

Universidade de São Paulo Escola de Engenharia de São Carlos Departamento de Engenharia de Materiais



# TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

# ESTUDO DA SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA DE JUNTAS SOBREPOSTAS DE MAGNÉSIO ZK60-RE

ALUNA: Bruna Callegari

ORIENTADOR: Prof. Dr. Haroldo Cavalcanti Pinto

São Carlos

2015

# BRUNA CALLEGARI

# ESTUDO DA SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA DE JUNTAS SOBREPOSTAS DE MAGNÉSIO ZK60-RE

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo

Curso de Engenharia de Materiais e Manufatura

ORIENTADOR: Prof. Dr. Haroldo Cavalcanti Pinto

São Carlos

2015

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

Callegari, Bruna
 Estudo da soldagem por fricção e mistura mecânica de juntas sobrepostas de magnésio ZK60-RE / Bruna Callegari; orientador Haroldo Cavalcanti Pinto. São Carlos, 2015.

 Monografia (Graduação em Engenharia De Materiais e Manufatura) -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2015.
 Ligas de magnésio. 2. Mischmetal. 3. Fundição com agitação mecânica no estado semi-sólido. 4. Soldagem por fricção e mistura mecânica. I. Título.

## AGRADECIMENTOS

Ao Professor Dr. Haroldo Cavalcanti Pinto, meu orientador, ao qual não poderia deixar de agradecer pela confiança que depositou em mim no tempo em que trabalhamos juntos, e por seu modo enérgico de incentivo e apoio;

À Professora Dra. Luciana Montanari, primeira docente com quem eu tive contato dentro da Universidade, e que sempre se mostrou uma professora exemplar, disposta a conversar, ajudar e incentivar não apenas a mim, mas a todos os seus alunos;

À Professora Dra. Vera Lúcia Arantes, minha primeira orientadora de iniciação científica, por ter me introduzido com primor à pesquisa, e dado uma base sólida no aprendizado da mesma;

Ao Professor Dr. José Ricardo Tarpani, pelas dicas e por todo o apoio dado, principalmente ao longo dos últimos semestres;

À Professora Dra. Lia A. Stanciu e a Andrew T. Rosemberger, por terem me recebido de braços abertos e confiado em meu trabalho durante minha estadia de seis meses na Purdue University (West Lafayette, IN, EUA);

A Erenilton Pereira da Silva, pela presença em todas as etapas de desenvolvimento deste trabalho, e cuja colaboração e auxílio foram essenciais à sua finalização;

Ao pessoal do Instituto de Materiais Tecnológicos do Brasil, Ltda., empresa na qual realizei meu estágio, pela paciência durante meu aprendizado, e por tudo que me ensinaram e continuam ensinando;

À minha família e aos meus amigos, por todo o apoio dado durante minha graduação, pela paciência durante meus momentos de ansiedade e preocupação por vezes excessivos e, em especial, a meus pais, pelos ótimos exemplos de honestidade, esforço, dedicação e perseverança que constituem;

Ao Departamento de Engenharia de Materiais (EESC-USP), pela estrutura e suporte dados ao longo do curso e do desenvolvimento deste trabalho;

Ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), em Campinas - SP, e ao Helmholtz-Zentrum, em Berlim, pelos equipamentos e espaços concedidos para o desenvolvimento do trabalho.

## RESUMO

CALLEGARI, B. Estudo da soldagem por fricção e mistura mecânica de juntas sobrepostas de magnésio ZK60-RE. 2015. 78 p. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos.

O presente trabalho teve por objetivo estudar a soldabilidade por fricção e mistura mecânica de novas ligas de magnésio do tipo ZK60, modificadas com adições de terras raras (ZK60-RE), fabricadas pelo processo de fundição com agitação mecânica no estado semi-sólido. Para isto, realizou-se o estudo da liga com adição de 1,5% de *mischmetal* (mistura de terras raras) em termos de caracterização microestrutural das ligas como fundida e soldada, assim como da medição de tensão residual e microdureza nas soldas realizadas. Foi possível observar que a microestrutura resultante da fundição apresenta grãos de α-Mg com morfologia globular em uma matriz intergranular refinada. Quanto ao material soldado, foi possível observar que o aporte térmico introduzido durante o processo tem influência sobre sua microestrutura final e suas propriedades mecânicas, em termos de tensão residual e dureza.

**Palavras-chave:** Ligas de magnésio. *Mischmetal*. Fundição com agitação mecânica no estado semi-sólido. Soldagem por fricção e mistura mecânica.

## ABSTRACT

CALLEGARI, B. Estudo da soldagem por fricção e mistura mecânica de juntas sobrepostas de magnésio ZK60-RE. 2015. 78 p. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos.

This work aimed to study the friction-stir weldability of new ZK60-type magnesium alloys modified with rare earth additions (ZK60-RE) produced by semisolid state casting. For this, the study of the alloy with 1.5% *mischmetal* (mixture of rare earths) addition was carried with respect to the microstructural characterization of the alloys both as cast and weld, as well as the measurement of residual stresses and hardness of the produced welds. It was possible to observe that the resulting cast microstructure presents grains of  $\alpha$ -Mg with globular morphology in a fine matrix. As for the welded material, it was noticed that the heat input introduced during the welding process influences the final microstructure and mechanical properties of the weld, in terms of residual stress and hardness.

Keywords: Magnesium alloys. Mischmetal. Semisolid state casting. Friction stir welding.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Efeito da adição de Zr quanto ao tamanho de grão e microestrutura do Mg puro:
a) Mg puro (fratura); b) Mg puro (microestrutura); c) Mg com adição 0,7% em peso de Zr
(fratura) e d) Mg com adição 0,7% em peso de Zr (microestrutura) 29
Figura 2. Comparação das microestruturas de uma liga 357 de Al fundida a) pelo método
convencional e b) pela fundição no estado semi-sólido. Aumento de 200x 32
Figura 3. Representação do processo de soldagem por fricção e mistura mecânica 34
Figura 4. Regiões microestruturais em uma junta de Al 7075-T651 soldada por fricção e mistura mecânica com rotação de 400 rpm e avanço de 51 mm/min
Figura 5. Visão geral do forno (a, b), do batedor (c, d) e dimensões principais do batedor (e) utilizado para a fundição da liga estudada 40
Figura 6. Representação do processo de fundição da liga 41
Figura 7. Diagrama de fases Mg-Zn mostrando a composição da liga à temperatura de 615°C
Figura 8. Tarugo da liga produzido com remoção do batedor a) a uma temperatura abaixo de 615°C e b) a 615°C
Figura 9. Esquematização do bloco fundido e das chapas usinadas de seu corpo para soldagem
Figura 10. Ferramenta utilizada para a soldagem das chapas 44
Figura 11. Representação esquemática da soldagem das chapas 45
Figura 12. Montagem das chapas e equipamentos para a realização da soldagem 46
Figura 13. Planos cartesianos da amostra (S) e do laboratório (L) com os ângulos $\Psi e \phi$ correspondentes
<b>Figura 14.</b> Técnica sen <sup>2</sup> Ψ <b>49</b>
<b>Figura 15.</b> Esquematização do processo de difração de raio-x por energia dispersiva, indicando o ângulo 20 fixo e os ângulos $\psi$ e $\varphi$ de rotação da amostra <b>50</b>
Figura 16. Montagem do equipamento utilizado para análise de tensões residuais nas juntas soldadas na direção a) longitudinal e b) transversal
Figura 17. Representação do posicionamento das indentações para as medidas de dureza em uma das amostras ensaiadas52

 Figura 18. Tarugo obtido pelo processo de fundição em estado semi-sólido sob agitação

 mecânica
 53

Figura 19. Imagens por ERE da microestrutura da liga ZK60-1,5%RE......54

**Figura 20.** a) Seção transversal da junta produzida com rotação de ferramenta de 1000 rpm e velocidade de soldagem de 200 mm/min, e as imagens detalhadas por ERE: b) da ZTMA no lado de avanço; c), d) da ZTMA no lado de retrocesso; e), f) da ZM......**56** 

**Figura 22.** a) Seção transversal da junta produzida com rotação de ferramenta de 250 rpm e velocidade de soldagem de 50 mm/min, e as imagens detalhadas por ERE: b) da ZTMA no lado de retrocesso; c) da ZTMA no lado de avanço; d), e), f) da ZM......**59** 

Figura 25. Perfis de tensão residual da solda realizada com 250 rpm e 50 mm/min ....... 64

Figura 26. Perfis de tensão residual da solda realizada com 400 rpm e 50 mm/min ....... 64

# LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Importantes propriedades físicas do magnésio puro (99,9% em peso)
Tabela 2. Propriedades cristalinas e solubilização máxima dos elementos de liga usados no
magnésio 27
Tabela 3. Composição química da liga estudada39
Tabela 4. Torque e aporte térmico para as quatro condições de soldagem

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- AT: aporte térmico
- CFC: cúbica de face centrada
- ERE: elétrons retroespalhados
- ES: elétrons secundários
- HBR: dureza Brinell
- HC: hexagonal compacta
- HV: dureza Vickers
- RE: rare earth (terra rara)
- SAMG: soldagem a arco metálico com atmosfera gasosa
- SATG: soldagem a arco tungstênio com atmosfera gasosa
- SFMM: soldagem/solda por fricção e mistura mecânica
- ZM: zona de mistura
- ZTA: zona termicamente afetada
- ZTMA: zona termomecanicamente afetada

## LISTA DE SÍMBOLOS

- Al: alumínio
- Ce: cério
- La: lantânio
- Mg: magnésio
- Mn: manganês
- Nd: neodímio
- Pr: praseodímio
- Zn: zinco
- Zr: zircônio
- ω: velocidade de rotação da ferramenta [rpm]
- v: velocidade de avanço da ferramenta [mm/min]
- T: torque [N.m]
- ψ: ângulo azimutal [°]
- λ: comprimento de onda [nm]
- θ: ângulo entre o feixe incidente/refletido e o plano da amostra [°]
- d(hkl): espaçamento entre um determinado conjunto de planos (hkl) [nm]
- E(hkl): energia correspondente à linha de difração (hkl) [keV]
- h: constante de Planck [m<sup>2</sup>kg/s]
- c: velocidade da luz [m/s]
- φ: ângulo polar [°]
- $\epsilon^{I}_{\phi\psi}$ : deformação determinada a uma orientação dada por  $\phi \in \psi$ , na direção L3
- $\epsilon_{xx}$ : deformação associada à posição (x,x) no tensor de deformações
- $\sigma_{xx}$ : tensão associada à posição (x,x) no tensor de tensões [MPa]

v(hkl): coeficiente de Poisson do material na linha de difração (hkl)

Y(hkl): módulo elástico do material na linha de difração (hkl) [GPa]

 $\sigma_{\varphi\psi}:$  tensão associada à deformação  $\epsilon^{I}_{\phi\psi}$  [MPa]

 $\epsilon_{\phi\psi}(hkl)$ : deformação associada à linha de difração (hkl), determinada a uma orientação dada por  $\phi$  e  $\psi$ 

# SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 23
2 OBJETIVOS
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 25
3.1 O Magnésio 25
3.2 Efeitos da Adição de Elementos de Liga ao Magnésio
3.2.1 Zinco
3.2.2 Zircônio
3.2.3 Terras Raras
3.3 Fundição de Semi-Sólidos
3.4 Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica
4 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS
4.1 Materiais
4.2 Fundição
4.3 Soldagem
4.4 Caracterização Microestrutural 46
4.4.1 Liga Fundida 46
4.4.2 Juntas Soldadas 46
4.5 Tensão Residual 47
4.6 Microdureza
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO53
5.1 Fundição
5.2 Caracterização Microestrutural 53
5.2.1 Liga Fundida 53
5.2.2 Juntas Soldadas 55
5.3 Tensão Residual 62
5.4 Microdureza65
6 CONCLUSÃO
REFERÊNCIAS73

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, a preocupação com o aquecimento global e o consumo de energia tem apresentado um impacto significativo sobre a seleção de materiais no setor de transportes. Nos Estados Unidos, por exemplo, há regulamentações que estabelecem às fábricas de automóveis a redução de emissão de gases por seus veículos e a otimização da economia de combustível. Para atender a estes requisitos, uma das alternativas procuradas pelos fabricantes é a redução de peso dos veículos produzidos [1, 2]. Estima-se que uma redução de 10% no peso do automóvel implica em um aumento de 8 a 10% na economia de combustível [3].

