua a ductilidade. Também são observadas tendências para a formação de microporosidades.

O Zinco, o segundo elemento mais utilizado como elemento de liga do Magnésio, confere um refinamento de grãos, aumenta a resistência mecânica e a fluidez. Ligas de Magnésio que possuem Zinco podem ser tratadas termicamente e são frágeis a temperatura ambiente. Manganês também é um importante elemento que é adicionado principalmente para aumentar a resistência à corrosão [11].

### **3.1.2 Liga Magnésio-Alumínio-Zinco-(Manganês)**

Ligas de Mg-Al apresentam uma combinação entre resistência mecânica, ductilidade, fundibilidade e excelente resistência à corrosão. O Alumínio apresenta os maiores efeitos benéficos no Magnésio do que qualquer outro elemento de liga, sua adição melhora a resistência mecânica e reduz a temperatura de fusão, o que torna mais fácil da liga ser fundida. A melhor combinação entre resistência e ductilidade ocorre quando o Alumínio é adicionado em menos de 6% em relação à massa. As propriedades são melhoradas pela formação de uma solução sólida de Alumínio no Magnésio e por um composto intermetálico ( $Mg_{17}Al_{12}$ ). Ligas com maiores quantidade de

Alumínio são possíveis de serem tratadas termicamente. A Figura 3.3 mostra o diagrama de fases do sistema Mg-Al [11].

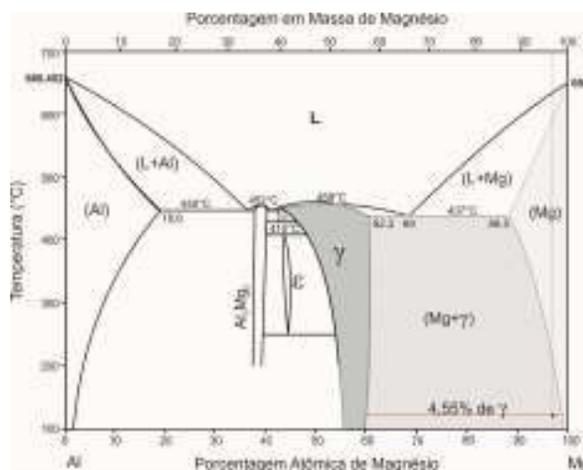


Figura 3.3 - Diagrama de fases binário da liga Al-Mg [11].

Em ligas de Magnésio contendo Alumínio o composto intermetálico formado é a fase  $\gamma$  que consiste em uma mistura entre um intermetálico com composição estequiométrica de  $Mg_{17}Al_{12}$  e fase  $\epsilon$  (Magnésio cúbico). O precipitado de fase  $\gamma$ , que é a única fase metaestável, é formada nos planos (0001) como precipitados incoerentes, o que aumenta um pouco a resistência mecânica da matriz, mas não justifica qualquer tipo de tratamento térmico [11].

Em comparação com o binário da liga Mg-Al, a adição de Zinco (ternário da liga Mg-Al-Zn) não gera a formação de nenhuma fase quando a relação em massa entre o Alumínio e o Zinco for igual ou maior que 3:1. Nestes casos o Zinco substitui parcialmente o alumínio na fase  $\gamma$  criando o composto intermetálico  $Mg_{17}Al_{11,5}Zn_{0,5}$  ou  $Mg_{17}(Al,Zn)_{12}$  [17, 18].

A adição de Zinco nas ligas Mg-Al melhora a fluidez durante a fundição e a resistência mecânica devido a diminuição da solução sólida de Alumínio no Magnésio. Esta redução gera um aumento na quantidade de precipitados após envelhecimento e, desta forma, melhorando a resistência mecânica, além de ajudar na resistência à corrosão que é prejudicada pela presença de impurezas de Ferro, Níquel e Cobre que estão presentes nas ligas de Magnésio [17, 18, 19].

### 3.1.3 Liga de magnésio AZ31

As ligas de magnésio AZ31 são divididas em duas especificações: AZ31B e AZ31C (a liga AZ31A não é mais utilizada). Estas se diferenciam nos limites admissíveis de cada elemento de liga como também nos limites de impurezas. A Tabela 3.1 mostra esses limites para cada liga. Os elementos de liga Alumínio e Zinco são os que aparecem em maior teor e conferem uma melhora na resistência mecânica, enquanto baixos teores de Cobre, Níquel e Ferro asseguram uma boa resistência à corrosão, e baixo teor de Manganês aumenta um pouco o limite de escoamento e ajuda a remover o Ferro e metais pesados, pois geram compostos intermetálicos que não interferem nas propriedades mecânicas e que ajudam no aumento da resistência a corrosão do material [11].

Tabela 3.1 - Composição química nominal das ligas AZ31 [11].

	Al	Mn	Zn	Cu	Si	Ni	Fe	Outros
AZ31	2,500	0,200-	0,600	0,040	0,100	0,005	0,005	0,300
B	- 3,500	1,000	- 1,400	máx.	máx.	máx.	máx.	máx.
AZ31	2,400	0,150-	0,500	0,100	0,100	0,030	-	0,300
C	- 3,600	1,000	- 1,500	máx.	máx.	máx.	-	máx.

Com um maior teor de Cobre, Níquel e Ferro a resistência à corrosão à água salgada diminui e com menor teor de Manganês o tamanho de grão aumenta, o que significa uma diminuição do alongamento, na resistência mecânica especialmente no escoamento em compressão [11]. A Figura 3.4 apresenta a microestrutura típica com grãos recristalizados e com os pontos pretos do composto intermetálico de  $Mg_{17}(Al,Zn)_{12}$ .

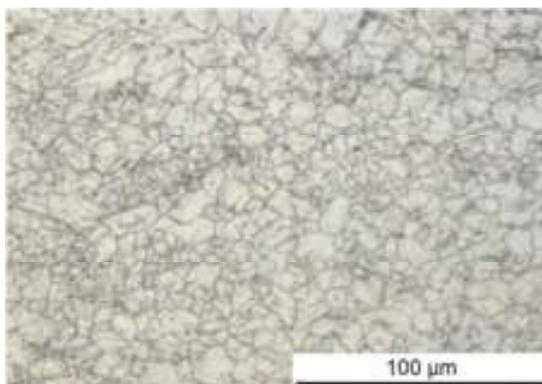


Figura 3.4 - Grãos recristalizados de uma chapa da liga AZ31.

A liga AZ31 é tipicamente utilizada para forjamento, extrusão de barras, tarugos, chapas, seções estruturais e tubulações com propriedades mecânicas moderadas e alto alongamento. As chapas e placas desta liga possuem uma boa resistência mecânica, elevada resistência à corrosão e boa soldabilidade. Esta liga pode ser utilizada na forma como fabricada (F) ou submetida aos tratamentos térmicos O-recozido e H24-encruado e parcialmente recozido [11]. A maioria das ligas de magnésio para forjamento são baseadas no sistema Mg-Al-Zn-Mn e a liga AZ31B, a qual foi utilizada neste estudo, é a liga mais comum deste sistema.

### **3.2 Processamento por Fricção e Mistura**

O Processamento por Fricção e Mistura (FSP) foi uma adaptação de Mishra et al em 2003 [6] da Soldagem por Fricção e Mistura (FSW). Este processo é essencialmente uma técnica muito simples, embora algumas breves considerações sobre o processo revelam muitos itens a serem considerados. As principais características do processo são mostradas na Figura 3.5. Uma ferramenta rotativa é pressionada contra a superfície monolítica. O lado do processo que fica na direção de rotação da ferramenta que é a mesma da direção de avanço é comumente chamado de lado de avanço e o outro lado é conhecido como lado de retrocesso [6].

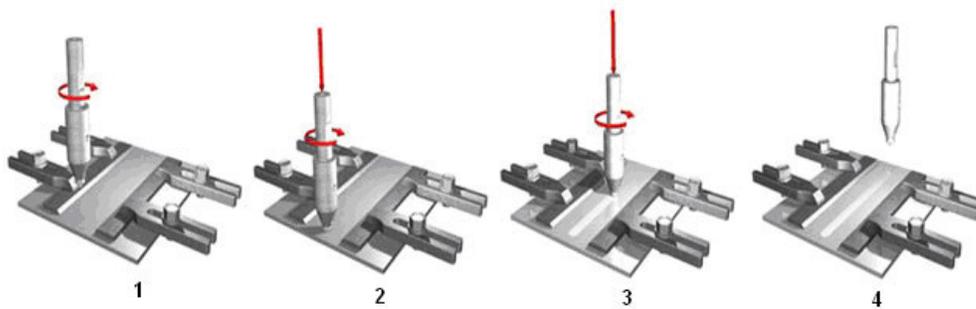


Figura 3.5 - Processo FSW 1)rotação da ferramenta, 2) penetração da ferramenta, 3)movimentação da ferramenta e 4) saída da ferramenta [20].

Uma importante parte da ferramenta é o **pino** (*pin*) que ressalta do centro da **camisa** (*shoulder*) e possui comprimento igual à profundidade de material o qual deve ser modificado microestruturalmente. Durante o processo calor é gerado devido à fricção, mas também devido à alta pressão e cisalhamento causado pela base da ferramenta.

FSP pode ser visto como um processo de extrusão restrito sobre ação de uma ferramenta. O aquecimento devido à fricção gera a formação de uma área de amolecimento ao redor do pino. O material amolecido não consegue se mover para outra região, pois sua movimentação está restringida pela camisa da ferramenta. À medida que a ferramenta se movimenta ao longo da linha de processo, o material se movimenta ao redor do pino entre o lado de retrocesso (onde a movimentação local é contrária ao avanço da ferramenta) e o material ao redor, não deformado. O material deformado é submetido a uma deformação plástica severa aumentando as discordâncias e diminuindo o tamanho de grão [6]. Esta região consiste em uma pequena área com grãos equiaxiais gerados por recristalização dinâmica [21]. A área extrudada de material é depositada gerando uma região modificada atrás da ferramenta [22].

Este processo possui os mesmos princípios básicos da Soldagem por Fricção e Mistura (FSW). Para realizar o FSW a ferramenta utilizada é a mesma que a utilizada no FSP. A principal diferença entre estas técnicas é que no FSP não ocorre nenhum tipo de união. O processo é realizado no material para modificar a microestrutura de uma área específica e o FSW é uma técnica de união no estado sólido [6].

Uma das aplicações em potencial do FSP é a geração de microestruturas altamente refinadas com altas taxas de deformação chegando a superplasticidade. O FSP pode reduzir de 10 a 100 vezes o tamanho de grão de um material e pode, em alguns casos, inserir partículas cerâmicas para aumentar as propriedades mecânicas (compósito com matriz metálica) [23].

### 3.2.1 Parâmetros de processo e geometria de ferramenta

Os parâmetros de processo FSP são fatores críticos para se alcançar as propriedades desejadas. Para este processo cinco parâmetros possuem alta relevância: velocidade de rotação da ferramenta (RPM) na direção horária ou anti-horária, velocidade de avanço (m/min) ao longo da linha de processo, força axial (kN), os ângulos da ferramenta em relação à superfície e temperatura inicial do processo. Alguns desses parâmetros estão demonstrados na Figura 3.6.



Figura 3.6 - Detalhe do processo de FSP.

A geometria da ferramenta é o fator que mais influencia as características do processo, pois a mesma é responsável pela entrada de calor e pelo fluxo de material. Estes fatores são importantes para a velocidade de avanço e pela qualidade do processo. Esta é a razão de haver muitos trabalhos para o desenvolvimento de vários tipos de ferramentas [6].

Aumentando a velocidade de rotação da ferramenta ocorre uma maior fricção e mistura do material, aumentando a temperatura do sistema. No entanto, uma elevação da temperatura com um aumento da velocidade de rotação não é esperada, pois o aquecimento é controlado pela interação entre a ferramenta e a superfície e, o coeficiente de atrito da interface não muda com variação de velocidade de rotação [6].

Uma alta velocidade de avanço aumenta a produtividade, mas diminui a entrada de calor, podendo prejudicar o fluxo de material ao redor do pino. Além disto, a força axial assegura a consolidação do material plastificado através do íntimo contato entre a camisa da ferramenta e a superfície do material, restringindo a saída de material e eventuais defeitos [6, 24, 25].

O ângulo formado entre a ferramenta e a superfície de união também é um importante fator a ser considerado para a obtenção de uma boa superfície. O ângulo correto durante o avanço assegura que a base da ferramenta segure o material plastificado pelo pino [25].

### **3.3 Fluxo de material**

Não foram encontrados na literatura especializada trabalhos publicados sobre o fluxo de material utilizando FSP. Sendo assim, foram considerados os trabalhos envolvendo a técnica FSW devido a sua similaridade com o FSP. Os trabalhos envolvendo fluxo de material em FSW foram realizados de três formas diferentes.

Existem estudos utilizando massa de modelar, mas para utilizar este material deve-se existir algumas características similares entre a massa de modelar e o metal a ser estudado tais como: similaridades físicas, mecânicas, de atrito ferramenta/material e de propriedades térmicas. Algumas vezes é muito difícil encontrar uma massa de modelar que satisfaça todas estas propriedades, mas para utilização em engenharia é possível fazer algumas aproximações para suprir a falta de características similares entre a massa de modelar e o metal em estudo [26].

Outra maneira de se trabalhar com fluxo de material com FSW é a utilização da técnica de inserção de marcadores (*MIT-Marker Insert Technique*). São introduzidos no material a ser soldado outro material em regiões específicas onde o fluxo de material é supostamente importante.

Existem várias maneiras de se preparar os ensaios MIT. Dickerson et al. [27] utilizaram folhas de Cobre entre chapas de Alumínio para verificar o fluxo de material na zona de mistura da solda. Após a soldagem foi realizada tomografia de Raio-X para verificar o local onde o Cobre estava localizado. Este método de ensaio é bem simples, mas os resultados são um pouco

confusos. Isto se deve ao fato de não ser possível verificar se o material girou uma ou várias vezes, ou não girou, em torno da ferramenta antes de chegar a sua posição final.