Deste modo, a procura por materiais leves para aplicação na indústria automobilística tem aumentado. Consequentemente, materiais como aços e ferros fundidos vêm perdendo espaço para materiais alternativos, como metais mais leves e polímeros estruturais [1].

Neste cenário, o magnésio constitui uma excelente alternativa para aplicação na indústria de transportes, por ser o mais leve material estrutural conhecido [4]. Além da baixa densidade, ele também apresenta outras vantagens, como: custo relativamente baixo, alta resistência específica, alta condutividade térmica e alta resistência a interferências eletromagnéticas, quando comparado com aços, ligas de alumínio e polímeros de engenharia, e vantagens sobre compósitos no que diz respeito a fabricação, reparos e manutenção, por exemplo [5, 6].

Na indústria aeronáutica, o magnésio foi amplamente utilizado nas décadas de 1950 a 1970 em aeronaves comerciais (Boeing 707, 727, 737 e 747) e militares, bem como em motores de helicópteros e em estruturas de projéteis e satélites. Porém, seu uso decresceu significativamente nas últimas décadas devido a problemas de corrosão. No entanto, o cenário atual já citado do setor de transportes tem motivado o empenho em projetos que possam permitir o retorno do Mg, para aplicações em estruturas aeronáuticas mais leves. Exemplos são os projetos FP6 AEROMAG e FP6 MagForming, financiados pela União Européia e que reúnem diversas empresas e instituições de pesquisa, com o objetivo de desenvolver e processar ligas de Mg com propriedades mecânicas superiores às das ligas de Al aeronáuticas (classes 5000 e 2000) [5,7].

Além da suscetibilidade à corrosão, o Mg também apresenta outras desvantagens, como resistência mecânica e estabilidade térmica relativamente baixas [8]. Uma das principais séries comerciais de ligas de Mg é a série AZ (Mg-Al-Zn). No entanto, a temperatura máxima de operação da liga AZ91, por exemplo, é de apenas 125°C, devido à

baixa resistência à fluência, principalmente sob temperaturas elevadas [9]. Estas ligas também apresentam sérios problemas de corrosão.

Ligas do tipo ZK (Mg-Zn-Zr), por sua vez, apresentam-se promissoras por possuírem a maior resistência mecânica dentre as ligas de Mg, aproximando-se, neste aspecto, da liga de Al 7075. Porém, elas também apresentam problemas, como baixa plasticidade à temperatura ambiente e tendência à formação de trincas a quente. Uma alternativa para contornar estes problemas é a adição de elementos de terras raras (RE), os quais contribuem não apenas para o aumento da estabilidade térmica da liga, mas também para a resistência mecânica e à corrosão [10].

A crescente demanda por construções leves também exige o desenvolvimento de tecnologias de união adequadas para a montagem de partes estruturais de Mg, como, por exemplo, na carroceria de automóveis ou na fuselagem de aeronaves. Neste contexto, a tecnologia de soldagem por fricção e mistura mecânica (SFMM) representa uma rota promissora para ampliar as aplicações industriais do Mg. Por se tratar de um processo realizado no estado sólido, o cordão de solda não apresenta estruturas de solidificação e o problema relacionado a fases interdendríticas frágeis e causadoras de porosidade em ligas de Mg é eliminado. Através do aporte reduzido de calor, materiais de baixa soldabilidade em processos de fusão, como ligas de Al tratáveis termicamente (série 2000, por exemplo), podem ser soldados, sofrendo, geralmente, menores distorções em comparação com os processos de soldagem convencionais. As propriedades mecânicas resultantes são excelentes em diversos materiais metálicos [11-13]. Com relação ao Mg, estudos revelam que a eficiência das juntas é elevada, ficando entre 80 e 100% [11, 14].

## 2 OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivo estudar a soldabilidade por fricção e mistura mecânica de ligas de magnésio ZK60, modificadas com adição de 1,5% de terras raras (ZK60-RE), fabricadas por fundição com agitação mecânica no estado semi-sólido, realizando-se a caracterização microestrutural das ligas como fundida e soldada e a avaliação das tensões residuais de soldagem e dos perfis de microdureza nas soldas produzidas.

## **3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### 3.1 O Magnésio

Dentre todos os elementos, o Mg possui o oitavo maior número de Clarke (número relacionado à quantidade do elemento presente na superfície terrestre). Ele é considerado o quarto elemento mais abundante no planeta, sendo superado apenas por ferro, oxigênio e silício, e é o segundo metal mais abundante no mar, depois do sódio. Suas principais fontes são a dolomita e a magnesita, e sua fabricação pode ser feita pelo método de redução eletrolítica ou por redução térmica [8].

Algumas das principais vantagens do Mg e suas ligas são: a densidade mais baixa dentre todos os materiais metálicos estruturais, alta resistência específica, boa fundibilidade, boa soldabilidade (sob atmosfera controlada), e, quando comparado especificamente com materiais poliméricos, propriedades mecânicas superiores, resistência ao envelhecimento, melhor condutividade térmica e elétrica e reciclabilidade. No entanto, ele também apresenta algumas desvantagens, como: baixo módulo elástico, baixa resistência à fluência sob altas temperaturas, alto percentual de contração durante a solidificação, alta reatividade e baixa resistência à corrosão (exceto pelo Mg de alta pureza) [15]. Algumas propriedades físicas do magnésio estão apresentadas na **Tabela 1**.

A densidade do Mg é de 1,74 g/cm<sup>3</sup>, sendo muito inferior à do Al (2,7 g/cm<sup>3</sup>) e do aço (7,8 g/cm<sup>3</sup>). Este fator, somado à sua boa resistência específica, torna o Mg um forte candidato a escolha para projetos de componentes leves. No entanto, o potencial eletronegativo muito alto combinado com impurezas (principalmente ferro, níquel e cobre) sujeita suas ligas à corrosão galvânica, e isso as faz perder espaço no mercado [16]. Deste modo, pesquisadores vêm se empenhando com a finalidade de aumentar sua utilização.

Estrutura cristalina	Hexagonal compacta (HC)			
Parâmetro de rede "a"	0,32094 nm (±0,01%)			
Parâmetro de rede "c"	0,52107 nm (±0,01%)			
Razão c/a	1,6236			
Raio atômico	0,159 nm			
Ponto de fusão	648,8°C			
Calor latente de fusão	382 kJ/kg			
Potencial de oxidação	-2.4 V			

Tabela 1. Importantes propriedades físicas do magnésio puro. (Fonte: [16])

O magnésio raramente é utilizado em aplicações estruturais em sua forma pura, ou seja, sem elementos de liga [17]. As principais limitações ao seu uso isolado são seu baixo limite elástico de compressão e tração (21 MPa) e sua baixa dureza (37 HBR). Para que ele possa ser usado como material estrutural, sua resistência mecânica e sua ductilidade devem ser suficientes para suportar as solicitações de carregamento, tanto estáticas como dinâmicas. A resistência pode ser aumentada através de mecanismos de endurecimento, tais como formação de solução sólida, precipitação e encruamento, enquanto a ductilidade é melhorada através do refinamento de grão. Para atingir estes objetivos, o magnésio deve ser ligado a outros elementos [16].

## 3.2 Efeitos da Adição de Elementos de Liga ao Magnésio

A adição de elementos de liga ao magnésio é o meio mais efetivo de melhoras propriedades como resistência e ductilidade. Estas melhorias podem ocorrer diretamente, através do aumento do percentual de soluto em solução sólida, ou indiretamente, por mecanismos como desenvolvimento de fases intermetálicas ou de refinamento de grãos [16].

Os principais fatores que influenciam a metalurgia física das ligas são a estrutura hexagonal do Mg, com sua razão c/a, e o fato de que seu raio atômico permite uma combinação com uma ampla gama de elementos, cujos raios não diferem em mais do que 15% em relação ao raio do Mg. Além disso, a possibilidade de formação de soluções sólidas depende ainda da valência dos átomos e da afinidade química entre os elementos e o Mg. Os elementos mais comumente utilizados em ligas de Mg são alumínio, zinco, zircônio, prata, cério, ítrio e tório [17].

A melhoria nas propriedades mecânicas fica restrita pelo limite de solubilidade máximo destes elementos de liga no magnésio. De modo geral, o limite de solubilidade dos elementos no Mg diminui com a redução da temperatura. Isso torna o mecanismo de endurecimento por precipitação muito importante para as ligas. [16, 17]. A **Tabela 2** apresenta uma relação da solubilização máxima dos elementos utilizados neste trabalho: Zn, Zr e terras raras (La, Ce, Pr e Nd).

Elemento	Estrutura cristalina	Densidade [g/cm³]	Raio atômico	Razão c/a	Ponto de fusão [°C]	Limite de solubilidade máxima em Mg [%p]
Zn	HC	7,14	0,133	1,86	419,6	6,2 a 340⁰C
Zr	HC	6,57	0,159	1,59	1852	0,6 a 654ºC
Се	CFC	6,77	0,182	-	798	0,74 a 590⁰C
La	HC	6,15	0,187	1,619	920	0,22 a 600⁰C
Pr	HC	6,48	0,182	1,614	931	1,7 a 575⁰C
Nd	HC	7,00	0,181	1,614	1010	3,6 a 552⁰C

**Tabela 2.** Propriedades cristalinas e limite de solubilidade máximo dos elementos de ligausados no magnésio. (Fonte: [16])

### 3.2.1 Zinco

O zinco é, ao lado do alumínio, o elemento de liga de maior uso em magnésio. Durante a fusão e fundição, ele melhora a fluidez do material, mas pode também introduzir micro-porosidades no material fundido [18]. Também, ele age como refinador de grãos, o que resulta em um aumento da resistência, seguindo o conceito do efeito de Hall-Petch [18-22]. Por fim, ele também contribui para superar os efeitos prejudiciais de impurezas de ferro e de níquel sobre as propriedades de corrosão das ligas [23].