Seidel et al. [7] utilizou uma configuração diferente a qual foi possível visualizar o transporte de material e informações detalhadas sobre a variação do fluxo de material através da espessura da chapa. Os ensaios foram realizados em chapas de ligas de Alumínio AA2195 e pequenos paralelepípedos da liga de Alumínio AA5454 foram introduzidos nos dois lados da solda (lado de avanço e retrocesso) em três alturas diferentes da região de soldagem (topo, meio e base da chapa). Com esta configuração os resultados foram bons, mas ocorre o mesmo problema que ocorreu com as folhas de Cobre. Não é possível verificar se o material girou algumas vezes ou nenhuma vez ao redor da ferramenta.

Outra técnica que pode ser utilizada é o “*stop action technique*” [28]. Consiste na parada do processo instantaneamente sem a retirada da ferramenta da chapa ao final do processo. Com esta técnica utilizando conjuntamente a MIT é possível verificar o fluxo de material em um momento intermediário entre o início e o final do fluxo durante o processo.

Ao invés de folha e paralelepípedos de outro material, uma solução para o problema do material ao redor da ferramenta pode ser a utilização de um material em pó e uma configuração um pouco diferente das já utilizadas. Uma tentativa que pode ser utilizada é colocar o material a ser verificado para o entendimento do fluxo de material bem ao lado da ferramenta para verificar o fluxo de cada lado separadamente.



## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Como pode ser visto na Figura 4.1, a estratégia experimental adotada neste estudo consiste na análise da evolução microestrutural e do fluxo de material realizados com parâmetros distintos. Os parâmetros utilizados foram escolhidos baseado em estudos anteriores com o mesmo material e processo, e são os melhores parâmetros para se obter a menor geração de calor e ainda assim uma microestrutura de qualidade. Três parâmetros principais foram modificados nesta investigação: velocidade de rotação (VR), força (F) e velocidade de avanço (VA).

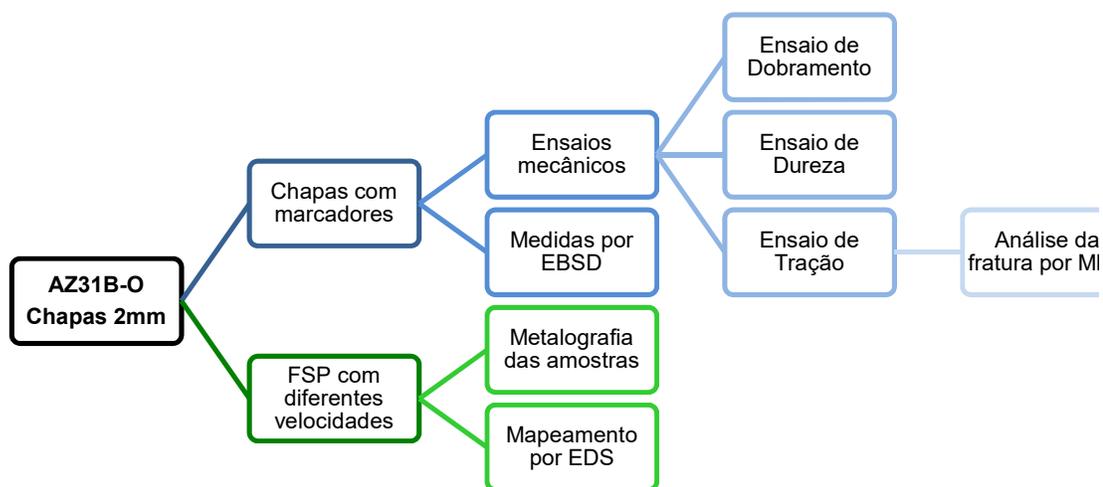


Figura 4.1 - Fluxograma da estratégia de experimentos adotada.

As amostras foram produzidas no instituto HZG sediado na cidade de Geestacht na Alemanha. As microestrutura e distribuição de marcadores na matriz foram analisadas no Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar. Explicações adicionais sobre as análises são dadas nas próximas seções deste capítulo.

### 4.1 Material utilizado

O material utilizado neste estudo foram chapas da liga de Magnésio AZ31B com 2mm de espessura. As chapas foram cortadas com 490mm de comprimento e 160mm de largura. Seis chapas com estas dimensões foram cortadas na posição central em relação à largura de forma a se obter um sulco de 100mm de comprimento por 1mm de largura onde o marcador foi confinado,

como mostra a Figura 4.2. O marcador utilizado foi pó de Titânio puro com granulometria menor que  $45\ \mu\text{m}$ .

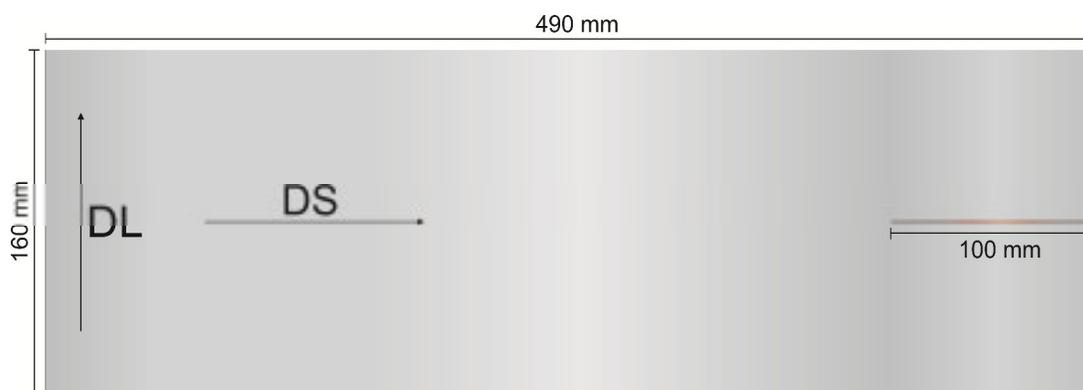


Figura 4.2 - Representação esquemática da chapa utilizada para realização dos ensaios de fluxo de material.

#### 4.2 Processo de FSP

O processo de FSP foi realizado no instituto HZG na Alemanha utilizando um robô TRICEPT 805/ SINUMERIK 840D com um cabeçote VOLVO F11C-19, como mostra a Figura 4.3. A ferramenta utilizada consiste em um pino de 3mm de diâmetro e 1,8mm de profundidade e uma camisa de 13mm de diâmetro. O pino utilizado é piramidal de base triangular e possui rosca, pois desta forma a taxa de deformação é maior do que os pinos sem rosca. A camisa possui três sulcos circulares para diminuir a formação de rebarbas.

A força limite do equipamento é de 45kN, a rotação máxima é de 5000RPM e a velocidade máxima de avanço é de 90m/min. Para a realização dos ensaios foi necessário fixar mecanicamente as chapas à mesa devido a alta força aplicada pelo robô durante o processo, Figura 4.3.

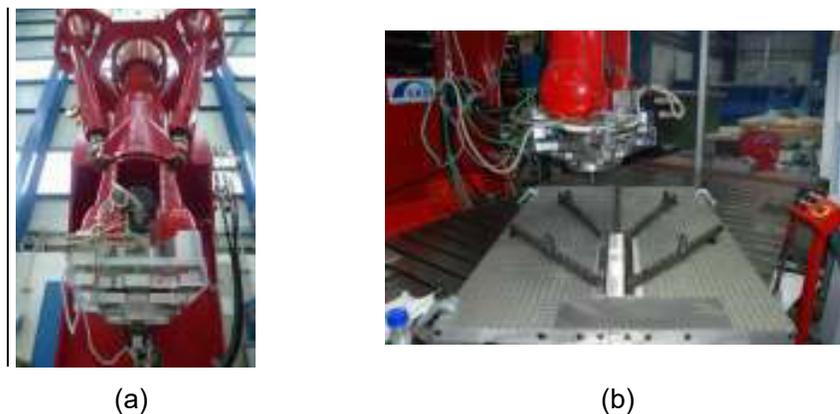


Figura 4.3 - a) Robô TRICEPT 805/SINUMERIK 840D e b) travamento mecânico das chapas.

Após as placas terem sido cortadas, as modificações microestruturais foram realizadas na direção transversal de laminação. As chapas foram limpas com acetona um pouco antes dos ensaios para eliminar sujeiras como óleo, graxa, etc., e colocadas sobre uma mesa de alumínio com um *backing* bar de aço inox.

Os parâmetros do processo foram ajustados no software do robô e os processamentos foram realizados. Todos os ensaios foram realizados a temperatura ambiente sem pré-aquecimento.

#### 4.2.1 Processo de modificação microestrutural

Para este estudo foram utilizados três combinações de parâmetros diferentes. Primeiramente foi escolhida a velocidade de avanço e depois os outros parâmetros. Os parâmetros utilizados estão na Tabela 4.1 abaixo.

Tabela 4.1 - Parâmetros de processo utilizados.

Velocidade de Avanço	Força	Velocidade de Rotação	Ângulo X	Ângulo Y
(m/min)	(kN)	(RPM)	(°)	(°)
1	7,5	2000	-1	1,5
7	15	3250	-1	1,5
10	18	2500	-1	1,5

Os ensaios com marcadores foram realizadas com o pino do lado direito da linha com o marcador em relação à direção de avanço. Desta forma o pino não passou na região que possuía o pó de marcação (região de armazenamento), Figura 4.4. Foram utilizadas apenas a menor e maior velocidade de processamento nos ensaios com marcadores. Esta configuração foi utilizada para verificar se o marcador no lado retrocesso da voltas ao redor da ferramenta ou se ele apenas e jogado para o lado de avanço.



Figura 4.4 - Processo realizado com o pino ao lado do marcador.

### 4.3 *Stop action test*

Para as amostras com marcadores foi utilizado o “*stop action test*”. O processamento foi realizado sem a retirada da ferramenta ao final do processo, Figura 4.5, e finalizado poucos centímetros antes do final da chapa de forma a se obter a menor rotação possível no final do processo quando a ferramenta parou.



a



b

Figura 4.5 - Amostra do “*stop action test*” a) com a ferramenta inteira e b) apenas com o pino.

Após o final do processo a camisa foi retirada com cuidado para não modificar a microestrutura e o pino foi deixado na chapa, Figura 4.5. As

amostras foram análises por microscopia ótica tanto na secção transversal como na paralela para poder avaliar como ocorre o fluxo de material do FSP.

#### **4.4 Caracterização metalúrgica**

Após preparação convencional para metalografia de ligas de Magnésio as amostras foram caracterizadas por microscopia ótica (MO) como também por MEV com detector EBSD. Com estas análises foi possível calcular o tamanho de grão e textura das regiões de interesse assim como do metal base, podendo-se comparar as diferentes microestruturas relacionando-as com os diferentes parâmetros utilizados.

#### **4.5 Ensaio de dobramento**

As amostras processadas foram submetidas ao ensaio de dobramento segundo as normas ASTM E290-09 [29] e ASTM E190-92 [30] sem a utilização de matriz. Os corpos de prova possuíam 20mm de largura e 200mm de comprimento. A distância entre os apoios seguiu a equação a seguir:

$$C=2r+3t \quad (4.1)$$

Onde C é a distância entre os apoios, r é o raio do punção e t a espessura da chapa deformada. As amostras foram posicionadas de forma que a região processada ficou centralizada e paralela à punção.

#### **4.6 Ensaio de microdureza Vickers**

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados de acordo com a norma ASTM E384-11e1[31] com carga de 100g e tempo de 15s de aplicação de carga. Estes ensaios foram realizado no material base e nas amostras processadas à 7 e 10m/min com o intuito de verificar se existiam diferenças significativas entre as propriedades de dureza das diferentes microestruturas encontradas.

#### **4.7 Ensaio de Tração**

A amostra a 10m/min porque esta velocidade e não as outras ? Explique a opção e o material base foram submetidos ao ensaio de tração de acordo com a norma ASTM E9-09 [32] e ASTM B557-14 [33]. Os corpos de prova escolhidos foram o tipo II e no caso da amostra processada a região de

processamento estava no centro da área útil do corpo de prova e a direção de processamento estava perpendicular à direção de tração, como mostra a Figura 4.6.

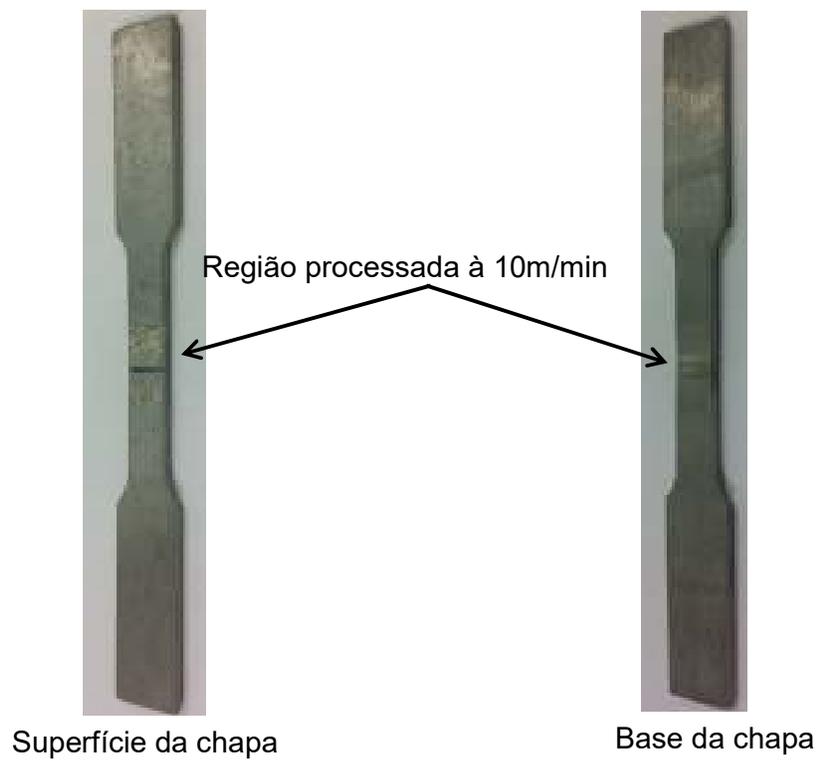


Figura 4.6 - Corpo de prova de tração da amostra processada à 10m/min.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Caracterização Metalográfica

Os resultados da caracterização metalográfica estão divididos em duas partes. A primeira parte trata dos ensaios metalográficos em relação ao fluxo de material, sendo utilizado microscopia ótica para identificação do padrão do fluxo de material e EDS (*Energy-dispersive X-Ray apectroscopy*) para identificação do pó de Titânio. A segunda parte da caracterização metalográfica trata da identificação da evolução microestrutural das amostras produzidas com diferentes velocidades.

Estas medidas foram realizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com um detector de EBSD (*Electron Back Scatering Diffraction*) com a intenção de identificar possível formação textura e variação do tamanho e distribuição de grão entre as amostras.

#### 5.1.1 Metalografia do Fluxo de Material

Com o intuito de facilitar o entendimento de qual plano da chapa foi analisado nos ensaios de fluxo de material a Figura 5.1 foi elaborada. Nesta figura é possível observar que o plano para a análise da região paralela ao processamento se encontra a 0,4mm da base da chapa na região de processamento. Esta superfície foi inicialmente lixada e polida para ser posteriormente analisada.

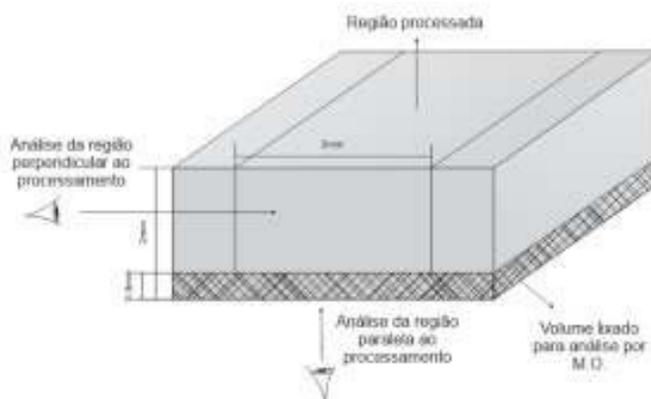
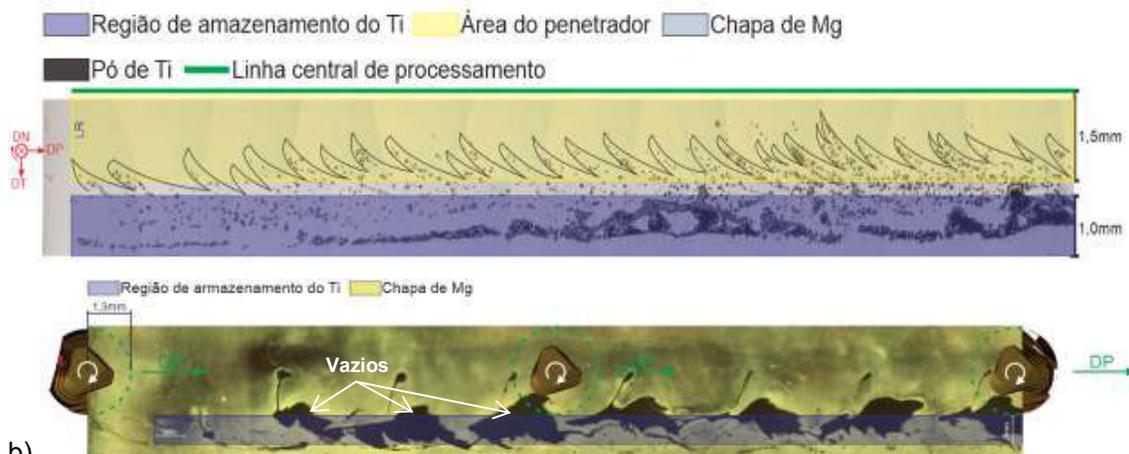


Figura 5.1 - Esquema representativo da superfície utilizada para análise do fluxo de material.

### 5.1.1.1 Região paralela ao processamento

Com o intuito de identificar o pó de Titânio após o processamento, as amostras foram lixadas e polidas a partir da base da chapa até ser retirado 0,4mm de espessura. Na amostra processada à 1m/min, a visualização a olho nu do pó de Titânio pôde ser percebida pela diferença de cor da matriz em relação ao pó. A Figura 5.2 (a) mostra os resultados desta amostra analisadas por microscopia ótica.

a)



b)

Figura 5.2 - Amostra a) à 1m/min e b) à 10m/min lixadas e polidas na parte inferior da chapa. DN – Direção Normal à chapa, DP – Direção de Processamento, DT - Direção transversal ao processamento e LR – Lado de Retrocesso.

Já na amostra processada à 10m/min não foi possível tal identificação nem com a utilização de microscópio ótico. Sendo assim, esta amostra foi atacada quimicamente por uma solução de Picral, que ataca apenas o Magnésio, com o intuito de diferenciar o pó de Titânio da material base. A Figura 5.2 (b) mostra os resultados desta amostra após o ataque químico.

Na Figura 5.2 (a) também pode ser verificado o padrão ao qual o pó de titânio foi submetido durante o processamento. O pó não ultrapassa a linha central de processamento como também o padrão de ondas verificado corresponde a aproximadamente 1 onda por rotação da ferramenta. Como o processamento foi realizado à 1m/min com rotação da ferramenta de 2000RPM, em uma distância de 10cm temos 200 padrões de onda. Estas ondas são condizentes com o padrão esperado do processamento, pois estão

voltadas para a direção contrária ao avanço da ferramenta e em direção ao lado de avanço. O material ao lado do pino no lado de retrocesso é “puxado” e então plastificado na direção do lado de avanço, mas não ultrapassa a linha central de processamento na altura de 0,4mm da base da chapa. Desta forma, o material na região da periferia da ferramenta do lado de retrocesso do processamento participa do processo, mas não gira em torno da ferramenta. O padrão identificado não é perfeito, pois durante o processamento ocorrem vibrações inerentes ao processo, como também ocorre falta de homogeneidade na compactação do Titânio na região de armazenamento do mesmo podendo ter causado variações no padrão de ondas.

Na amostra processada a 10m/min não foi possível identificar um padrão do pó de Titânio, pois não foi possível identificar o Titânio na amostra mesmo após um mapeamento do Titânio por EDS. Isto se deve a falta de compactação do pó de Titânio na região de armazenamento somado a alta velocidade de processamento. Estes dois fatores não permitiram que o pó fosse misturado à chapa durante o processamento. O pó foi expulso da região de armazenamento, não permitindo a mistura do mesmo com a chapa. Esta falta de mistura pode ser verificada na Figura 5.2 - b) e Figura 5.3, onde existem vazios (áreas pretas na região processada) devido a esta falta de mistura entre a chapa e o pó de Titânio.

A Figura 5.3 mostra a chapa logo após o processamento à 10m/min. Como pode ser observado, o pó de Titânio está em toda a volta da região processada e existem vários espaços vazios nesta mesma região. Isto sugere que devido à alta velocidade não foi possível realizar uma boa mistura e quando a ferramenta passou por esta região, ao invés de misturar o pó de Titânio com a chapa o mesmo foi expulso para uma região fora, mas próxima da área de processamento.

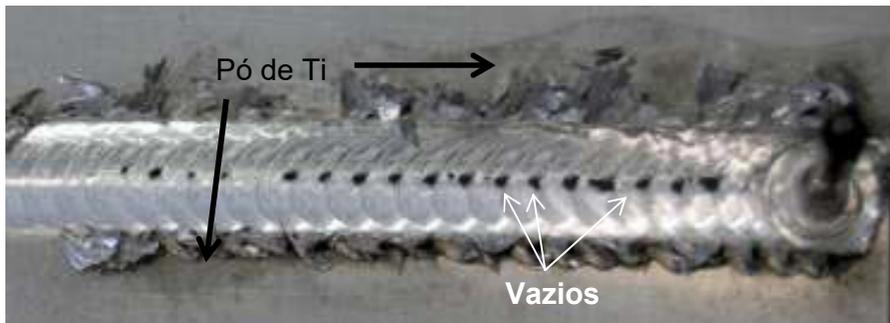


Figura 5.3 - Amostra à 10m/min logo após o processamento.

### 5.1.1.2 Região perpendicular ao processamento

O mesmo procedimento de lixamento e polimento foram efetuados nas amostras cortadas na transversal à direção de processamento. Nas amostras à 1m/min foi possível novamente identificar o pó de Titânio com facilidade. Já nas amostras à 10m/min não foi possível identificar o pó de Titânio mesmo após mapeamento por EDS. A Figura 5.4 mostra os resultados para a amostra à 1m/min. Nesta figura é possível verificar que a uma altura de 0,4mm da base da chapa é possível identificar que o pó de Titânio não ultrapassa a linha central de processamento como verificado nas amostras paralelas ao processamento. Também é possível verificar que o padrão gerado no corte transversal varia da superfície até a base da chapa.

Na superfície o material ao lado do pino no lado de retrocesso é “empurrado” para longe do pino até o limite da camisa. Quando se analisa a base da chapa é possível verificar que o padrão muda, pois o pó de Titânio é “puxado” em direção ao pino.

Assim sendo, o padrão gerado ao se observar o marcador ao longo da profundidade da chapa no corte transversal ao processo é que ocorre inicialmente na superfície um afastamento do material logo ao lado do pino no lado de retrocesso e, ao se aprofundar na chapa o material desta região começa a ser puxado em direção ao pino até que na base este material alcança a linha central de processamento. Esta mudança no fluxo de material ao longo da profundidade da chapa provavelmente ocorre devido ao fato da camisa da ferramenta controlar exclusivamente o fluxo na região superficial, e este controle quando em direção à base da chapa, ser partilhado entre a

camisa e o pino. Quanto mais distante da superfície menor a influência da camisa e maior a do pino, sendo que na base o pino controla todo o fluxo do material ao seu lado.

Também é importante observar que o Ti existente abaixo da linha de 0,4mm não participa do processamento. Isto se deve ao formato cônico do pino. Desta forma, o pino movimentava um menor volume de matéria na sua ponta em relação a sua base.

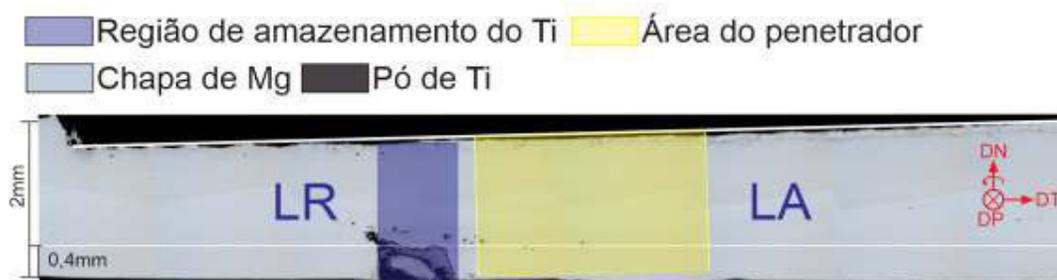


Figura 5.4 - Corte na direção transversal ao processamento da amostra à 1m/min. DN – Direção Normal à chapa, DP – Direção de Processamento, DT – Direção Transversal ao processamento, LR – Lado de Retrocesso e LA – Lado de Avanço.

### 5.1.1.3 Resultados de fluxo de material

Para um melhor entendimento do fluxo de material após o processamento por FSP a Figura 5.5 foi montada. Esta figura mostra o fluxo de material gerado na região paralela ao processamento (lado direito) e os cortes transversais realizados à 1mm do início da região de armazenamento do pó de Titânio, outro após 8,5mm e o último após 17mm (lado esquerdo da Figura 5.5). Observa-se nesta figura que o padrão gerado na amostra paralela só ocorre na região de 0,4mm acima da base. Na região mais acima o fluxo de material se dá em direção oposta à linha central de processamento com um padrão de ondas provavelmente, igual ao uma altura de 0,4mm da base da chapa.

Uma análise à partir da superfície da chapa até a sua base levaria a um padrão de ondas igual ao analisado a 0,4mm. A diferença existente ao se aprofundar na chapa em direção à base é o local onde este padrão estaria localizado e a direção em que este padrão estaria sendo “puxado”.

Na superfície, o padrão está distante do pino sendo o fluxo nesta região dominado pela camisa. Na base da chapa, o padrão está na região do pino, pois o mesmo governa o fluxo de material na região. Sendo assim, ao se aprofundar na chapa a partir da superfície, o fluxo de material é inicialmente governado pela camisa. Ao se aprofundar na chapa, ele é disputado entre a camisa e o pino. Finalmente, perto da base o fluxo da região ao lado do penetrado no lado de retrocesso é governado somente pelo pino.

Esta mudança na localização do fluxo de material da região ao lado do pino no lado de retrocesso ocorre a uma altura de 0,4mm da base da chapa ou 1,6mm da superfície da chapa.