A solubilidade do Zn no Mg é máxima e igual a 6,2% em peso em uma temperatura de 340°C e diminui gradualmente com a temperatura, chegando a aproximadamente 1,1% em peso à temperatura ambiente. Através do controle da decomposição da solução sólida supersaturada de zinco por meio de tratamentos térmicos, é possível aumentar a resistência das ligas pelo mecanismo de endurecimento por precipitação [24-26].

Nas ligas como fundidas, a presença de zinco promove aumento na resistência à temperatura ambiente. Em concentrações de até 1% em peso, ocorre um aumento da ductilidade, e acredita-se que isto esteja ligado ao amaciamento induzido pelo zinco entre os planos prismáticos, fato que foi observado na deformação de monocristais [21]. Já para concentrações superiores a 1% em peso, o endurecimento por encruamento aumenta, coincidindo com diminuição da ductilidade, o que é atribuído a uma compensação do amaciamento pelo endurecimento por solução sólida com concentrações elevadas de soluto [27]. Sendo assim, o amolecimento promovido pelo deslizamento secundário é gradualmente compensado por endurecimento através de solução sólida em concentrações elevadas de solutos, aumentando, assim a resistência mecânica da liga [9-11].

Estudos afirmam que o Zn é muito mais eficiente do que o Al para endurecer o Mg sob concentrações elevadas de soluto. Em ligas rapidamente solidificadas, mostrou-se que o Zn endurece o Mg duas vezes mais que o Al, em função da concentração em peso [21].

## 3.2.2 Zircônio

O zircônio é um refinador de grão de eficiência muito elevada em ligas de magnésio de elevada pureza, ou seja, que contenham pouco ou nenhum AI, Mn, Si e Fe, já que o Zr forma compostos estáveis com estes elementos, prejudicando sua ação como refinador de grão [18, 28]. Portanto, ligas contendo Zn e terras raras constituem o principal grupo de ligas de Mg refinadas por Zr. Adições de aproximadamente 0,32%p de Zr causa uma redução dos grãos de alguns milímetros para 80-100 µm, sob taxas normais de

resfriamento [29]. A **Figura 1** mostra o efeito da adição do Zr quanto ao refino dos grãos e a microestrutura.

Acredita-se que, devido à semelhança entre os parâmetros de rede do Zr (a = 0,323 nm e c = 0,514 nm) e do Mg, partículas sólidas ricas em Zr, produzidas no início da solidificação da liga fundida, servem de substratos para a nucleação heterogênea dos grãos de Mg durante a solidificação [19, 23]. O controle do refinamento de grão pelo Zr pode fazer com que a microestrutura final seja constituída por grão equiaxiais ou nodulares, o que aumenta a uniformidade estrutural da liga [30]. Estudos mostraram que a adição de Zn em teores de até 4%p faz com que a solubilidade do Zr no Mg aumente, o que torna o sistema Mg-Zn-Zr extremamente atrativo [31, 32]. Este sistema, logo após o sistema Mg-Al-Zn, resulta em algumas das ligas de maior interesse e aplicabilidade [31].



**Figura 1.** Efeito da adição de Zr quanto ao tamanho de grão e microestrutura do Mg puro: a) Mg puro (fratura); b) Mg puro (microestrutura); c) Mg com adição 0,7% em peso de Zr (fratura) e d) Mg com adição 0,7% em peso de Zr (microestrutura). (Fonte: [33]).

#### 3.2.3 Terras Raras

Os elementos de terra rara mais investigados para adição em ligas de Mg são o cério, lantânio, praseodímio, neodímio, tório, ítrio e escândio. A adição de todos estes elementos resulta em melhoria da resistência das ligas. Além disso, mesmo pequenas adições podem ocasionar, também, refinamento de grão e aumento da ductilidade. A adição de terraras raras também reduz o intervalo de solidificação da liga, o que diminui a ocorrência de trincas em soldas, e melhora as propriedades de fundição da liga [16].

O efeito das terras raras sobre as propriedades mecânicas de magnésio depende da possibilidade de decomposição das soluções sólidas, a qual resulta na formação de dispersões de fases intermetálicas do tipo Mg-Zn-RE [34-36]. De modo geral, as ligas apresentam boas propriedades mecânicas, boa resistência à fluência sob altas temperaturas e boa estabilidade térmica, o que as torna interessantes para aplicações comerciais [36].

Eles formam dispersões de precipitados quimicamente estáveis, que possuem elevado ponto de fusão e maior dureza, aumentando o limite de resistência à temperatura ambiente e estabilizando a microestrutura durante solicitações mecânicas a temperaturas mais elevadas. As resistências à corrosão e à oxidação também são melhoradas, graças à formação de filmes óxidos densos a partir da presença de elementos RE em solução sólida.

Apesar de todos estes benefícios, existem poucas ligas comerciais contendo RE. Isso se deve ao elevado custo destes elementos. Eles podem ser adicionados ao magnésio individualmente ou em forma de mistura (*mischmetal*) e, apesar das diferenças de composição e propriedades entre as adições, ambas conferem características semelhantes à liga final [37]. No entanto, as misturas reduzem os custos da liga, o que é uma grande vantagem. O *mischmetal* mais conhecido entre eles é o cério-*mischmetal* (Ce-MM), composto majoritariamente por cério, lantânio, neodímio e praseodímio [16].

## 3.3 Fundição de Semi-Sólidos

As ligas de magnésio apresentam determinadas características, como boa fluidez e menor suscetibilidade à ocorrência de porosidade por hidrogênio, que conferem a elas uma boa fundibilidade, principalmente quando comparadas a outros metais, como alumínio e cobre [38]. Estes fatores, associados às dificuldades que o Mg impõe à sua conformação mecânica, devido à sua estrutura cristalina com poucos sistemas de escorregamento, por

exemplo, fazem com que a fundição corresponda à produção de 98% dos componentes à base de Mg para aplicações estruturais [23, 38, 39].

O Mg pode ser fundido por vários processos, como fundição sob pressão, fundição em molde permanente, fundição em areia e fundição em cera perdida. O tipo de processo escolhido interfere nas propriedades finais do material fundido. Atualmente, o processo mais utilizado para fundição do magnésio é o de fundição sob pressão [40].

Durante o processo de fundição sob pressão, o molde é pressionado por forças hidráulicas, sendo rapidamente preenchido pelo metal fundido. O metal solidifica a uma elevada taxa de resfriamento, o que resulta em um material com grãos refinados. No entanto, o metal é injetado de forma turbulenta durante o processo, o que pode ocasionar a ocorrência de porosidades [39].

Uma alternativa ao processo convencional de fundição sob pressão é a fundição de semi-sólidos. Nesta técnica de processamento, o material não é completamente fundido, apresentando-se apenas parcialmente líquido, com uma determinada fração sólida, sendo submetido a agitação mecânica [41]. Na fundição de semi-sólidos, a microestrutura dendrítica dá lugar a uma microestrutura globular. Isto ocorre porque a agitação mecânica causa uma multiplicação dos grãos que originam inicialmente as dendritas. Desta forma, estes grãos começam a crescer na forma de estruturas finas e equiaxiais. Se eles forem suficientemente pequenos e se apresentarem em quantidade suficientemente grande, continuarão crescendo mantendo esta estrutura quando submetidos a um resfriamento lento. Se a densidade de grãos for muito baixa, não ocorrerá a quebra da estrutura dendrítica [42]. A **Figura 2** compara as microestruturas de uma liga fundida pelo método convencional e na forma semi-sólida.



Figura 2. Comparação das microestruturas de uma liga 357 de Al fundida a) pelo método convencional e b) pela fundição no estado semi-sólido. Aumento de 200x. (Fonte: [43])

Esta técnica apresenta diversas vantagens em relação aos processos convencionais de fundição. Primeiramente, a temperatura de processamento é mais baixa (não atinge o ponto de fusão absoluto da liga), e a introdução de calor no metal é menor. Isto faz com que a vida útil dos equipamentos utilizados seja aumentada, enquanto o gasto de energia é reduzido. Também, o comportamento viscoso da massa semi-sólida faz com que o preenchimento do molde seja menos turbulento, reduzindo a ocorrência de aprisionamento de gás e, consequentemente, os níveis de porosidade no material fundido. Além disso, a contração devido à solidificação diminui proporcionalmente à fração de material solidificada dentro da massa, o que também reduz a porosidade, a ocorrência de trincas e a formação de rechupes, fazendo da técnica um processo *near net-shape*. A fundição de semi-sólidos também reduz a macrossegregação de elementos e melhora as propriedades mecânicas da liga, especialmente a tenacidade à fratura, devido à quebra da microestrutura dendrítica pela agitação [41, 43, 44].

Durante o processamento de semi-sólidos, a pasta apresenta um comportamento reológico tixotrópico e pseudoplástico, ou seja, sofre uma redução da viscosidade com o aumento da tensão ou da taxa de cisalhamento aplicada. Isto faz com que o uso de semi-sólidos seja interessante não apenas para fundições, mas também para processos de conformação [44-46].

### 3.4 Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica

Outra consequência da crescente necessidade de redução de peso é a importância do desenvolvimento de métodos de junção adequados para a montagem de partes estruturais de Mg. Entre as técnicas de junção mais comumente utilizadas para componentes de magnésio, destacam-se as tecnologias convencionais de soldagem por fusão a arco, como SAMG e SATG, soldagem a laser, e fixadores mecânicos de Al ou aço [9, 47].

No entanto, estas técnicas apresentam diversos problemas. No caso dos fixadores mecânicos, há os seguintes problemas: aumento de peso; ocorrência de corrosão galvânica; risco de perda de pré-tensionamento sob temperaturas elevadas, devido à fluência das partes de Mg, principalmente se a junção for feita com fixadores de aço. As desvantagens da soldagem a arco, por sua vez, são: necessidade de proteção da região de soldagem com gás inerte; ocorrência de crescimento de grão nas áreas adjacentes à solda, comprometendo a resistência mecânica do componente; tendência de combustão do Mg durante a fusão; no caso de soldagens de reparo, a necessidade de pré-aquecimento antes da soldagem e de alívio de tensões após, devido ao elevado nível de restrição das juntas. Já a soldagem a laser, de modo geral, constitui uma das rotas preferencias de junção, devido ao baixo aporte térmico, à alta velocidade de soldagem e à deformação reduzida. Porém, sua principal limitação é a tendência à ocorrência de porosidade [9].