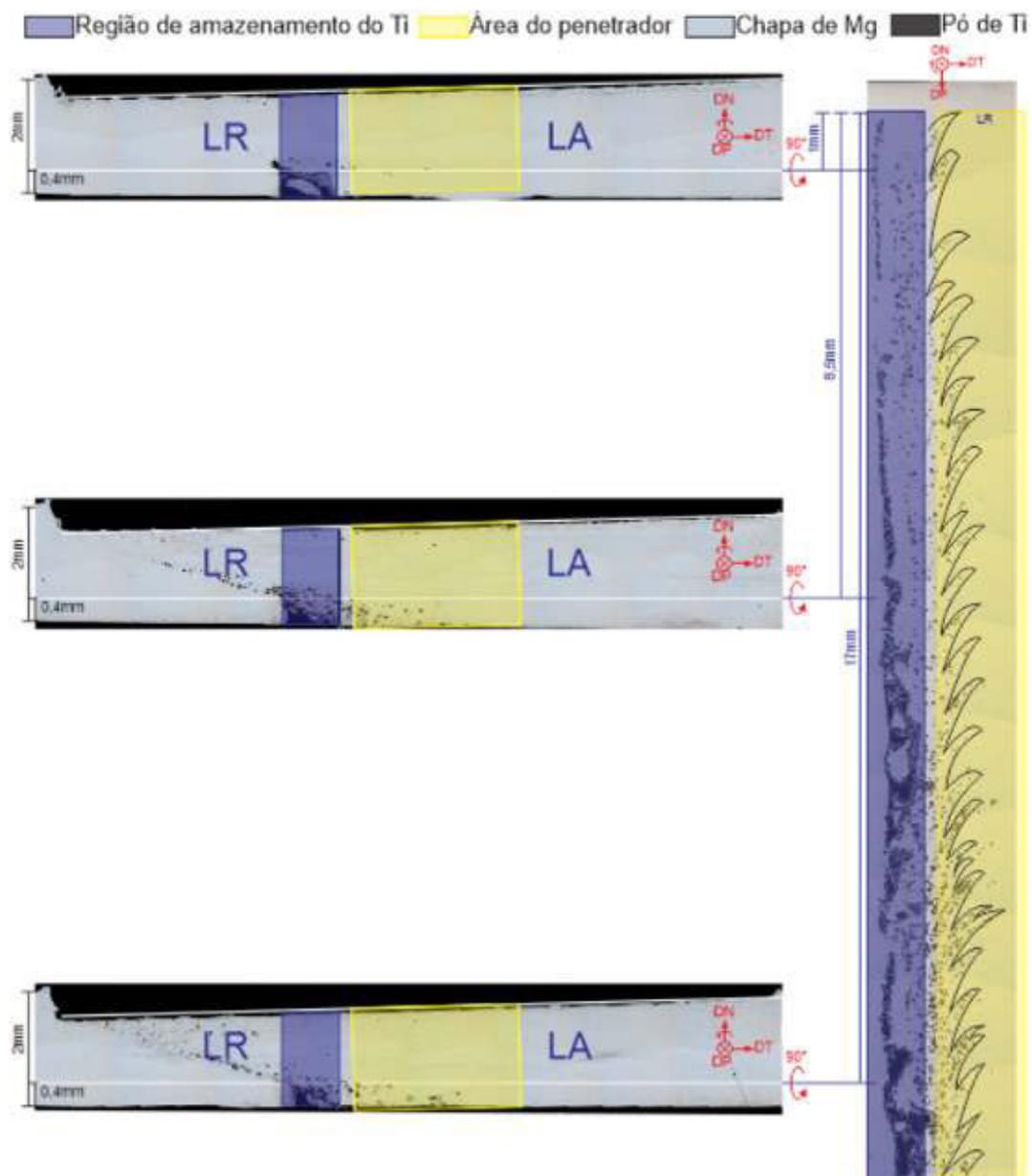


Figura 5.5 - Resultados de fluxo de material na transversal e paralelo ao processamento à 1m/min. DN – Direção Normal à chapa, DP – Direção de Processamento, DT - Direção transversal ao processamento, LR – Lado de Retrocesso e LA – Lado de avanço.

## 5.2 Tamanho de grão, contornos de grão e textura

Para as medidas de tamanho e distribuição de grão e textura a região escolhida foi o centro da zona de mistura (1mm da superfície da chapa na região central por onde o pino passou durante o processamento). Esta região é

onde ocorre o maior nível de deformação e conseqüentemente de maior modificação microestrutural.

### **5.2.1 Tamanho de grão**

A Figura 5.6 mostra os resultados das análises por MEV utilizando um detector EBSD. Nela estão apresentados os resultados da média de tamanho grão e a distribuição dos tamanhos para o material base e a zona de mistura dos processamentos realizados à 1, 7 e 10m/min.

Nestes resultados é possível observar que o processo gera uma diminuição do tamanho de grão em relação ao material base. Ao aumentar a velocidade de 1 para 7m/min o tamanho médio de grão diminui significativamente, mas ao aumentar a velocidade para 10m/min não ocorre variação significativa.

Como pode ser observado nos gráficos de distribuição de tamanho de grão (lado direito da Figura 5.6) o material base e as amostras à 1 e 7m/min possuem um distribuição monomodal de tamanho de grão. Diferente do que ocorre com a amostra à 10m/min. Esta possui distribuição bimodal na região analisada.

Este fato pode ser explicado pela alta velocidade de processamento o que não permitiu uma homogeneidade de deformação e aplicação de energia durante o processamento, ou seja, a altas velocidades o processo de deformação ocorre de forma muito rápida não permitindo que o material recristalize de forma homogênea. Sendo assim, a região de processamento foi submetida a uma deformação heterogênea. Desta forma, a região de mistura foi submetida uma energia diferente em cada ponto o que permitiu que parte da região de mistura, além de sofrer recristalização total, foi submetido a uma energia suficiente para que ocorresse o crescimento de grão [34].

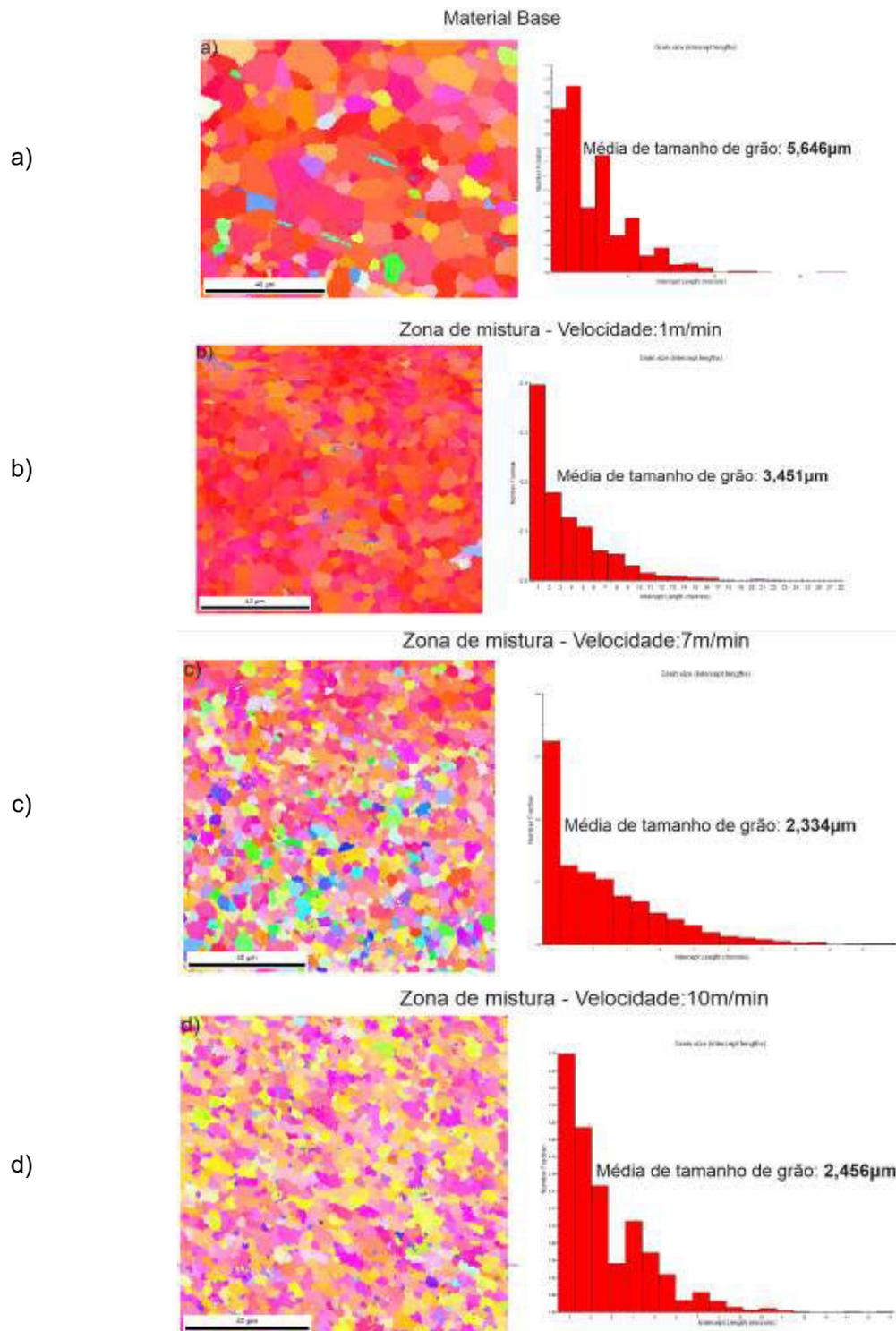


Figura 5.6 - Resultados por EBSD para medida e distribuição de tamanho de grão. a) Metal base, zona de mistura das amostras processadas à b) 1m/min, c) 7m/min e d) 10m/min.

### 5.2.2 Contorno de grão

Uma forma de verificar se o material se encontra altamente deformado ou recristalizado é analisando a fração de contorno de grão de alto e baixo ângulo. Com os resultados obtidos por EBSD estas análises se tornam simples apenas sendo necessário informar ao programa de tratamento de dados o intervalo de ângulo considerado de baixo e o considerado de alto ângulo.

No presente estudo os ângulos entre 2 e 15° foram considerados contornos de baixo ângulo, pois acima deste ângulo as discordâncias existentes no material se sobrepõem descaracterizando a teoria de contorno de baixo ângulo [34] Este contornos estão representados na cor branca. Entre 15 e 180° foram considerados contornos de alto ângulo baseado na mesma teoria e estão representados na cor preta. A Figura 5.7 mostra os resultados destas análises para o material base e para as amostras processadas à 1, 7 e 10m/min respectivamente. A representação dos contornos pode ser verificada na Figura 5.8.

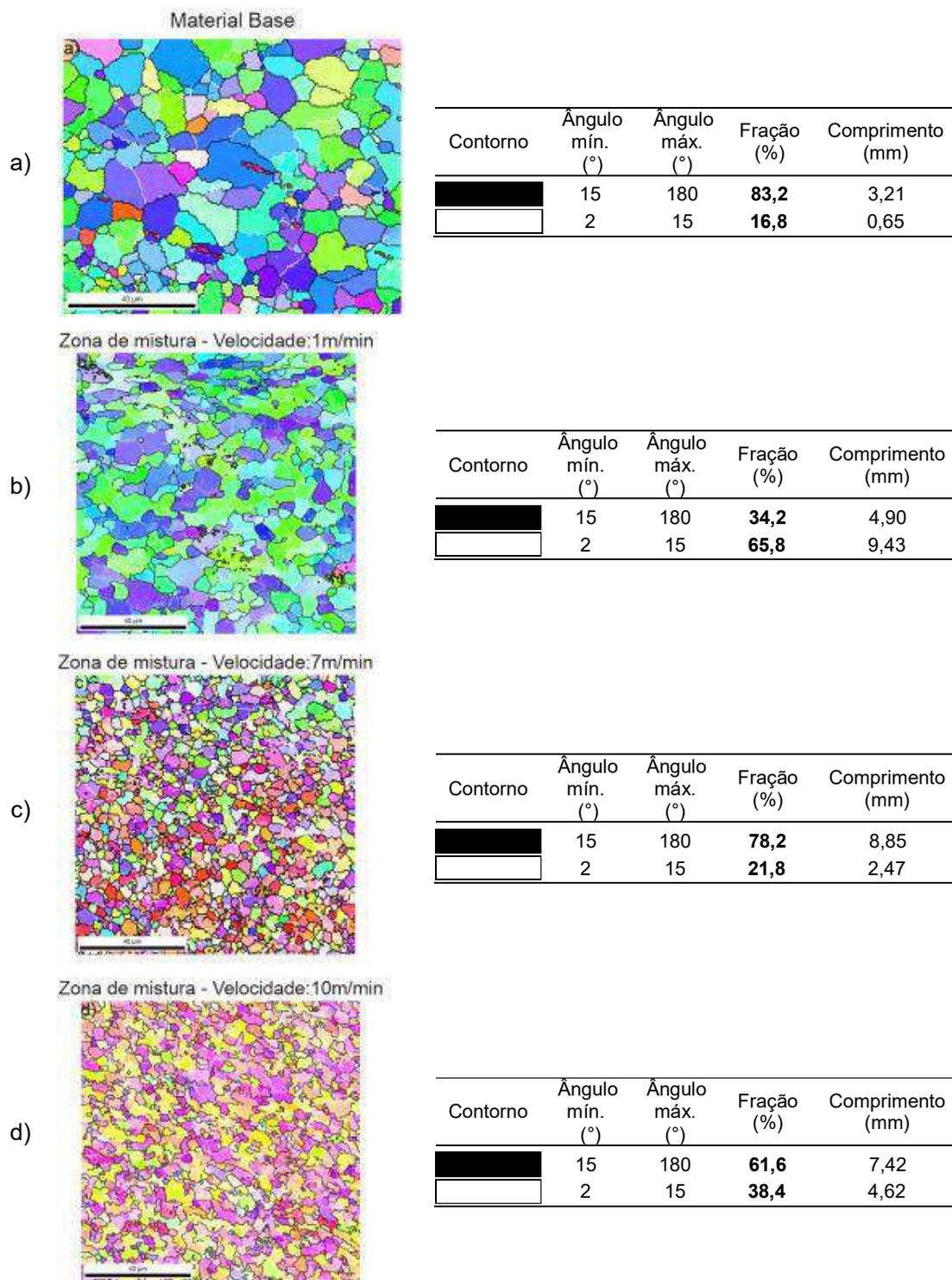


Figura 5.7 - Resultado por EBSD para contornos de alto e baixo ângulo. a) Material base e zona de mistura das amostras à b) 1m/min, c) 7m/min e d) 10m/min.

Pode-se observar que a amostra à 1m/min possui grãos com alta fração de contornos de baixo ângulo. Somado a isto, os formatos dos grãos são alongados e internamente possuem pequenas variações cristalográficas (variação pequena na cor na parte interna do grão). Esta característica é comum de materiais que foram submetidos a deformação e não tiveram tempo ou quantidade de deformação suficiente para recrystalizar [34] como pode ser observado na Figura 5.6.

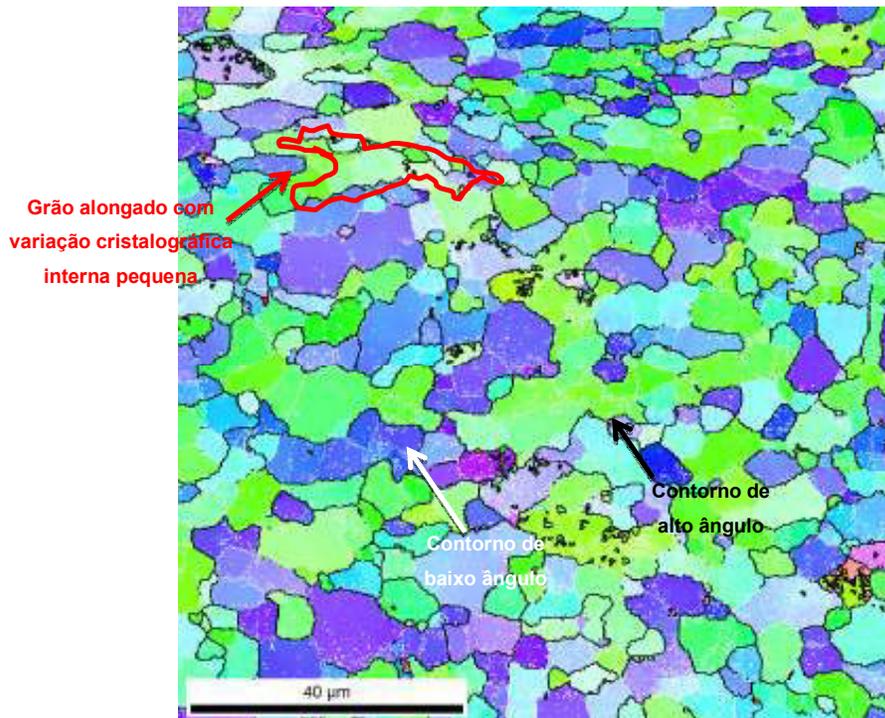


Figura 5.8 - Resultado ampliado de EBSD da amostra processada a 1m/min.

Sendo assim, a amostra processada a 1m/min não foi submetida a uma deformação suficiente para que ocorresse a recrystalização, pois houve uma redução do tamanho de grão em relação ao metal base, mas o material não sofreu uma deformação suficiente para ocorrer a recrystalização total da região de estudo.

Comparando-se a amostra a 7m/min com a 10m/min verifica-se que a segunda possui mais contornos de baixo ângulo que a primeira. Isto corrobora a explicação da distribuição bimodal de tamanho de grão da amostra à 10m/min, pois a mesma sofreu deformação suficiente para recrystalizar parte da microestrutura e a outra parte obteve energia suficiente para que ocorresse

além da recristalização o crescimento de parte dos grãos. Desta forma, devido a um processamento heterogêneo a região analisada não foi submetida a mesma energia de deformação. Sendo que uma porção do material foi submetido a uma energia suficiente apenas para a recristalização e em outras para a recristalização e o crescimento de grão.

### 5.2.3 Textura

Outro resultado possível das análises por EBSD são as figuras de polo invertida, mostradas a esquerda da Figura 5.9, e as figuras de polo, no centro e a direita da Figura 5.9. Estas figuras são representações das direções cristalográficas dos grãos varridos pelo detector EBSD.

Para o caso da figura de polo invertida, direções cristalográficas são escolhidas para cada ponto da fatia de circunferência que representa o gráfico, e os pontos no gráfico representam a direção cristalográfica de cada grão escolhido para ser analisado em relação ao centro da circunferência que é uma superfície de referência da amostra. No caso deste estudo a superfície de referência foi a de laminação/processamento para facilitar o entendimento e a direção  $\langle 0001 \rangle$ , pois é a usualmente utilizada [35].

Na área deste gráfico estão representadas todas as direções cristalográficas possíveis e, por exemplo, o eixo horizontal representa a rotação da direção  $\langle 0001 \rangle$  até a direção  $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$  em relação à superfície de referência.

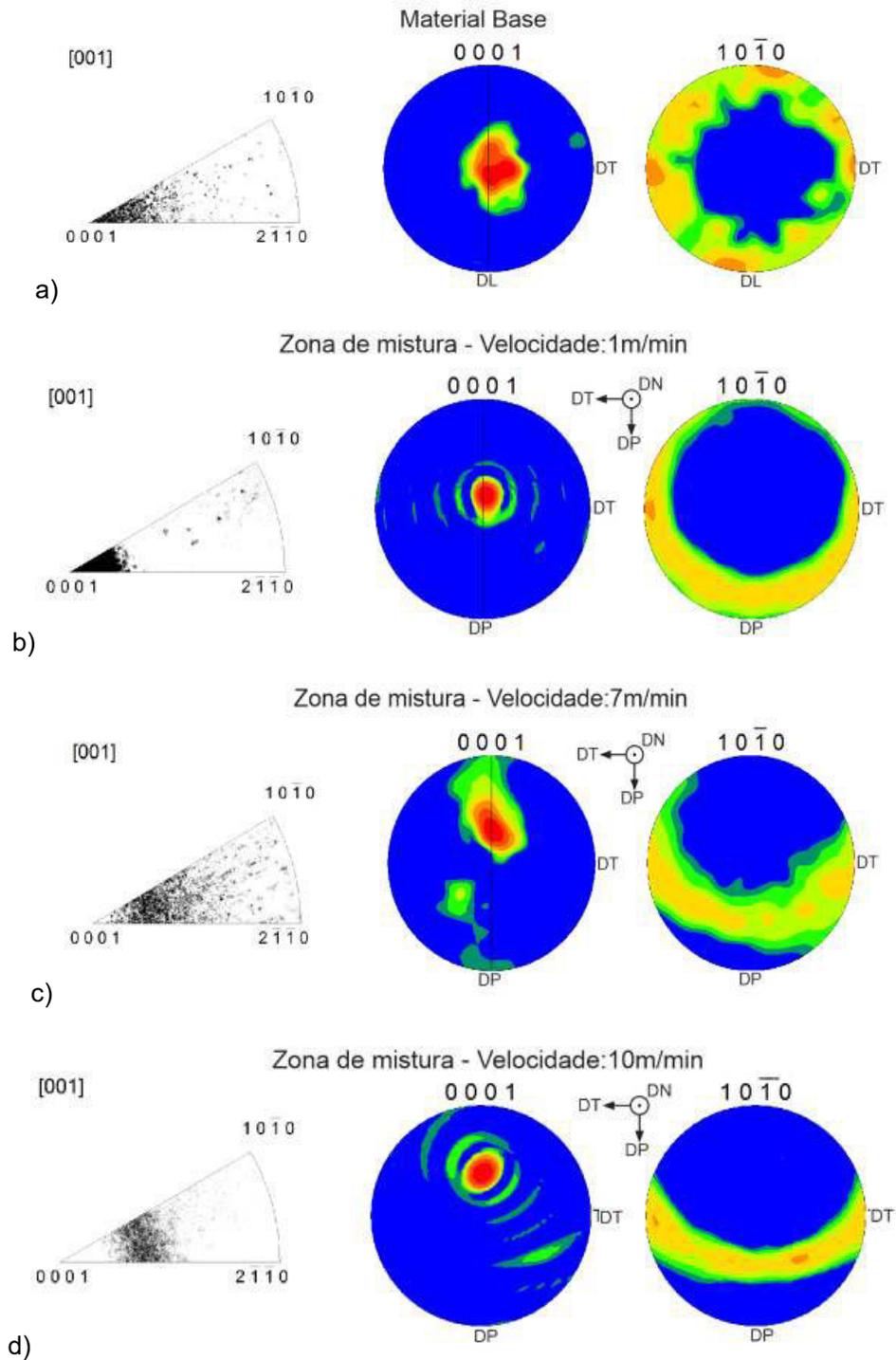


Figura 5.9 - Figuras de polo invertida e figuras de polo do a) material base e das amostras à b) 1m/mm, c) 7m/min e d) 10m/min. DN – Direção Normal à chapa, DL – Direção de Laminação da chapa, DP – Direção de Processamento e DT - Direção transversal ao processamento.

Já a figura de polo é uma esfera onde se escolhe uma direção normal a um plano cristalográfico que se deseja analisar e uma superfície da amostra como referência. Desta forma, cada grão analisado é “colocado” no centro da esfera e a direção normal ao plano analisada é extrapolada até que toque a superfície da esfera. Sendo assim, o resultado é uma somatória de pontos, referentes a cada grão analisado, dos vetores extrapolados que tocam a superfície da esfera.

Quanto maior a quantidade de grãos que possuem o mesmo ângulo da direção selecionada em relação à superfície escolhida mais vermelho a região irá ficar. Portanto, se houver uma textura no material ocorrerá à formação de regiões vermelhas ou alaranjadas. Para o caso do estudo foram selecionadas as direções  $\langle 0001 \rangle$  (parte central da Figura 5.9) e  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  (parte à direita na Figura 5.9), pois são as mais usuais e de fácil entendimento [35] e o plano de laminação (vista superior da chapa) como referência.

Como pode ser observado na Figura 5.9 (a) o material base possui textura, pois apresenta uma grande quantidade de pontos na região próxima a direção  $\langle 0001 \rangle$  na figura de polo invertida e possui uma região vermelha na figura de polo quando a direção  $\langle 0001 \rangle$  é analisada e regiões alaranjadas quando a direção  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  é analisada. Isto significa que, pela Figura 5.9 (a) central, o conjunto de planos basais (0001) da célula cristalina hexagonal compacta (célula cristalina do Magnésio) que compõe os grãos do material, em sua grande maioria estão paralelos à superfície de laminação da chapa. Também é possível afirmar que, pela Figura 5.9 (a) da direita, o material possui grãos com as faces laterais principais (conjunto de planos do hexágono  $(10\bar{1}0)$ ) voltados principalmente para as extremidades da direção de laminação e extremidades da direção perpendicular à laminação.

A Figura 5.9 (b) representa as figuras de polo invertida e de polo da amostra à 1m/min. Nela também é possível observar textura, mas o plano basal girou na direção contrária a direção de processamento que anteriormente era a direção de laminação. Em relação ao conjunto de planos laterais principais pode-se verificar que não há mais uma concentração dos planos em uma direção específica. Estes planos se encontram aleatoriamente

direcionados na região com inclinação um pouco acima da direção de processamento.

O mesmo ocorre com a amostra à 7 e 10m/min como mostram as Figura 5.9 (c e d). Com o aumento da velocidade de processamento a textura muda apenas o ângulo em relação à direção de processamento. Sendo que, quanto maior a velocidade mais inclinada na direção contrária ao processamento os planos basais estão localizados.

Observando a Figura 5.10 é possível ter um melhor entendimento do que ocorre durante o aumento de velocidade. Como pode ser verificada, a textura encontrada no material base (Figura 22 (a)) possui os planos basais paralelos a superfície da chapa. Após o processamento à 1m/min o material modifica sua textura de forma que o plano basal inclina-se na direção oposta a direção de processamento e os planos laterais ficaram distribuídos aleatoriamente em relação a este novo ângulo. O mesmo ocorre com a amostra a 7 e 10m/min, mas com um ângulo de inclinação maior quanto maior a velocidade.

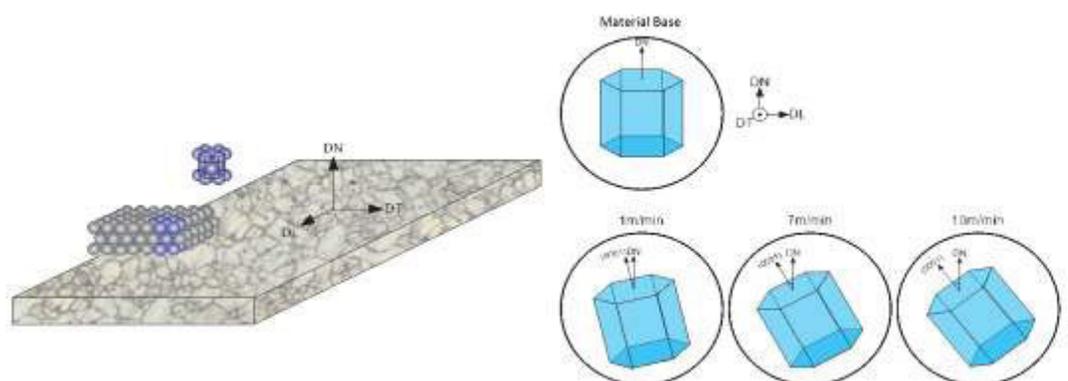


Figura 5.10 - Modificação da textura em relação ao material base. DN – Direção Normal à chapa, DL – Direção de Laminação da chapa, DP – Direção de Processamento, DT - Direção transvesal ao processamento.