Tendo em vista os problemas citados, a técnica de soldagem por fricção e mistura mecânica (SFMM), inventada no The Welding Institute (TWI), na Inglaterra, em 1991, surge como uma rota promissora para a união de componentes à base de Mg [9, 11, 47]. Por ser um processo realizado no estado sólido, os problemas associados à fusão de ligas de magnésio, como a ocorrência de trincas de solidificação, trincas de liquação e porosidades [9].

O processo consiste na inserção de uma ferramenta rotativa não consumível, composta por um pino e um ombro, no contato entre as partes a serem soldadas, e no movimento da mesma ao longo da linha de junção. A ferramenta aquece o material da junta, através do atrito, amolecendo-o, e seu movimento combinado de rotação e translação movimenta o material ao redor do pino, consolidando a junta [11]. A **Figura 3** mostra uma representação do processo de SFMM.



Figura 3. Representação do processo de soldagem por fricção e mistura mecânica. (Fonte: http://www.frictionstirlink.com/desc.html)

Devido ao fato de a ferramenta possuir diversos parâmetros geométricos, o movimento de material do redor do pino pode ser muito complexo [48]. Durante o processo de soldagem, o material sofre uma intensa deformação plástica, sob elevada temperatura, o que resulta na formação de uma microestrutura composta por grãos recristalizados finos e equiaxiais [49-52]. Esta estrutura refinada resulta em uma junta com boas propriedades mecânicas.

A soldagem por fricção e mistura mecânica apresenta inúmeras vantagens sobre os métodos convencionais de soldagem, tanto de natureza metalúrgica, como de natureza ambiental e energética. Algumas destas vantagens são: pouca distorção da peça, boa estabilidade dimensional, ausência de trincas, dispensa de gás de proteção, equipamento não consumível, redução de peso das estruturas [11].

Os parâmetros envolvidos na SFMM, e que determinam a qualidade da junta formada, são [11]:

 Geometria da ferramenta: é o parâmetro de maior influência sobre o processo, pois determina o fluxo do material e, por isso, dita a velocidade com a qual a soldagem pode ser realizada. Como dito anteriormente, ela é composta por um ombro e um pino, e possui as funções de aquecer localmente o material e fazê-lo fluir. A região de maior aquecimento é aquela de atrito entre o ombro da ferramenta e a superfície da junta. A geometria dos componentes da ferramenta varia, mas, geralmente, são utilizados ombros côncavos e pinos cilíndricos roscados.

- Velocidade de rotação (ω, rpm) e de avanço (ν, mm/min) da ferramenta: a rotação da ferramenta é responsável pela mistura do material ao redor do pino, enquanto a translação move o material da parte anterior do pino para a posterior, formando a solda. Quanto maior a velocidade de rotação, maior o atrito e, consequentemente, maior o calor gerado. Isto resulta em movimentação e mistura mais intensas do material.
- Ângulo de inclinação da ferramenta: uma inclinação adequada da ferramenta no sentido do avanço assegura que o ombro da ferramenta segure o material misturado e o mova de forma eficiente para a parte posterior do pino.
- Profundidade de penetração da ferramenta: uma penetração muito pequena faz com que o ombro não entre em contato com a peça, o que faz com que não haja movimentação adequada do material ao redor do pino. Já uma penetração muito grande, o ombro penetra na peça juntamente com o pino, formando uma cavidade no local da junta.
- Pré-aquecimento ou resfriamento: no caso de materiais com elevada temperatura de fusão, como aço ou titânio, pode-se realizar um pré-aquecimento das peças a serem soldadas, para que haja um fornecimento de calor extra ao processo, garantindo que a quantidade total de calor fornecido seja suficiente para a realização do processo. Já no caso de materiais com baixa temperatura de fusão, como alumínio ou magnésio, pode-se resfriar as peças anteriormente ao processo, para prevenir o crescimento exagerado de grãos recristalizados e a dissolução de precipitados que conferem dureza e resistência ao material.
- Configuração da junta: para o processo de SFMM, as juntas preferenciais são as sobrepostas e as de topo. No entanto, é possível produzir também outros tipos de juntas, de acordo com a necessidade.

Com relação à caracterização microestrutural, três regiões distintas são encontradas nas SFMM [11]:

 Zona de mistura (ZM): região que sofre intensa deformação plástica e aquecimento pelo atrito, desenvolvendo uma microestrutura recristalizada e refinada. No interior dos grãos recristalizados, há, geralmente, uma baixa densidade de discordâncias [49, 50]. A interface entre a ZM e o metal de base é relativamente difusa no lado de retrocesso, mas bem definida no lado de avanço [53]. Sob determinadas condições, é possível observar a ocorrência de uma estrutura similar à da casca da cebola, associada com o movimento de avanço do pino durante a rotação (*onion rings*). Além disso, a ZM é caracterizada pela ocorrência de texturas.

- Zona termomecanicamente afetada (ZTMA): região exclusiva do processo de SFMM, ocorre entre a zona de mistura e o material base, em ambos os lados da solda. A ZTMA sofre tanto os efeitos da temperatura como da deformação durante a soldagem. Consequentemente, caracteriza-se por uma microestrutura altamente deformada. Dependendo da taxa de deformação, pode apresentar ou não recristalização. Além disso, devido à elevada temperatura, pode apresentar dissolução de precipitados.
- Zona termicamente afetada (ZTA): região seguinte à ZTMA, é submetida ao efeito da temperatura, mas não sofre qualquer deformação plástica. Ela apresenta a mesma microestrutura do material base no que diz respeito ao tamanho e formato dos grãos, mas a estrutura dos precipitados apresenta-se diferente, devido à exposição à temperatura.

A **Figura 4** apresenta as regiões microestruturais em uma junta de Al 7075-T651 soldada por SFMM. Nela, é possível observar que a solda apresenta-se assimétrica. Isto é uma característica intrínseca desta técnica, devido à diferença de fluxo de material nos lados de avanço e de retrocesso, causada pelos movimentos combinados de rotação e avanço da ferramenta.



Figura 4. Regiões microestruturais em uma junta de Al 7075-T651 soldada por fricção e mistura mecânica com rotação de 400 rpm e avanço de 51 mm/min. (Fonte: [11])
Acredita-se, geralmente, que, devido à temperatura mais baixa de processamento, soldas feitas pelo processo de SFMM apresentem baixos valores de tensão residual. Porém, esta técnica exige uma fixação mais rígida das partes a serem soldadas, em comparação com os processos convencionais de soldagem, resultando em uma maior restrição. Esta restrição impede a contração das regiões da solda durante o resfriamento tanto na direção longitudinal como na transversal, resultando, assim, na ocorrência de tensões residuais em ambas as direções. Ainda assim, os valores obtidos são, geralmente, mais baixos do que aqueles encontrados em soldas produzidas por processos convencionais. Estudos mostram, de modo geral, que as tensões longitudinais apresentam-se trativas e com maior magnitude do que as transversais, as quais, por sua vez, apresentam-se compressivas [53, 54].

Com relação ao Mg, estudos mostram que a qualidade das SFMM é altamente sensível às velocidades de rotação e de avanço da ferramenta, sendo preferível uma combinação de altas rotações e baixos avanços. Além disso, a SFMM de ligas de Mg geralmente não resulta em formação de fases líquidas. Também, ela geralmente ocasiona a formação de grãos recristalizados refinados na zona de mistura, sendo que o aumento da velocidade de rotação e a diminuição da velocidade de avanço podem causar aumento do tamanho de grão, devido ao maior aporte térmico. Com relação à dureza, os valores encontrados na ZM são geralmente mais elevados, em comparação com o material d base, devido à estrutura mais refinada nesta região [55-62].

O Mg, que é um metal de estrutura hexagonal, possui no máximo quatro sistemas de escorregamento e, por isso, a maclação também é um importante mecanismo de deformação. Visto que a maclação, ao contrário do movimento de discordâncias, é um processo unidirecional, ela ocorrerá apenas em direções de deformação trativa, devido à razão c/a observada no Mg. Sendo assim, a formação de texturas na ZM pode favorecer a ocorrência localizada de maclação [63].

#### **4 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS**

#### 4.1 Materiais

A liga ZK60 modificada com 1,5% em peso de terras raras foi preparada utilizandose magnésio metálico, liga de adição Zirmax (Mg-33,3%Zr), zinco eletrolítico e *mischmetal* (55%p Ce, 24%p La, 15%p Nd, 4%p Pr). A **Tabela 3** indica a composição da liga trabalhada.

Elemento	Mg	Zn	Zr	Terras raras
% em peso	Bal.	6	1	1,5

Tabela 3. Composição química da liga estudada.

#### 4.2 Fundição

A liga foi obtida através do método de fundição em estado semi-sólido sob agitação mecânica. Para o processo, utilizou-se um forno resistivo contendo um batedor, projetado especificamente para o trabalho do grupo de pesquisa envolvido no Departamento de Engenharia de Materiais da EESC. Os cadinhos e batedores foram confeccionados em aço 1020. O forno ainda conta com uma serpentina, usada para acelerar as etapas de resfriamento com o mesmo ainda fechado, de modo a evitar a combustão do magnésio líquido em ar atmosférico. A **Figura 5** mostra o forno e o batedor utilizados.

Considerando-se que o magnésio é muito reativo com o oxigênio, a proteção da atmosfera do forno é feita da seguinte forma: uma bomba de vácuo é ligada e, quando a pressão chega em -0,65 bar, o fluxo de argônio é ligado em alta vazão (10 L/min), até que a pressão chegue a -0,05 bar, quando as resistências são ativadas (sempre com a bomba de vácuo ligada).



Figura 5. Visão geral do forno (a, b), do batedor (c, d) e dimensões principais do batedor (e) utilizado para a fundição da liga estudada.

A **Figura 6** contém um gráfico correspondente às etapas contidas no processo de fundição da liga, as quais foram planejadas com base no estudo do comportamento e das propriedades da liga estudada. A temperatura máxima alcançada foi de 815°C. A 813,5°C, o batedor foi acionados a uma rotação de 400 rpm. A 615°C, cessou-se a agitação e o batedor foi removido. O cadinho contendo a liga foi retirado do forno a 600°C e o material foi, em seguida, submetido à têmpera em água.



Figura 6. Representação do processo de fundição da liga.

É importante ressaltar que a temperatura de remoção do batedor foi estimada com base no diagrama de fases da liga Mg-Zn (elementos majoritariamente presentes). De acordo com o diagrama (**Figura 7**), a esta temperatura, para o teor de Zn na liga (6%), a fração de sólido presente na liga é de 50%. Testes anteriores mostraram que a remoção do batedor em temperaturas inferiores a 615°C, quando a fração de sólido é superior a 50%, compromete a integridade física do tarugo. Isto ocorre porque a viscosidade da massa apresenta-se mais elevada, devido à maior fração sólida. A **Figura 8** mostra tarugos fundidos na fase de teste, com diferentes temperaturas de remoção do batedor.