### 5.3 Stop Action Test

Os ensaios de *stop action tests* não produziram resultados válidos, pois ao final do processo não foi possível parar a ferramenta imediatamente, o que gerou uma ou mais rotações após o comando de parada da ferramenta na posição final. Portanto, para o presente estudo o ensaio não foi bem sucedido,

pois o objetivo do ensaio era verificar a posição do marcador de Ti em um momento entre o início e final de uma rotação da ferramenta durante o processamento.

#### 5.4 Ensaio de Dobramento

Os parâmetros analisados no ensaio de dobramento foram o ângulo formado assim que ocorreu a formação de trinca e a força para que ocorresse este início de trinca. A Figura 5.11 mostra os resultados dos ensaios de dobramento.

Os resultados do teste de dobramento mostram que com o aumento de velocidade de processamento mais fácil é o dobramento do material até um limite. Este limite é de 7m/min, o qual possui um maior ângulo de dobramento com uma menor força em relação ao material base. Com velocidades acima dessa, a força continua menor, mas o ângulo de dobramento é menor que o do material base. Isto pode ser explicado pela distribuição bimodal existente no material processado à 10m/min. Devido a esta distribuição o efeito de aumento de ductilidade é menor que o da amostra a 7m/min, pois o material possui uma quantidade considerável de grãos grandes (maiores que 4 $\mu$ m) como pode ser visto na Figura 5.6.

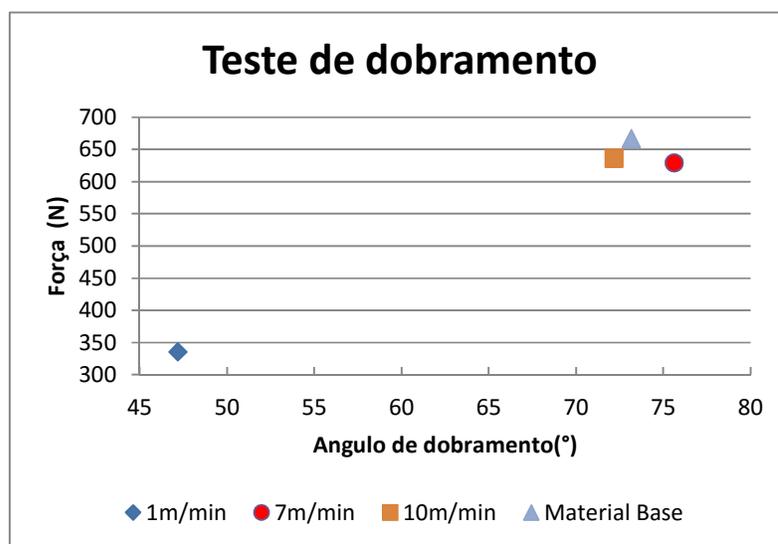


Figura 5.11 - Resultado dos ensaios de dobramento.

### 5.5 Ensaio de Microdureza Vickers

A Figura 5.12 mostra os resultados de microdureza do material base e das amostras processadas à 7 e 10m/min. Os resultados não mostram diferenças significativas entre as amostras. Este resultado sugere que o processamento não modifica a dispersão e o tamanho dos precipitados na região processada, o que era esperado para este material. Não é possível concluir, por este ensaio, se existe um ganho ou uma perda nas propriedades mecânica em tração do material, pois a solicitação no ensaio de dureza é compressiva. Desta forma, pode existir uma diferença entre as propriedades mecânicas em tração que, devido à limitação deste ensaio, não pôde ser verificada.

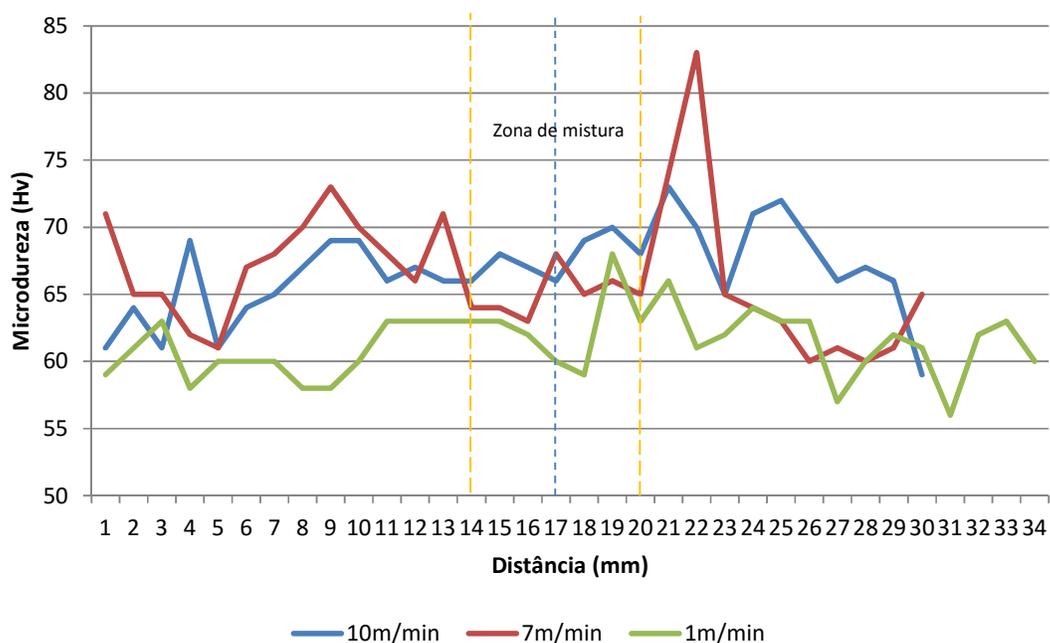


Figura 5.12 - Resultados do ensaio de micro Vickers.

### 5.6 Ensaio de Tração

As propriedades analisados no ensaio de tração foram módulo de elasticidade, tensão de escoamento e alongamento. Os valores esperados de módulo de elasticidade e alongamento devem ser próximos e os de tensão de escoamento devem ser diferentes sendo o material processado com maior tensão de escoamento visto que este possui um menor tamanho de grão.

Os valores obtidos para módulo de elasticidade, alongamento e tensão de escoamento estão resumidos na Tabela 5.1 e a Figura 5.13 (a) (material base) e Figura 5.13 (b) (material processado à 10m/min) mostra um dos 5 ensaios realizados em cada amostra. Verifica-se que o material base possui uma tensão de escoamento, o limite de resistência a tração, um alongamento e uma tenacidade superior ao do material processado. Estes resultados não eram, pois a região processada possui um refinamento dos grãos, o que aumenta a resistência mecânica do material e com uma pequena diminuição do alongamento e a tenacidade da amostra processada deveria ser maior visto que, pelo ensaio de dobramento, a ductilidade dela é próxima à do material base.

Tabela 5.1 - Resultados dos ensaios de tração.

Amostra	Módulo de Elasticidade (GPa)	Tensão de Escoamento (MPa)	Alongamento (%)
Metal base	41,8±1,4	188,6±3,0	12,8±0,3
Processada à 10m/min	40,9±1,7	135,0±1,7	2,4±0,2

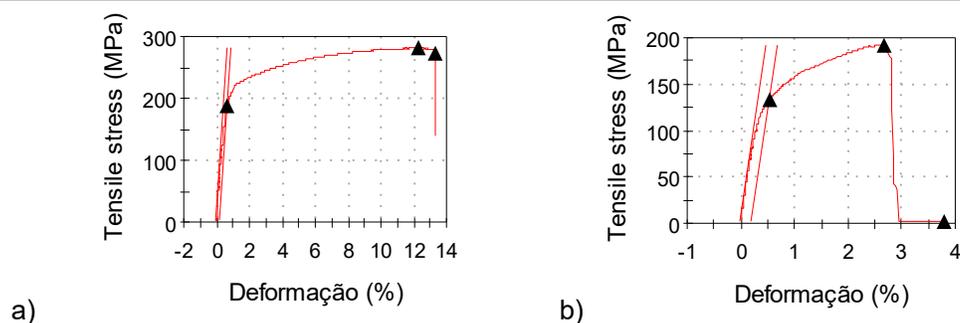


Figura 5.13 - Resultados dos ensaios de tração para o a) material base e b) material processado à 10m/min.

Para compreender os resultados obtidos foi realizada uma análise por MEV da região de fratura pós-ensaio de tração dos corpos de prova processados. Pela análise da fratura é possível verificar que a mesma teve início na região inferior da chapa, Figura 5.14. A fratura teve início na interface entre a região modificada e na região onde não ocorre modificação microestrutural devido ao processamento, pois o pino não chega a processar

até a base da chapa e pela análise da fratura fica visível a existência de uma interface entre a região processada e a base da chapa não processada.

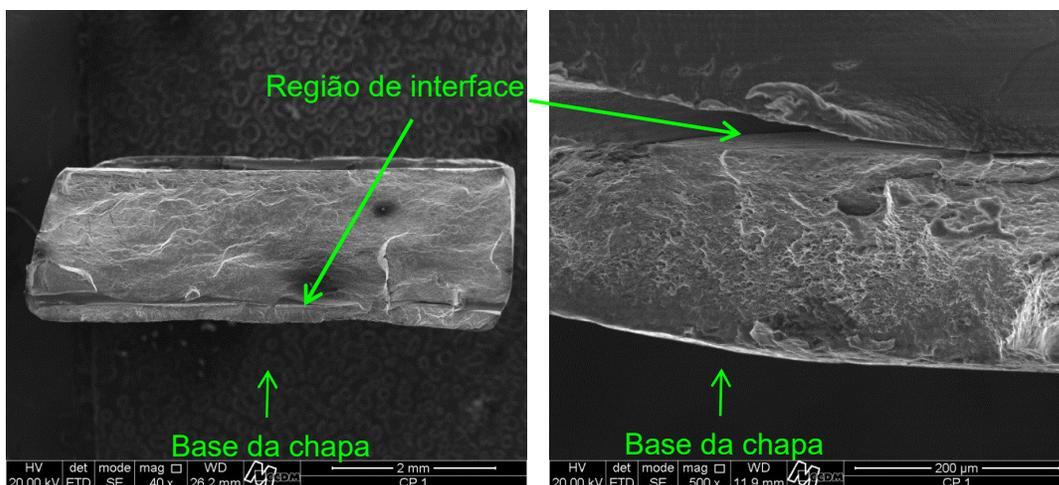


Figura 5.14 - Imagens da fratura por MEV.

Foram formuladas duas hipóteses do que pode ter ocorrido para explicar os resultados dos ensaios de tração. A primeira baseada nas relações de tensões e deformações existentes na união de chapas utilizando metal de adição e a segunda baseada na existência de defeitos que não foram encontrados nos ensaios preliminares do material após processamento.

A hipótese baseada na tensão e deformação aplicada pode ser explicada pela Figura 5.15 onde existe um esquema de duas situações distintas de solicitação de uma solda. Nesta figura está representado um ensaio de tração de uma solda na transversal (a) e em paralelo (b) a direção de solicitação. Uma peça onde há uma união por soldagem com adição de material existem três regiões distintas no caso de chapas do mesmo material: o metal base, o metal de adição e a zona afetada termicamente. Para simplificar o entendimento da hipótese proposta será considerada apenas o metal base e o metal de adição e será considerado que solda esteja livre de defeitos.

Na situação (a) da Figura 5.15 o metal de adição (região de união) está localizado na direção transversal a direção de aplicação da força de tração. Desta forma, as duas chapas (metal base) unidas e o metal de adição (faixa 2) estão submetidos a mesma tensão, pois não existe diferença de material ou microestrutura nas seções transversais a aplicação da força, como também não existem variações geométricas. Sendo assim, com a aplicação de uma

força de tração aumentando gradativamente a tensão aumenta também gradativamente e é a mesma em todas as seções transversais.

Com o aumento da tensão o material com menor limite de resistência a tração irá sofrer uma deformação maior antes do material com limite de resistência maior. O material com menor limite irá diminuir sua seção transversal (empescoçamento) primeiro com uma tensão relativamente baixa. Desta forma, a falha desta chapa ocorrera na região onde o material utilizado possuir o menor limite de resistência à tração, pois o mesmo se deforma com valores menores de tensão e portanto a tensão aplicada nunca chegará a valores que possam gerar uma deformação apreciável do material com maior valor de limite de resistência a tração.

Já na situação (b) da Figura 5.15 o metal de adição (região de união) se encontra paralelo à direção da aplicação da força de tração. Neste caso, cada seção transversal à aplicação da força possui uma variação de material, ou seja, se for analisado qualquer faixa da seção transversal (faixa 1, 2 ou 3) existe uma variação de material. Primeiro tem-se o metal base, logo após o metal de adição e novamente o metal base em uma mesma faixa transversal.

Desta forma, quando o material é submetido a uma força de tração, cada material é submetido a uma tensão específica. Isto ocorre porque cada material possui uma geometria e uma resposta específica a aplicação da força. Entretanto, todo o conjunto está submetido à mesma deformação, pois a aplicação da carga é no conjunto e não em cada região. Portanto a deformação é a mesma em todos os pontos e a tensão máxima existente no conjunto é a tensão aplicada ao material de maior resistência, mas existe uma variação das tensões em cada região do conjunto.

Sendo assim, o conjunto está limitado a falhar pelo material com menor deformação, ou seja, o material com menor alongamento irá falhar primeiro, pois como o conjunto está em uma situação onde a deformação é igual para todos os pontos o material que alonga menos irá falhar primeiro.

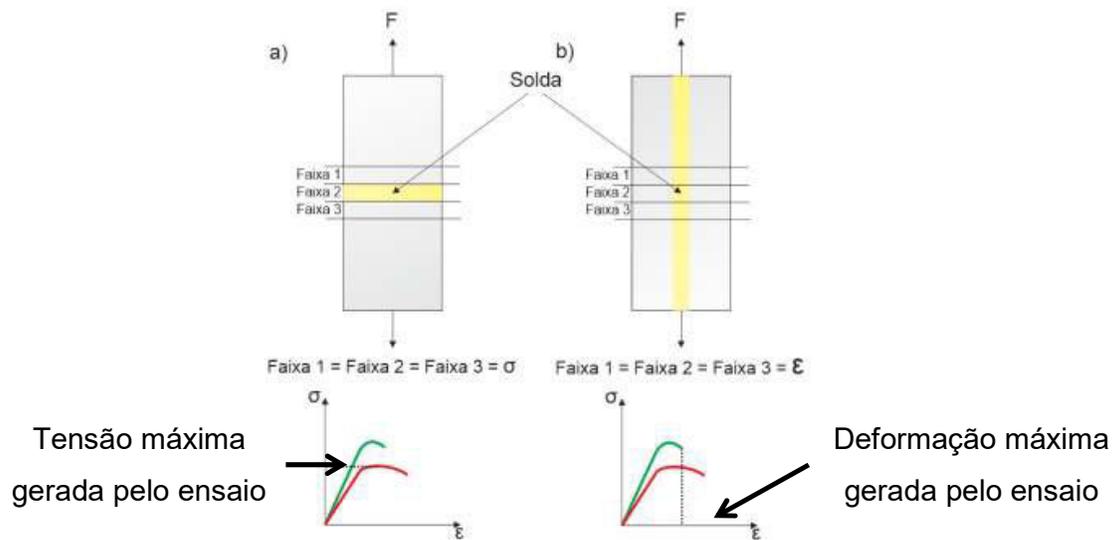


Figura 5.15 - Esquema de ensaio de tração com solda na a) transversal e em b) paralelo à sollicitação.

No caso do ensaio de tração do presente trabalho ocorre algo semelhante a situação (b). Existe uma faixa transversal à sollicitação onde não existem materiais diferentes, mas microestruturas diferentes como mostra a Figura 5.16. As duas regiões possuem o mesmo módulo elástico como verificado no ensaio de tração, mas possuem alongamentos diferentes.

Assim sendo, o ensaio de tração testou o material de menor alongamento, que para este caso particular também é o de menor resistência, pois os módulos são iguais. Isto explica o início da fratura na região da base da chapa e o porquê da baixa deformação e baixa tensão de escoamento no ensaio de tração.

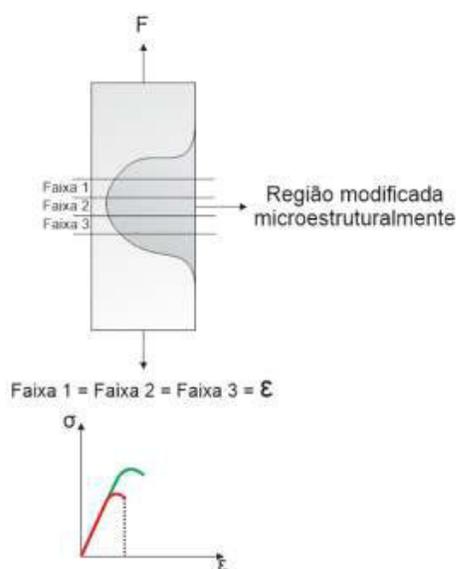


Figura 5.16 - Esquema do ensaio de tração da amostra processada.

Esta resistência menor da região da base da chapa pode ser devido a um alongamento dos grãos e/ou crescimento dos grãos desta região que sofreram aplicação de pressão e temperatura durante o processamento. Entretanto, para a aceitação desta teoria foi necessário verificar se as amostras processadas possuíam algum tipo defeito, mesmo já tendo sido realizado estas avaliações para a aceitação dos parâmetros de processamento.

Sendo assim, para descartar a possibilidade de defeitos foram realizadas metalografias nos corpos de prova processados que não foram submetidos ao ensaio de tração, bem como também foi realizado metalografia na amostra processada utilizada para o ensaio de EBSD.

A Figura 5.17 mostra a micrografia da região processada da amostra que foi utilizada para realizar o ensaio de EBSD. Como é possível observar, existe uma região no centro da secção transversal da chapa que foi processada com coloração diferente do restante da chapa. Esta região possui um formato semelhante ao fluxo de material existente nas regiões da borda da ferramenta como evidenciado no estudo de fluxo de material na Figura 5.4. Foi realizado um ensaio de EDS nesta região nos pontos 1 e 2. A Tabela 5.2 mostra o resultado desta análise. Nestas regiões teor de oxigênio existente é muito alto comparado com o teor de oxigênio existente nesta liga [11]. Isto sugere que esta região é formada por óxidos.

Estes óxidos provavelmente foram inclusos durante o processamento e são advindos da região superficial da amostra ou sofreram oxidação durante o processamento.

A análise desta amostra não indicou existência de falta de preenchimento ou algum tipo de defeito que gerasse uma fratura como a verificada na Figura 5.14. A amostra processada a 10m/min analisada por EBSD foi a mesma testada no ensaio de dobramento. Portanto esta amostra possuía óxidos inclusos na região processada, mas não defeitos que gerasse uma delaminação como vista na Figura 5.14. Desta forma a hipótese referente a tensão e deformação vista anteriormente pode ser uma realidade.

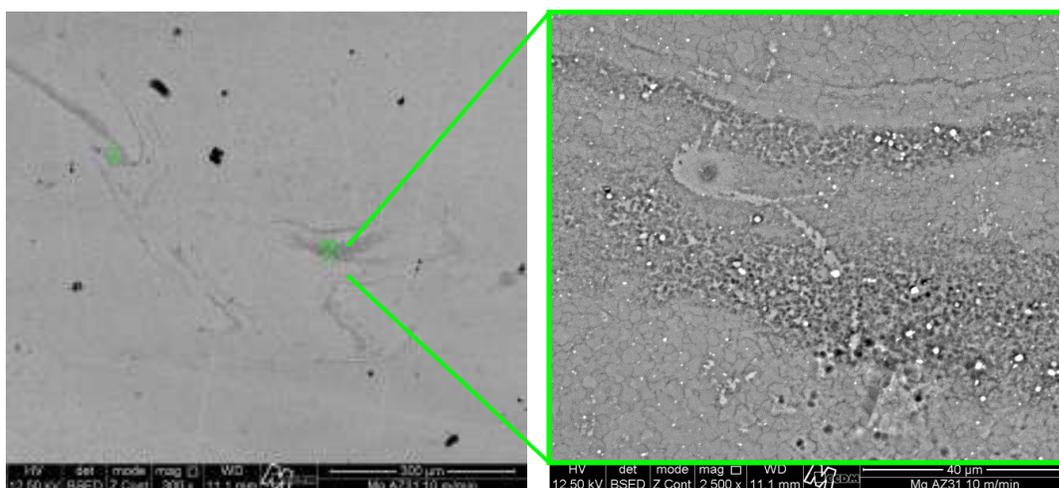


Figura 5.17 - Micrografias da amostra processada a 10m/min utilizada para o ensaio de EBSD por MEV.

Tabela 5.2 - Resultados da análise de EDS da amostra utilizada no ensaio de EBSD.

Elemento	Teor em Massa (%)	
	Ponto 1	Ponto 2
C	5,6	5,79
O	14,5	17,9
Mg	71,57	68,15
Al	5,34	5,31
Si	0,93	0,99
Zn	2,06	1,85

Como não foram encontradas evidências de defeitos na amostra analisada por EBSD, que causariam uma fratura como a analisada anteriormente foi realizada uma segunda metalografia no corpo de prova de tração que não foi ensaiado. A Figura 5.18 mostra os resultados obtidos desta metalografia. Como pode ser observado, a amostra processada à 10m/min utilizada para os ensaios de tração possui um defeito de preenchimento na região logo abaixo ao final do pino. Isto se deve a alta velocidade de processamento que arrastou parte do material nesta região o que gerou uma região vazia ao invés de uma adesão entre as regiões de não processamento e a processada. Este corpo de prova quando submetido ao ensaio de tração sofreu uma fratura prematura devido à existência deste defeito de preenchimento, que também foi encontrado por Babu et al [36]. Este defeito, por gerar um vazio e conseqüentemente uma falta de adesão entre a região processada e a região não processada fragilizou a amostra. Desta forma o ensaio de tração não foi um ensaio conclusivo sobre as possíveis propriedades existentes em um material processado à 10m/min.

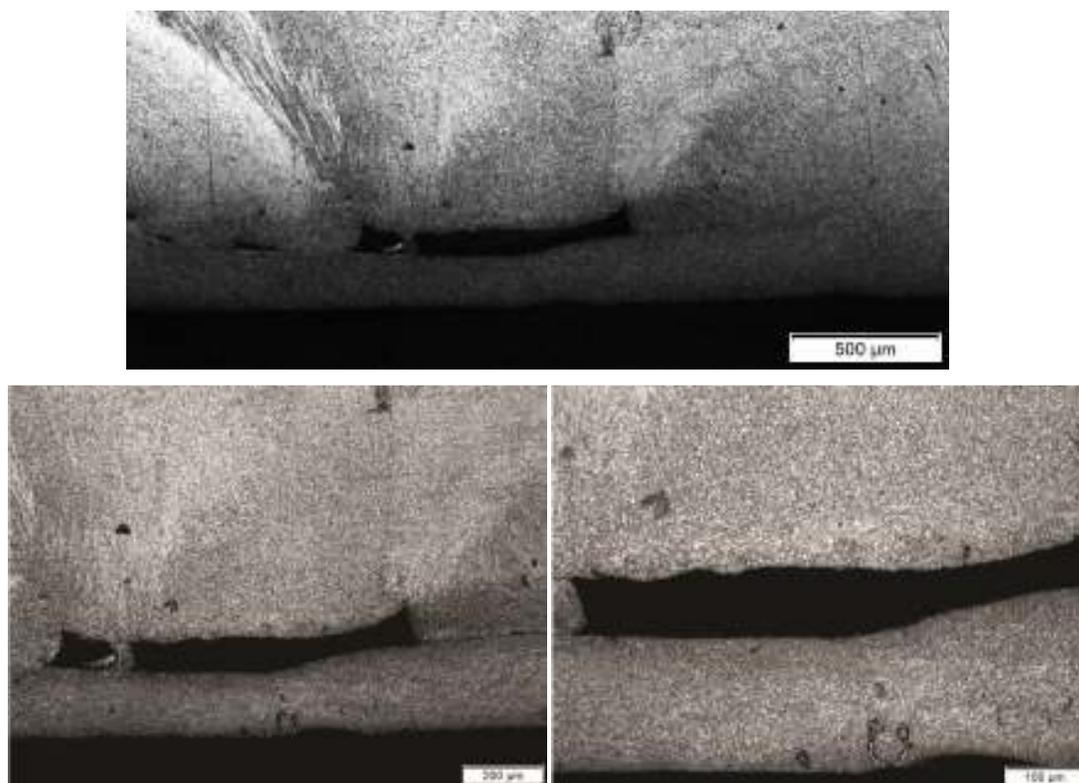


Figura 5.18 - Falta de preenchimento encontrado no corpo de prova de ensaio de tração.

Destas análises foi possível compreender que os parâmetros de processamento utilizados neste trabalho para a realização do processamento a 10m/min estão no limite entre a geração de defeitos e um processamento adequado. Modificações nos ângulos de processamento e na ferramenta são possíveis formas para realizar um processamento adequado [36].

### 5.7 Comparação de tamanhos de grão

Para verificar se existem vantagens do processamento a altas velocidades em relação aos processamentos convencionais, foi realizada uma comparação entre os tamanhos de grão obtidos em alguns estudos utilizando o processamento a baixas velocidades na liga AZ31 com os resultados obtidos neste trabalho. A Tabela 5.3 mostra os tamanhos de grão obtidos por cada estudo encontrado e a velocidade utilizada durante o processamento.

Tabela 5.3 - Relação dos tamanhos de grão obtidos em diferentes estudos na região da zona de mistura utilizando FSP em ligas de Magnésio AZ31.

Autor	Velocidade de processamento (mm/min)	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )
C. I. Chang; X. H. Du e J. C. Huang [37]	33	0,28 <sup>(1)</sup>
B. Mansoor e A. K. Ghosh [38]	127	0,8 <sup>(2)</sup>
C. I. Chang, C. J. Lee e J. C. Huang[39]	90	2,5
Sato et al [40]	720	2,7 <sup>(3)</sup>
A. A. Nia, H. Omidvar e S. H. Nourbakhsh [41]	58	3,4 <sup>(4)</sup>
W. Wen; W. Kuaishe; G Qiang e W. Nan [42]	30	4,2
G. Venkateswarlu et al.[43]	40	5,1
W.Y. Li et al. [44]	42	6,8
S. R. Babu; S. Pavithran; M. Nithin e B. Parameshwaran [36] [45]	75	10
R. Xin et al. [46]	90	12
B. Darras e E. Kishta[47]	550	13,3 <sup>(5)</sup>
W. Woo et al [48]	58	17
<b>Resultados deste trabalho</b>	<b>10000</b>	<b>2,4</b>

(1) Foi utilizado resfriamento com Nitrogênio líquido.

(2) A liga utilizada foi a ZK60.

(3) A liga utilizada foi a AZ91.

(4) Foi utilizado resfriamento água.

(5) Processo realizado sob água gelada.