Foram fundidos dois tarugos, os quais possuíam seção quadrada com lado de 125 mm e 300 mm de altura.



Figura 7. Diagrama de fases Mg-Zn mostrando a composição da liga à temperatura de 615°C.



Figura 8. Tarugo da liga produzido com remoção do batedor a) a uma temperatura abaixo de 615°C e b) a 615°C.

# 4.3 Soldagem

Para os ensaios de soldagem, foram usinadas chapas ao longo da direção da altura dos blocos fundidos com dimensões finais de 5,5 mm de espessura, 120 mm de largura e 220 mm de comprimento. A **Figura 9** mostra um esquema do tarugo final e das chapas retiradas para soldagem.



Figura 9. Esquematização do bloco fundido e das chapas usinadas de seu corpo para soldagem.

Quatro juntas sobrepostas com espessura total de 11 mm foram produzidas utilizando-se um sistema RM1 - Manufacturing Technology, Inc., pertencente ao Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), localizado em Campinas (SP). A ferramenta era feita de aço GGD APT *knife steel* (aço prata), com um diâmetro de ombro de 30 mm e um pino cônico com diâmetro basal de 11 mm, altura de 10 mm e ângulo de abertura de 30°. A **Figura 10** mostra a ferramenta utilizada.



Figura 10. Ferramenta utilizada para a soldagem das chapas.

A soldagem foi realizada com uma inclinação de 1°, e o aporte térmico foi variado através do uso de quatro diferentes combinações de rotação da ferramenta e velocidade de soldagem:

- 1. 1000 rpm e 200 mm/min;
- 2. 1300 rpm e 200 mm/min;
- 3. 250 rpm e 50 mm/min;
- 4. 400 rpm e 50 mm/min.

De acordo com Wei e Nelson [64], o aporte térmico (AT) [kJ/mm] é dado por:

$$AT = \frac{2\pi\omega T}{1000v}$$
 Equação 1

onde  $\omega$  é a rotação da ferramenta [rpm], T é o torque [N.m] e v é a velocidade de soldagem [mm/min]. A **Tabela 4** resume os valores de torque e os aportes térmicos resultantes para as quatro condições de soldagem.

Condição de soldagem	Torque médio [N.m]	Aporte térmico [kJ/mm]	
1000 rpm + 200 mm/min	29,94	0,94	
1300 rpm + 200 mm/min	26,6	1,09	
250 rpm + 50 mm/min	64,0	2,01	
400 rpm + 50 mm/min	41,1	2,06	

**Tabela 4.** Torque e aporte térmico para as quatro condições de soldagem.

A **Figura 11** mostra um esquema do processo de soldagem realizada, com a disposição das chapas e as dimensões finais das juntas (120 mm de largura, 11 mm de espessura e 220 mm de comprimento). Já a **Figura 12** apresenta uma foto real da montagem dos aparatos para a realização da soldagem. Após o final do processo, as juntas foram resfriadas em ar.



Figura 11. Representação esquemática da soldagem das chapas.



Figura 12. Montagem das chapas e equipamentos para a realização da soldagem.

## 4.4 Caracterização Microestrutural

## 4.4.1. Liga fundida

Para a caracterização da liga como fundida, a amostra foi retirada do tarugo, embutida em baquelite, lixadas em lixadas de gramatura 320, 500, 800, 1200, 2500 e 4000, polidas com diamante de 0,5 e 0,25  $\mu$ m. A microestrutura da liga foi analisada em um microscópio eletrônico de varredura modelo FEI Magellan 400L, no modo de imagem por elétrons retroespalhados (ERE).

# 4.4.2. Juntas Soldadas

As amostras das juntas soldadas foram preparadas da mesma maneira e analisadas em um microscópio óptico e no microscópio eletrônico de varredura, no modo de imagem por elétrons retroespalhados (ERE). Para a microscopia óptica, as amostras foram atacadas em Nital 5%.

#### 4.5 Tensão Residual

Realizou-se a análise das tensões residuais para ambas as juntas produzidas com velocidade de avanço de 50 mm/min, ou seja, com 250 rpm e com 400 rpm, através do método sen<sup>2</sup>ψ, usando-se a difração de raio-x por dispersão de energia.

A técnica de difração de raios-x por dispersão de ângulo consiste no uso de um feixe monocromático, ou seja, com um comprimento de onda ( $\lambda$ ) fixo, e na variação do ângulo de difração ( $\theta$ ) do feixe. Na técnica de difração de raios-x por dispersão de energia, por sua vez, é utilizado um feixe branco, com um espectro contínuo de energia (vários valores de  $\lambda$ ), enquanto o ângulo de difração no qual o espectro energético é observado pode ser escolhido livremente e mantido constante.

Deste modo, a correlação entre o espaçamento entre um determinado conjunto de planos (hkl), d(hkl), e a energia correspondente da linha de difração, E(hkl), se dá através da combinação entre a lei de Bragg (Equação 2) e a relação entre a energia de um fóton e seu comprimento de onda (Equação 3), da seguinte forma (Equação 4):

$$n\lambda = 2d(hkl)sen(\theta) \rightarrow d(hkl) = \frac{\lambda}{2sen(\theta)}$$
 (n = 1) Equação 2

$$E = \frac{hc}{\lambda} \to \lambda = \frac{hc}{E}$$
 Equação 3

$$d(hkl) = \frac{hc}{2sen(\theta)E(hkl)} = cte.\frac{1}{E(hkl)}$$
 Equação 4

onde *h* é a constante de Planck e *c*, a velocidade da luz.

Devido ao caráter tensorial de deformações e tensões, muitas vezes é necessário realizar as medidas de difração em diferentes direções da amostra. Para isso, pelo menos dois sistemas cartesianos devem ser definidos:

- Sistema da amostra (S): o eixo S<sub>x</sub> é normal ao plano da amostra e os eixos S<sub>1</sub> e S<sub>2</sub> são definidos de acordo com a própria amostra (direções longitudinal e transversal de uma solda, por exemplo);
- Sistema do laboratório (L): o eixo L<sub>3</sub> é dado pela direção da medida, ou seja, é normal ao plano (hkl) estudado, o eixo L<sub>2</sub> é paralelo à superfície da amostra e o eixo L<sub>1</sub> é dado pelo produto vetorial entre L<sub>2</sub> e L<sub>3</sub>.

A **Figura 13** mostra os planos cartesianos juntamente com os ângulos  $\Psi$  (azimutal) e  $\phi$  (polar).



**Figura 13.** Planos cartesianos da amostra (S) e do laboratório (L) com os ângulos  $\Psi e \phi$  correspondentes. (Fonte: [65])

É possível demostrar que a deformação  $\epsilon^{I}_{33}$ , correspondente à direção L3, definida por  $\Psi e \phi$ , é dada por:

$$\begin{aligned} \varepsilon^{l}{}_{33} &= \varepsilon^{l}{}_{\varphi\psi} = \\ s_{1}(hkl)(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1}{2}s_{2}(hkl)\sigma_{33} + \frac{1}{2}s_{2}(hkl)[(\sigma_{11} - \sigma_{33})cos^{2}(\varphi)sen^{2}(\psi) + (\sigma_{22} - \sigma_{33})sen^{2}(\varphi)sen^{2}(\psi)] + \frac{1}{2}s_{2}(hkl)[(\sigma_{12}sen2(\varphi)sen^{2}(\psi) + \sigma_{13}cos\varphi sen(2\psi) + \sigma_{23}sen(\varphi)sen(2\psi)] \end{aligned}$$

onde:

$$s_1(hkl) = \frac{-\nu(hkl)}{Y(hkl)}$$
Equação 6  
$$\frac{1}{2}s_2(hkl) = \frac{1+\nu(hkl)}{Y(hkl)}$$
Equação 7

sendo v o coeficiente de Poisson e Y o módulo de elasticidade.

A técnica sen<sup>2</sup> $\Psi$  é utilizada quando o material apresenta uma distribuição de orientação cristalina completamente ou quase completamente aleatória, quando os valores de deformação medidos em diferentes direções  $\varphi \in \Psi$  não são afetadas por gradientes de tensão na profundidade (ou seja, quando o estado de tensão médio é o mesmo para cada direção da amostra), e quando as tensões cisalhantes  $\sigma_{13}$  e  $\sigma_{23}$  podem ser desprezadas.

Deste modo, a Equação 5 pode ser reescrita da seguinte maneira:

$$\begin{aligned} \varepsilon^{l}{}_{33} &= \varepsilon^{l}{}_{\varphi\psi} = \\ s_{1}(hkl)[(\sigma_{11} - \sigma_{33}) + (\sigma_{22} - \sigma_{33})] + (3s_{1}(hkl) + \frac{1}{2}s_{2}(hkl))[(\sigma_{11} - \sigma_{33})cos^{2}(\varphi) + (\sigma_{22} - \sigma_{33})sen^{2}(\varphi) + \sigma_{12}sen(2\varphi)]sen^{2}(\psi) \end{aligned}$$
 Equação 8

Derivando  $\varepsilon'_{\varphi\psi}$  com relação a sen<sup>2</sup> $\Psi$  e considerando  $\sigma_{33} = 0$  (estado plano de tensões), a tensão  $\sigma_{\varphi}$  é obtida diretamente a partir da inclinação m da curva da derivada:

$$\sigma_{\varphi} = \frac{m}{\frac{1}{2}s_2(hkl)}$$
 Equação 9

A Figura 14 mostra a técnica sen<sup>2</sup>Ψ.



Figura 14. Técnica sen<sup>2</sup>Ψ. (Fonte: [65])

Com relação à dispersão de energia, a deformação  $\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl)$ , determinada a uma orientação ( $\varphi, \Psi$ ) com relação ao sistema da amostra pode ser dada por:

$$\varepsilon_{\varphi\psi}(hkl) = \frac{d_{\varphi\psi}(hkl)}{d_o(hkl)} - 1 = \frac{E_0(hkl)}{E_{\varphi\psi}(hkl)} - 1$$
 Equação 10

onde  $E_0(hkl)$  é a energia correspondente ao espaçamento  $d_0(hkl)$  entre os planos da estrutura sem deformações [65].

A **Figura 15** mostra o *set-up* esquemático do equipamento de difração de raios-x por dispersão de energia.





O equipamento, instalado na estação EDDI, localizada no Laboratório de Luz Síncrotron BESSY do HZB (Berlim, Alemanha), possuía tudo de raio-x de tungstênio. O ângulo de difração 2θ foi ajustado para 15°. As amostras foram medidas em vinte inclinações ψ diferentes e igualmente espaçadas entre 0° e 76°. Os valores das tensões residuais longitudinais e transversais foram determinados com base na média dos resultados obtidos com as linhas de difração (100), (101), (110), (002) e (103) do Mg, levando em conta as suas respectivas multiplicidades. A profundidade média de informação das análises foi de 230 μm. Por causa da microestrutura grosseira resultante da fundição, as análises de tensão residual foram realizadas com um feixe incidente de 2 mm de diâmetro, ao longo de um comprimento de 6 mm na direção de soldagem. A **Figura 16** mostra a disposição do equipamento com uma das juntas soldas.



Figura 16. Montagem do equipamento utilizado para análise de tensões residuais nas juntas soldadas na direção a) longitudinal e b) transversal.

## 4.6 Microdureza

Em cada uma das quatro juntas sobrepostas, foram medidos perfis lineares de microdureza Vickers HV1 (carga de 1 kg) ao longo da direção transversal da solda, cobrindo as regiões do metal de base e da própria solda. Foram feitos dois perfis em diferentes posições, entre o topo da solda e a máxima penetração do pino da ferramenta, sendo o primeiro perfil (superior) feito a 2 mm de profundidade e o segundo (inferior), a 4 mm de profundidade, com relação à superfície superior da junta, usando pontos com espaçamento de 0,3 mm entre si, de acordo com a norma ASTM E92 (2003), conforme ilustrado na **Figura 17**.



Figura 17. Representação do posicionamento das indentações para as medidas de dureza em uma das amostras ensaiadas.

# **5 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

## 5.1 Fundição

Ao final da fundição, foram obtidos tarugos com um bom aspecto físico, aparentemente isentos de trincas e com pouca porosidade, apresentando apenas pequenos rechupes de solidificação localizados em sua parte superior. Suas dimensões finais indicaram, em média, um volume de cerca de 70% do volume total do cadinho. A **Figura 18** apresenta um dos blocos fabricados.



Figura 18. Tarugo obtido pelo processo de fundição em estado semi-sólido sob agitação mecânica.

## 5.2 Caracterização Microestrutural

## 5.2.1. Liga Fundida

A **Figura 19** mostra imagens da microestrutura da liga fundida obtidas por ERE. A agitação mecânica durante a solidificação produz uma microestrutura homogênea formada por uma matriz de grãos de α-Mg envoltos por uma zona intergranular refinada. Essa região refinada resulta da fração de líquido presente a 600°C, que foi rapidamente resfriada à temperatura ambiente através da têmpera. O tamanho médio dos grãos globulares é de 150

μm, enquanto os grãos da região intergranular possuem aproximadamente 10 μm. Devido à segregação preferencial de Zn e elementos de terras raras dentro da fase líquida, os precipitados intermetálicos se concentram no interior da zona intergranular, como mostrado na **Figura 19c**. Os intermetálicos exibem dois aspectos distintos: um liso e outro lamelar, que aparenta ser eutético [66]. De acordo com Suhuddin et. al. [67], as partes lamelares correspondem aos intermetálicos de MgZn, e as lisas estão associadas aos intermetálicos binários Mg<sub>x</sub>RE<sub>y</sub> e/ou ternários MgZnRE.



Figura 19. Imagens por ERE da microestrutura da liga ZK60-1,5%RE.



Figura 19 (continuação). Imagens por ERE da microestrutura da liga ZK60-1,5%RE.

## 5.2.2. Juntas Soldadas

A **Figura 20a** apresenta a seção transversal da solda feita com 1000 rpm e 200 mm/min. Essa junta mostra a formação de macrodefeitos internos localizados próximo ao fundo da solda. Isso indica que a taxa de deformação imposta por esta condição de soldagem superou a taxa de deformação mostrada pela liga. Três zonas microestruturais podem ser identificadas na seção transversal: a zona de mistura (ZM) e as zonas termomecanicamente afetadas (ZTMA) em ambos os lados da solda. A zona termicamente afetada (ZTA) não foi evidenciada.

As ZTMA se mostram altamente deformadas, com a ocorrência de grãos de  $\alpha$ -Mg alongados na direção do fluxo de material durante a soldagem, compreendendo também as regiões correspondentes ao centro do pino da ferramenta, e não apenas a área periférica ao redor da superfície do pino. Isso corrobora o fato de que a taxa de deformação promovida por esta condição foi excessiva. O padrão de morfologia dos grãos indica que o material do lado de avanço é empurrado para baixo, enquanto no lado de retrocesso o material flui para cima, próximo à ZM. Em adição, o lado de retrocesso desenvolve uma ZTMA muito maior, em comparação com o lado de avanço. Apesar disso, a microestrutura permanece similar em ambas as ZTMA (**Figura 20b-d**). Há indícios de recristalização dinâmica dentro das zonas intergranulares, que evoluem para uma dispersão ultrafina de grãos de  $\alpha$ -Mg e intermetálicos. Como as regiões intergranulares se originam da fração líquida rica em soluto, isso sugere que um aumento do teor de terras raras dentro da solução sólida de  $\alpha$ - Mg e a presença de intermetálicos contendo terras raras favorecem a recristalização dinâmica [68-70]. Esse refinamento de grão dentro das zonas ricas em terras raras indica, também, que a energia de falha de empilhamento da matriz de  $\alpha$ -Mg pode diminuir com o aumento da quantidade de terras raras, assim como é observado para outros elementos de liga, como o alumínio [71].

A zona de mistura corresponde a uma região estreita de aproximadamente 1 mm de largura, que se estende da superfície superior até a raiz da solda (**Figura 20a**). Nesta região (**Figura 20e-f**), a completa recristalização dinâmica produz grãos recristalizados de  $\alpha$ -Mg ultra-finos e uma severa fragmentação dos intermetálicos, levando, assim, a uma dispersão homogênea de precipitados sub-micrométricos.



Figura 20. a) Seção transversal da junta produzida com rotação de ferramenta de 1000 rpm e velocidade de soldagem de 200 mm/min, e as imagens detalhadas por ERE: b) da ZTMA no lado de avanço; c), d) da ZTMA no lado de retrocesso; e), f) da ZM.





A Figura 21 mostra a seção transversal da solda produzida com 1300 rpm e 200 mm/min. Esta solda também não apresentou ZTA. Assim como no caso anterior, pode-se observar a descontinuidade no interior do cordão, ocasionada pela falta de preenchimento, originado na região inferior de contato do pino, no lado de avanço. Também como observado acima, a ZTMA do lado de retrocesso é significativamente maior que no lado de avanço. Aqui, no entanto, as microestruturas das ZTMA diferem entre si, com os grãos do lado de retrocesso aparentando maior refinamento que os grãos do lado de avanço. Porém, ainda é possível observar a direção de fluxo do material. A ZM apresenta-se relativamente reduzida e parcialmente recristalizada.



Figura 21. a) Seção transversal da junta produzida com rotação de ferramenta de 1300 rpm e velocidade de soldagem de 200 mm/min, e as imagens detalhadas por ERE: b) da ZTMA no lado de avanço; c) da ZTMA no lado de retrocesso; d), e) da ZM.

A **Figura 22** apresenta a seção transversal da solda produzida com 250 rpm e 50 mm/min. Em contraste com os primeiros casos, essa junta exibe boa qualidade, com ausência de poros e trincas. O maior aporte térmico, combinado com uma redução da taxa de deformação promovida pela rotação da ferramenta e a velocidade de soldagem, permitiu um fluxo contínuo de material plastificado durante o processo, evitando, assim, a ocorrência de defeitos. Aqui, também observa-se a ZM e as duas ZTMA, uma de cada lado da solda.

A ZTMA continua muito maior no lado de retrocesso, e ainda compreende as regiões por onde o pino da ferramenta passa. A recristalização dinâmica ainda limita-se às zonas intergranulares em ambos os lados da ZM. Neste caso, porém, o refinamento do grão no lado de avanço é mais pronunciado, e provavelmente associado a uma deformação plástica mais severa dos grãos globulares de α-Mg (**Figura 22c**). Por causa da microestrutura mais refinada, o padrão de fluxo de material no lado de avanço não pode ser claramente reconhecido, mas aparenta ocorrer para cima no lado de retrocesso, assim como nas outras amostras.

A ZM tem uma microestrutura parcialmente recristalizada (**Figura 22d**). Assim, intermetálicos sub-micrométricos se tornam mais homogeneamente dispersos dentro de uma matriz de grãos de α-Mg quase que completamente recristalizados. Sua extensão aumentou consideravelmente em comparação com as outras condições de solda, com menor aporte térmico e maior taxa de deformação. Ainda que esta estratégia de soldagem tenha permitido um fluxo de material adequado, e a integridade da solda, *onion rings* não são observadas dentro da ZM, em contraste com os resultados observados após a SFMM de ligas de Mg forjadas [72].



Figura 22. a) Seção transversal da junta produzida com rotação de ferramenta de 250 rpm e velocidade de soldagem de 50 mm/min, e as imagens detalhadas por ERE: b) da ZTMA no lado de retrocesso; c) da ZTMA no lado de avanço; d), e), f) da ZM.



**Figura 22 (continuação).** a) Seção transversal da junta produzida com rotação de ferramenta de 250 rpm e velocidade de soldagem de 50 mm/min, e as imagens detalhadas por ERE: b) da ZTMA no lado de retrocesso; c) da ZTMA no lado de avanço; d), e), f) da ZM.

A **Figura 23** contém a seção transversal da solda produzida com 400 rpm e 50 mm/min. Nesta junta, assim como na mostrada acima, observa-se homogeneidade, e uma pequena descontinuidade na parte inferior do cordão, no lado de avanço. Também, ela apresenta grande refinamento e menor ZTMA no lado do avanço. Mesmo aqui, não foram observadas *onion rings*. No entanto, neste caso é possível observar que o fluxo de material no lado de avanço direciona-se para baixo. Em adição, a microestrutura desta solda apresenta-se parcialmente recristalizada.



Figura 23. a) Seção transversal da junta produzida com rotação de ferramenta de 400 rpm e velocidade de soldagem de 50 mm/min, e as imagens detalhadas por ERE: b) da ZTMA no lado de avanço; c) da ZTMA no lado de retrocesso; d), e) da ZM.



**Figura 23 (continuação).** a) Seção transversal da junta produzida com rotação de ferramenta de 400 rpm e velocidade de soldagem de 50 mm/min, e as imagens detalhadas por ERE: b) da ZTMA no lado de avanço; c) da ZTMA no lado de retrocesso; d), e) da ZM.

## 5.3 Tensão Residual

A **Figura 24** mostra o difratograma de energia resultante da análise do material base na amostra soldada com 250 rpm e 50 mm/min com  $\psi = 0^{\circ}$  e  $2\theta = 15^{\circ}$ . Apesar de o Mg apresentar diversas linhas de difração disponíveis, o estudo de tensão residual foi feito somente com base nos planos já mencionados, indicados por uma seta no difratograma, por estes estarem menos sobrepostos com picos vizinhos e apresentarem boa relação sinalruído.