Como pode ser observado na Tabela 5.3 não existe uma correlação entre a velocidade de processamento e o tamanho de grão. Esta correlação não existe, pois existem outros parâmetro a serem considerados como tipo,

rotação e ângulo da ferramenta que possuem grande influencia no processamento. O trabalho que teve o resultado com menor tamanho de grão [35] foi realizado com resfriamento de Nitrogênio líquido logo após o processamento. Este procedimento evita que os grãos cresçam, mas não são economicamente viáveis. O segundo a obter um tamanho de grão também refinado foi realizado com a liga de magnésio ZK60 [36], desta forma não é possível uma comparação entre esta liga e a utilizada neste trabalho.

Os trabalhos que obtiveram tamanho de grão com valores próximos ao do presente trabalho utilizaram velocidade de avanço de 90 e 720mm/min sem a utilização de resfriamento forçado [37,38]. Desta forma, estes dois trabalhos apresentaram resultados considerados bons em relação ao refinamento de grão, mas para a utilização em escala industrial as velocidades utilizadas são muito baixas.

O presente trabalho além de conseguir um alto refinamento de grão (2,4  $\mu\text{m}$ ) como os apresentados por Mansoor et al. [36] e Chang et al. [37] realizou o refinamento com alta velocidade. A velocidade utilizada neste trabalho é quase 14 vezes maior que a velocidade mais rápida utilizada nos estudos encontrados. Sendo assim, o presente trabalho mostrou que existe possibilidade de se obter um bom refinamento da microestrutura de chapas de Magnésio AZ31 com altas velocidades de processamento, demonstrando ter aplicabilidade industrial.

## 6 CONCLUSÃO

Pelos resultados obtidos nos ensaios foi possível concluir para a liga de magnésio AZ31 submetida ao processamento de fricção e mistura (FSP) que:

1. O processamento à 1m/mm gera um padrão de fluxo de material em ondas. Estas ondas são formadas a cada rotação da ferramenta a uma distância de 0,4mm da base da chapa. Também é possível observar um padrão na transversal ao processamento regido inicialmente na superfície pela camisa, ao longo da espessura da chapa existe uma competição entre a camisa e o pino, e finalmente na base é dominado pelo pino.
2. O tamanho de grão diminui com o aumento da velocidade de 1 para 7m/min. Com o aumento de 7 para 10m/min a diferença da média de tamanho de grão não é significativa, mas a 10m/min ocorre à formação de distribuição bimodal de tamanho de grão na região analisada.
3. O material não recristaliza à 1m/mm, com o aumento da velocidade para 7m/min ocorre recristalização total e com velocidade de 10m/min além da recristalização ocorre o crescimento de parte dos grãos.
4. Inicialmente o material base possui textura com os planos basais paralelos a superfície da chapa e, após o processamento, esta textura modifica-se. Os planos basais ficam inclinados na direção oposta a direção de processamento em relação a superfície da chapa. Quanto maior a velocidade maior a inclinação da textura em relação à textura do material base.
5. O ensaio de dobramento mostra que existe um ganho de ductilidade após o processamento à 7m/min. Este ganho de ductilidade foi muito maior que na amostra processada à 1m/min. Em relação a amostra processada à 10m/min a diferença é na força aplicada é pequena, mas o ângulo de dobramento é maior à 7m/min.

6. O ensaio de tração não testou a região processada, pois mesmo após análises preliminares os corpos de prova utilizados neste ensaio possuíam defeitos de preenchimento. Desta forma, os resultados obtidos foram mascarados pelos defeitos existentes nos corpos de prova.
7. O processamento a altas velocidades se mostrou vantajoso, pois consegue obter tamanhos de grão reduzidos em tempos menores da mesma forma que processamentos lentos. No entanto, os parâmetros a altas velocidades precisam ser ajustados para evitar a formação de defeitos como falta de preenchimento.

Contudo, é possível verificar que o processamento a altas velocidades grão. Devido aos parâmetros de processamento estarem próximos do limite da geração de defeitos e do processamento adequado, estudos devem ser realizados afim de refinar os parâmetros e conseguir um processamento livre de defeitos.

## 7 REFERÊNCIAS

- [1] AGHION, E.; BRONFIN, B.; ELIEZER, D. The role of the magnesium industry in protecting the environment. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 117, n. 3, p. 381-385, 2001.
- [2] ROSKILL. *Magnesium Metal: Global Industry Markers & Outlook*. United Kingdom. v. 11, p. 388, 2013.
- [3] JOHNSON, R.; THREADGILL, P. Friction Stir Welding of Magnesium Alloys. In: *Magnesium Technology*. Nashville: TMS, p. 147-152. 2003.
- [4] THARUMARAJAH, A.; KOLTUN, P. Is there an environmental advantage of using magnesium components for light-weighting cars? *Journal of Cleaner Production* v15, n. 11–12, p 1007–1013, 2007.
- [5] THOMAS, W.M. et al. Friction Stir Butt Welding. GB Patent 9125978-8, 6 dez. 1991.
- [6] MISHRA, R. S.; MA, Z. Y. Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, v. 50, n. 1-2, p. 1-78, 2005.
- [7] SEIDEL, T. U.; REYNOLDS, A. P. Visualization of the Material Flow in AA2195 Friction-Stir Welds Using a Marker Insert Technique. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 32A, p. 2879-2884, 2001.
- [8] SCHMIDT, H. N. B.; DICKERSON, T. L.; HATTEL, J. H. Material flow in butt friction stir welds in AA2024-T3. *Acta Materialia*, v. 54, n. 4, p. 1199-1209, 2006.
- [9] REYNOLDS, A. P. Flow visualization and simulation in FSW. *Scripta Materialia*, v. 58, n. 5, p. 338-342, Viewpoint set no. 43. 2008.
- [10] DARRAS, B.M.; KHRAISHEH, M.K.; ABU-FARHA, F.K.; OMAR, M.A. Friction stir processing of commercial AZ31 magnesium alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 191, n. 1–3, p 77–81, 2007.
- [11] ASM Internacional Handbook Committee. *ASM specialty Handbook: Magnesium and magnesium alloys*. Materials Park, Ohio. USA, 1999.
- [12] MATWEB Material Property Database. Disponível em: <<http://www.matweb.com/>>. Acesso em: 20 dez. 2013.
- [13] MORDIKE, B. L.; EBERT, T. Magnesium: Properties -- applications -- potential. *Materials Science and Engineering A*, v. 302, n. 1, p. 37-45, 2001.

- [14] PICARD, J.F. Microstructural Features and Mechanical Performance of High Speed Friction Stir Welded 2mm-thick Magnesium Alloy AZ31. GKSS Research Report. p.67. 2006.
- [15] PINHEIRO, G.A. Local Reinforcement of Magnesium Components by Friction Processing: Determination of Bonding Mechanics and Assessment of Joint Properties. GKSS Research Report. p.180, 2008.
- [16] YOSHINAGA, H.; HORIUCHI R. Deformation mechanisms in magnesium single crystals compressed in the direction parallel to the hexagonal axis. The Japan institute metals. 1963.
- [17] CELLOTO, S. TEM Study of Continuous Precipitation in Mg-9Wt%Al-1Wt%Zn Alloy. Acta Materialia. v48, p. 1775-1787, 2000.
- [18] CELLETO, S; BASTOW, T.J. Study of precipitation in aged binary Mg-Al and ternary Mg-Al-Zn alloys using  $^{27}\text{Al}$  NMR spectroscopy. Acta Materialia. v.49, p. 41-51, 2001.
- [19] BRASZCZYŃSKA-MALIK, K.N. Discontinuous and continuous precipitation in magnesium-aluminum type alloys. Journal of Alloys and Compounds. 477 (1-2): p. 870-876. 2009.
- [20] R.H. BRICKNELL, J.W. EDINGTON, Acta Metall. 1991, A 22, 2809.
- [21] MORISADA, Y.; FUJII, H.; NAGAOKA, T.; FUKUSUMI, M. Effect of friction stir processing with SiC particles on microstructure and hardness of AZ31. Materials Science Engineering. A 433, p. 50-54, 2006.
- [22] THREADGILL, P. L.; LEONARD, A. J.; SHERCLIFF, H. R.; WINTHERS, P. J. Friction stir welding of aluminium alloys. International Materials Reviews. v. 54, No. 2. 2009.
- [23] KWON, Y. J.; SAITO, N.; SHIGEMATSU, I. Friction Stir Process as a new manufacturing technique of ultrafine grained aluminium alloy. Journal of Materials Science Letter. v.21, p. 1473-1476, 2002.
- [24] NEITE, G., et al. Magnesium-Based Alloys, in Structure and properties of nonferrous alloys, K.H. Matucha, Editor. VCH Verlagsgesellschaft mbH: Weinheim (Germany). p. 113-212, 1996.

- [25] LOMOLINO, S.; TOVO, R.; DOS SANTOS, J. F. On the fatigue behavior and design curves of friction stir butt-welded Al alloys. *International Journal of Fatigue*, v. 27, p. 305-316, 2005.
- [26] LIECHTY, B. C.; WEBB, B. W. Flow field characterization of friction stir processing using a particle-grid method. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 208, n. 1-3, p. 431-443, 2008.
- [27] DICKERSON, T.; SHERCLIFF, H. R.; SCHMIDT, H. A weld marker technique for flow visualization in friction stir welding. *Fourth International Symposium on Friction Stir Welding*, v. 4, p. 1-12, 2003.
- [28] PRANGNELL, P. B.; HEASON, C. P., Grain structure during friction stir welding observed by 'stop action technique'. *Acta Materialia*, p. 1-14, 2005.
- [29] ASTM E290-09 Standard Test Methods for Bend Testing of Material for Ductility. ASTM, 2009.
- [30] ASTM E190-92(1997) Standard Test Method for Guided Bend Test for Ductility of Welds. ASTM, 1997.
- [31] ASTM 384-11e1 Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. ASTM, 2011.
- [32] ASTM E9-09 Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature. ASTM, 2009.
- [33] ASTM B557-14 Standard Test Methods for Tension Testing Wrought and Cast Aluminum- and Magnesium-Alloy Products. ASTM, 2014.
- [34] HUMPHREYS, F. J., HATHERLY, M., Recrystallization and related annealing phenomena. Second Edition. Elsevier 2004.
- [35] SUHUDDIN, U., MIRONOV, S., TAKAHASHI, H., SATO, Y., KOKAWA, H., LEE, C. W., Grain Structure Formation Ahead of Tool During Friction Stir Welding of AZ31 Magnesium Alloy. *Solid State Phenomena*. v. 160, p. 313-318, 2010
- [36] BABUA, S.R.; PAVITHRANB, S.; NITHINB, M.; PARAMESHWARANB, B., Effect of Tool Shoulder Diameter during Friction Stir Processing of AZ31B alloy sheets of various thicknesses. 12th Global Congress on Manufacturing and Management, GCMM.p. 800-809, 2014.

- [37] CHANG, C. I.; DU, X. H.; HUANG, J. C., Achieving ultrafine grain size in Mg–Al–Zn alloy by friction stir processing. *Scripta Materialia* 57, p. 209–212, 2007.
- [38] MANSOOR, B.; GHOSH, A.K., Microstructure and tensile behavior of a friction stir processed magnesium alloy. *Acta Materialia* 60, p. 5079–5088, 2012.
- [39] CHANG, C. I.; LEE, C. J.; HUANG, J. C. , Relationship between grain size and Zener–Holloman parameter during friction stir processing in AZ31 Mg alloys. *Scripta Materialia* 51, p 509–514, 2004.
- [40] YU, Z., CHOO, H., FENG, Z., VOGEL, S. C., Influence of thermo-mechanical parameters on texture and tensile behavior of friction stir processed Mg alloy. *Scripta Materialia*, 2010.
- [41] NIA, A. A., OMIDVAR, H.; NOURBAKHS, S.H., Investigation of the effects of thread pitch and water cooling action on the mechanical strength and microstructure of friction stir processed AZ31. *Materials and Design* 52, p. 615–620, 2013.
- [42] Wen, W.; Kuaishe, W.; Qiang G.; Nan, W., Effect of Friction Stir Processing on Microstructure and Mechanical Properties of Cast AZ31 Magnesium Alloy. *Rare Metal Materials and Engineering* 41(9), p. 1522-1526, 2012.
- [43] Venkateswarlu, G.; Singh, A. K.; Davidson, J.; Tagore, G. R., Effect of microstructure and texture on forming limits in friction stir processed AZ31B Mg alloy. *J Mater Res Technol* 2 (2), p. 135–140, 2013.
- [44] LI, W.Y.; FUA, T.; HÜTSCH, L.; HILGERT, J.; WANG, F.F.; DOS SANTOS, J.F.; HUBER, N., Effects of tool rotational and welding speed on microstructure and mechanical properties of bobbin-tool friction-stir welded Mg AZ31. *Materials and Design* 64, p. 714–720, 2014.
- [45] BABU, S. R.; KUMAR, V. S. S.; REDDY, G. M.; KARUNAMOORTHY, L., Microstructural changes and Mechanical properties of friction stir processing extruded AZ31B alloy. *Procedia Engineering* 38, p. 2956-2966, 2012.
- [46] XIN, R.; LIU, D.; LI, B.; SUN, L.; ZHOU, Z.; LIU, Q., Mechanisms of fracture and inhomogeneous deformation on transverse tensile test of friction-stir-

processed AZ31 Mg alloy. *Materials Science & Engineering A* 565, p. 333–341, 2013.

[47] DARRAS, B.; KISHTA, E, Submerged friction stir processing of AZ31 Magnesium alloy. *Materials and Design* 47, p. 133–137, 2013.

[48] WOO, W.; CHOO, H.; PRIME, M. B.; FENG, Z.; CLAUSEN, B., Microstructure, texture and residual stress in a friction-stir-processed AZ31B magnesium alloy. *Acta Materialia* 56, p. 1701–1711, 2008.