Figura 24. Espectro de energia do material base da amostra soldada a 250 rpm e 50 mm/min.

Os perfis longitudinais e transversais de tensão residual da solda realizada a 250 rpm e 50 mm/min são apresentados na **Figura 25**. As tensões transversais são baixas, e apresentam pouca variação ao longo do perfil. Quanto à componente longitudinal, o perfil é simetricamente invertido em relação à linha de centro da solda. Tensões compressivas baixas, de aproximadamente 40 MPa, ocorrem dentro da zona de mistura, e picos de tensão são observados em ambas as zonas termomecanicamente afetadas. A tensão máxima trativa é de 160 MPa, na ZTMA do lado de avanço, enquanto a tensão máxima compressiva é de 150 MPa, no lado de retrocesso. Ambas as tensões estão próximas ao limite de escoamento da liga [68].

Na **Figura 26** estão representadas as curvas de tensões residuais longitudinais e transversais da junta soldada com 400 rpm e 50 mm/min. É possível observar tensões transversais baixas, de natureza compressiva ao longo de toda a solda, com valor máximo de aproximadamente 30 MPa. Já a componente longitudinal é mais expressiva, mas apresenta variações menores ao longo do perfil, se comparado com a soldagem realizada com 250 rpm e 50 mm/min. São observados dois picos de tração, um localizado na ZTMA

no lado do retrocesso, de aproximadamente 100 MPa, e outro na interface da ZM com a ZTMA no lado do avanço, de aproximadamente 75 MPa.



Figura 25. Perfis de tensão residual da solda realizada com 250 rpm e 50 mm/min.



Figura 26. Perfis de tensão residual da solda realizada com 400 rpm e 50 mm/min.

A principal fonte de calor durante a SFMM é atribuída ao atrito entre o ombro da ferramenta e a superfície da junta. Assim, a geração de calor não se concentra mais em uma linha estreita, como na soldagem por fusão, mas se espalha por uma região ampla, de largura igual ao diâmetro do ombro. Os gradientes de temperatura mais intensos não são esperados no centro da solda, e sim nas periferias do ombro da ferramenta. Essa área se caracteriza por apresentar as maiores velocidades tangenciais de rotação da ferramenta e, consequentemente, as maiores taxas de produção de calor. Deste modo, estas são as últimas regiões a se resfriar. Assim, a distribuição de tensão residual pode ser vista como uma sobreposição de dois perfis com um único pico, com a tensão máxima ocorrendo nos locais correspondentes às extremidades do ombro da ferramenta [73]. No caso da soldagem a 250 rpm, os resultados sugerem que um gradiente considerável de temperatura ocorreu entre as extremidades do ombro, em ambos os lados, causando uma diferença entre as expansões térmicas de ambas as ZTMA. Como resultado, o lado de retrocesso alcança menores temperaturas que o lado de avanço, resfria mais rápido e se torna mais rígido primeiro. Em seguida, o lado de avanço resfria e, ao final do processo de resfriamento, tensões compressivas são impostas ao lado de retrocesso, devido à contração térmica final do lado de avanço, que desenvolve, por sua vez, tensões trativas [74]. Já para a soldagem a 400 rpm, o aporte térmico foi maior, gerando um gradiente de temperatura bem menor entre os dois lados do ombro da ferramenta. Isso explica a ocorrência de picos similares de tração, tanto no lado de avanço, quanto no de retrocesso.

### 5.4 Microdureza

A seguir, estão apresentados os perfis de microdureza superiores e inferiores para as quatro soldas estudadas. Devido à grande dispersão dos valores obtidos em todos os casos, realizou-se também a suavização das curvas obtidas, utilizando-se o *software* OriginPro 8, de modo a facilitar a visualização dos perfis.

Na **Figura 27**, estão representados os perfis de microdureza medidos na junta soldada com 1000 rpm e 200 mm/min. Observa-se uma dureza média de aproximadamente 65 HV na região do metal de base, e uma variação de cerca de 45 HV na ZTMA de avanço, 25 HV na ZTMA de retrocesso e 20 HV na ZM, com respeito à média do material de base. Observam-se perfis de microdureza semelhantes em ambos os lados, com picos nas ZTMA, sendo o valor máximo de dureza observado de cerca de 110 HV, no lado de avanço, e a maior variação com relação ao metal de base observada também no lado do avanço, obedecendo à variação do refino da microestrutura.



Figura 27. Perfis de microdureza da solda produzida a 1000 rpm e 200 mm/min a) sem suavização e b) com suavização.

A **Figura 28** mostra os perfis de microdureza obtidos para a junta produzida com 1300 rpm e 200 mm/min. Neste caso, observa-se uma dureza média de aproximadamente 90 HV na região do metal base, e uma variação de 50 HV na ZTMA de avanço, 40 HV na ZTMA de retrocesso e 40 HV na região da zona de mistura, com relação ao metal de base.

A maior dureza do metal de base desta junta deve-se, possivelmente, ao fato de que suas chapas foram retiradas do segundo tarugo, o qual pode ter apresentado uma composição ligeiramente diferente da do primeiro tarugo, principalmente em relação ao teor de zinco, responsável pela formação dos intermetálicos que conferem dureza à liga. É possível observar, também, perfis de microdureza semelhantes, com os picos localizados nas ZTMA, sendo a maior variação e a maior dureza, de 140 HV, localizadas no lado do avanço.



Figura 28. Perfis de microdureza da solda produzida a 1300 rpm e 200 mm/min a) sem suavização e b) com suavização.



Figura 28 (continuação). Perfis de microdureza da solda produzida a 1300 rpm e 200 mm/min a) sem suavização e b) com suavização.

A **Figura 29** mostra os perfis medidos na junta soldada com 250 rpm e 50 mm/min. Observa-se uma dureza média de aproximadamente 60 HV nas regiões do metal base e uma variação de cerca de 25 HV em ambas as ZTMA, e de 30 HV na região da ZM, com respeito ao metal de base. Porém, os perfis de microdureza apresentam-se menos homogêneos entre si. Também, o pico de dureza ocorre na ZM, apresentando valor de 90 HV. Isto pode ter ocorrido devido ao refinamento da microestrutura nesta região.



Figura 29. Perfis de microdureza da solda produzida a 250 rpm e 50 mm/min a) sem suavização e b) com suavização.

Na **Figura 30**, estão apresentados os perfis de microdureza da junta soldada com 400 rpm e 50 mm/min. Nota-se uma dureza média de aproximadamente 75 HV na região do

metal base e uma variação de 35 HV na ZTMA e de 15 HV na região da zona de mistura, em relação ao metal de base. Como no caso anterior, os perfis são menos semelhantes entre si, porém, com picos de aproximadamente 100 HV em ambas as ZTMA, com ambos o valor máximo e a maior variação localizados no lado de retrocesso.



Figura 30. Perfis de microdureza da solda produzida a 400 rpm e 50 mm/min a) sem suavização e b) com suavização.

## 6 CONCLUSÃO

Os resultados revelaram que, devido à microestrutura grosseira de solidificação da liga fundida, baixas taxas de deformação e um maior aporte térmico são necessários para que sejam obtidas juntas sem descontinuidades. Este objetivo foi alcançado para a seguinte condição: velocidade de rotação da ferramenta de 250 rpm e velocidade de avanço de 50 mm/min. Defeitos causados pelo baixo aporte de calor traduzem-se em vazios nas zonas de mistura e termomecanicamente afetadas. A microestrutura das juntas é complexa, com indicações de recristalização dinâmica na ZM, a qual se caracteriza por uma fina dispersão de intermetálicos em uma matriz de α-Mg com grãos refinados. A ZTMA apresenta uma estrutura altamente deformada, com grãos alongados de  $\alpha$ -Mg, as zonas intergranulares ricas em soluto apresentam indícios de recristalização dinâmica. A componente longitudinal de tensão residual é a mais relevante, e sua distribuição em relação à linha de centro da solda depende do aporte térmico de soldagem. Para um aporte térmico menor (250 rpm e 50 mm/min) e um gradiente maior de temperatura a distribuição é anti-simétrica, enquanto que um aporte térmico maior (400 rpm e 50 mm/min) e um menor gradiente de temperatura favorece uma distribuição simétrica. No caso de uma distribuição anti-simétrica, o ponto máximo de tensão trativa ocorre no lado de avanço da ferramenta, enquanto o de tensão compressiva ocorre no lado de retrocesso da mesma, ambos provenientes da região de contato entre a chapa soldada e o ombro da ferramenta. No caso de uma distribuição simétrica, picos similares de tensão trativa são observados tanto no lado de avanço, quanto no de retrocesso. Os perfis de dureza revelam que a condição de soldagem de 250 rpm e 50 mm/min produz a menor variação de dureza com respeito à dureza do metal de base, sendo que este pico ocorre na ZM de granulometria refinada. Já a condição de 1300 rpm e 200 mm/min produz a maior variação de dureza, com o pico estando localizado na ZTMA encruada.
## REFERÊNCIAS

[1] MILLER, W. S. et. al. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. **Materials Science and Engineering A**, 280, p. 37-49, 2000.

[2] COLE, G. et. al. Lightweight materials for automotive application. **Steel World**, 2(1), p. 75–83, 1997.

[3] MORITA, A. **Aluminium alloys for automobile applications**. Proceedings of ICAA-6. Toyoshi: 1998. p. 25-32.

[4] AGHION, E.; BRONFIN, B.; ELIEZER, D. The role of the magnesium industry in protecting the environment. **Journal of Materials Processing Technology**, 117, p. 381-385, 2001.

[5] HOMBERGSMEIER, E. Magnesium for aerospace applications. The University of Manchester - School of Materials. Disponível em:

<http://www.materials.manchester.ac.uk/pdf/research/latest/magnesium/elke\_hombergsmeie r\_AEROMAG%20Paper\_07.pdf>. Acesso em: 12 de maio de 2015.

[6] CHENG, Y.-I. et. al. Comparison of corrosion behaviors of AZ31, AZ91, AM60 and ZK60 magnesium alloys. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, 19, p. 517-524, 2009.

[7] OSTROVSKY, I.; HENN, I. **Present state and future of magnesium application in aerospace industry**. International Conference: New Challenges in Aeronautics (ASTEC'07). Moscou: 2007. p. 1-5.

[8] WATARAI, H. Trend of research and development for magnesium alloys - Reducing the weight of structural materials in motor vehicles. **Science & Technology Trends**, 18, p. 84-97, 2006.

[9] KULEKCI, M. K. Magnesium and its alloys applications in automotive industry. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 39, p. 851-865, 2008.

[10] MA, Y. et. al. Effect of yttrium on morphologies of precipitation phases along grain boundaries of as-cast ZK60 magnesium alloy. **Materials Science Forum**, 488-489, p. 245-248, 2005.

[11] MISHRA, R. S.; MA, Z. Y. Friction stir welding and processing. **Materials Science and Engineering**, 50, p. 1-78, 2005.

[12] NANDAN, R. et. al. Recent advances in friction-stir welding - process, weldment structure and properties. **Progress in Materials Science**, 53 (6), p. 980-1023, 2008.

[13] SHEIKHI, S.; ZETTLER, R.; DOS SANTOS, J. F. Fortschritte beim rührreibshweissen von aluminium, magnesium und stahl. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik, 37 (9), p. 762-767, 2006.

[14] YANG, J. et. al. Effects of heat input on tensile properties and fracture behaviour of friction stir welded Mg-3Al-1Zn alloy. **Materials Science and Engineering A**, 527, p. 708-714, 2010.

[15] MORDLIKE, B. L.; EBERT, T. Magnesium: properties - applications – potential. **Materials Science and Engineering A**, 302, p. 37-45, 2001.

[16] GARCÍA, E. M. Influence of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Zn alloys. Dissertação de mestrado – Techinschen Universität Berlin, Berlim. 151 p. 2010.

[17] POLMEAR, I. J. Magnesium alloys and applications. **Materials Science and Technology**, 10, p. 1-16, 1994.

[18] EMLEY, E.F. **Principles of magnesium technology**. 1. ed. Londres: Pergamon Press, 1966. 1034 p.

[19] KAMMER, C. **Magnesium-Taschenbuch**. 1. ed. Düsseldorf: Aluminium-Zentrale, 2000. 784 p.

[20] LEE, Y. C.; DAHLE, A. K.; SÜOHN, D. H. Grain refinement of magnesium. **Magnesium Technology**, p. 211-218, 2000.

[21] CÁCERES, C. H.; BLAKE, A. H. The strength of concentrated Mg-Zn solid solutions. **Physica Status Solidi (A)**, 194, p. 147-158, 2002.

[22] MANN, G.; GRIFFITHS, J. R.; CÁCERES, C. H. Hall-Petch parameters in tension and compression in cast Mg-2Zn alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, 378, p. 188-191, 2004.

[23] AVEDESIAN, M. M.; BAKER, H. **Magnesium and magnesium alloys**. ASM International, 1999. 314 p.

[24] GAO, X.; NIE, J. F. Characterization of strengthening precipitate phases in a Mg-Zn alloy. **Scripta Materialia**, 56, p. 645-648, 2007.

[25] CLARK, J.B. Transmission electron microscopy study of age hardening in a Mg-5 wt.%Zn alloy. Acta Metallurgica, 13 p. 1281-1289, 1965.

[26] WEI, L.; DUNLOP, G.; WESTENGEN, H. Precipitation hardening of Mg-Zn and Mg-Zn-RE alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 26, p. 1705-1716, 1995.

[27] BLAKE, A. H.; CÁCERES, C. H. Solid-solution hardening and softening in Mg-Zn alloys, **Materials Science and Engineering A**, 483-484, p. 161-163, 2008.

[28] SÜOHN, D. H. et. al. Grain refinement of magnesium alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 36A, p. 1669-1679, 2005.

[29] LEE, Y. C.; DAHLE, A. K.; SÜOHN, D. H. The role of solute in grain refinement of magnesium. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 31A, p. 2895-2906, 2000.

[30] QIAN, M.; SÜOHN, D. H.; FROST, M. T. Effect of soluble and insoluble zirconium on the grain refinement of magnesium alloys. **Materials Science Forum**, 419-422, p. 593-598, 2003.

[31] DOAN, J. P.; ANSEL, G. Some effects of zirconium on extrusion properties of magnesium-base alloys containing zinc. **Advances in Microelectronis Engineering**, p. 286-305, 1947.

[32] HILDEBRAND, Z. et. al. Influence of zinc on the soluble zirconium content in magnesium and the subsequent grain refinement by zirconium. **Magnesium Technology**, p. 241-245, 2004.

[33] FRIEDRICH, H. E.; MORDLIKE, B. L. Magnesium technology: metallurgy, design data, applications. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2006. 664 p.

[34] ZHANG, S. Phase constitution and morphologies of Mg-Zn-Zr alloy. Acta Metallurgica Sinica, 3 p. 110-115, 1990.

[35] MA, C. et. al. Tensile properties of extruded ZK60-RE alloys. **Materials Science and Engineering A**, 349 p. 207-212, 2003.

[36] LUO, Z. P.; SONG, D. Y.; ZHANG, S. Q. Strengthening effects of rare earths on wrought Mg-Zn-Zr-RE alloys. Journal of Alloys and Compounds, 230, p. 109-114, 1995.

[37] ROKHLIN, L. L. Magnesium alloys containing rare earth metals: structure and properties. Londres: Taylor & Francis, 2003. 256 p.

[38] SAHOO, M. **Technology for magnesium castings: design, products and applications**. Shaumburg: American Foundry Society, 2011. 264 p.

[39] KAINER, K. U.; KAINER, B. V. Magnesium alloys and technology: the current state of technology and potential for further development for magnesium applications. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003. 293 p.

[40] FERRI, T. V. Caracterização mecânica da liga de Mg ZAXLa05413 para aplicação no processo de injeção sob pressão. Dissertação de mestrado – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre. 140 p. 2008.

[41] PODDAR. P. Semi-solid casting. **Special Metal Casting and Forming Processes**, p. 20-27, 2008.

[42] FLEMINGS, M. C.; MARTINEZ, R. A. Principles of microstructural formation in semisolid metal processing. **Solid State Phenomena**, 116-117, p. 1-8, 2006.

[43] ASM HANDBOOK. Casting. v. 15. 2. ed. ASM International, 1992. 2002 p.

[44] KOREN, Z. et. al. Development of semisolid casting for AZ91 and AM50 magnesium alloys. **Journal of Light Metals**, 2, p. 81-87, 2002.

[45] YIM, C. D.; SHIN, K. S. Semi-solid processing of magnesium alloys. **Materials Transactions**, 44(4), p. 558-561, 2003.

[46] XINGGANG, L. et. al. Semi-solid processing technologies for magnesium alloys. **Materials Science Forums**, 488-489, p. 307-212, 2005.

[47] FRANCE, L. K.; FREEMAN, R. **Magnesium joining - process developments and future requirements**. International Magnesium Association World Magnesium Conference. Bruxelas: 2001. Disponível em: <a href="http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/magnesium-joining-process-developments-and-future-requirements-may-2001/>.</a> Acesso em: 19 de julho de 2015.

[48] LONDON, B. et. al. **High strain superplasticity in thick section 7050 aluminum created by friction stir processing**. Proceedings of the Third International Symposium on Friction Stir Welding. Kobe: 2001.

[49] RHODES, C. G. et. al. Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum. **Scripta Materialia**, 36(1), p. 69-75, 1997.

[50] LIU, G. et. al. Microstructural aspects of the friction-stir welding of 6061-T6 aluminum. **Scripta Materialia**, 37(3), p. 355-361, 1997.

[51] JATA, K. V.; SEMIATIN, S. L. Continuous dynamic recrystallization during friction stir welding of high strength aluminum alloys. **Scripta Materialia**, 43(8), p. 743-749, 2000.

[52] BENAVIDES, S. et. al. Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum. Scripta Materialia, 41(8), p. 809-815, 1999.

[53] JAMES, M.; MAHONEY, M.; WALDRON, D. **Residual stress measurements in friction stir welded aluminum alloys**. Proceedings of the First International Symposium on Friction Stir Welding. Thousand Oaks: 1999.

[54] DONNE, C. D. et. al. **Investigations on residual stresses in friction stir welds**. Proceedings of the Third International Symposium on Friction Stir Welding. Kobe: 2001.

[55] JOHNSON, R. Indian Foundry Journal, 48(3), p. 36–37, 2002.

[56] JOHNSON, R. Friction stir welding of magnesium alloys. **Materials Science Forum**, 419–422, p. 365-370, 2003.

[57] NAKATA, K. et. al. Friction stir welding of AZ91D thixomolded sheet. Proceedings of the Third International Symposium on Friction Stir Welding. Kobe: 2001.

[58] LEE, W. B. et. al. The joint characteristics of friction stir welded AZ91D magnesium alloy. **Materials Transactions**, 44, p. 917-923, 2003.

[59] LEE, W. B.; YEON, Y. M.; JUNG, S. B. Joint properties of friction stir welded AZ31B-H24 magnesium alloy. Materials Science and Technology, 19 p. 785-790, 2003.

[60] PARK, S.H.C. et. al. **Improvement of mechanical properties in thixomolded Mg alloy AZ91D by friction stir welding**. Proceedings of the Sixth International Conference on Trends in Welding Research. Pine Mountain: 2003. p. 267-272.

[61] ESPARZA, J. A. et. al. Friction-stir welding of magnesium alloy AZ31B. Journal of Materials Science Letters, 21, p. 917–920, 2002.

[62] ESPARZA, J. A.; DAVIS, W. C.; MURR, L. E. Microstructure-propertystudies in frictionstir welded, thixomolded magnesium alloy AM60. **Journal of Materials Science**, 38 p. 941– 952, 2003.

[63] BROWN, D. W. et. al. Internal strain and texture evolution during deformation twinning in magnesium. **Materials Science and Engineering A**, 399, p. 1-12, 2005.

[64] WEI, L. Y.; NELSON, T. W. Correlation of microstructures and process variables in FSW HSLA-65 steel. **Welding Journal**, 90, p. 95-101, 2011.

[65] REIMERS, W. et. al. Neutrons and synchrotron radiation in engineering materials science. Weiheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2008. 436 p.

[66] SILVA, E. P. et. al. Solution and ageing heat treatments of ZK60 magnesium alloys with rare earth additions produced by semi-solid casting. **Materials Research**, 17 (6), p. 1507-1512, 2014.

[67] SUHUDDIN, U. F. H. R. et. al. Grain structure evolution during friction-stir welding of AZ31 magnesium alloy. Acta Materialia, 57, p. 5406-5418, 2009.

[68] SILVA, E. P. et. al. Casting in the semi-solid state of ZK60 magnesium alloy modified with rare earth addition. **Advanced Materials Research**, 922, p. 694-699, 2014.

[69] YU, W. et. al. Microstructure and mechanical properties of ZK60-Yb magnesium alloys. **Materials Science and Engineering A**, 478 (1-2), p. 101-107, 2008.

[70] HE, S. M. et. al. Comparison of the microstructure and mechanical properties of a ZK60 alloy with and without 1.3wt% gadolinium addition. Materials Science and Engineering A, 433 (1-2), p. 175-181, 2006.

[71] HAKAMADA, M. et. al. Effects of homogenization annealing on dynamic recrystallization in Mg-Al-Ca-RE (rare earth) alloy. **Materials Transactions**, 49 (5), p. 1032-1037, 2008.

[72] LIU, L. Welding and joining of magnesium alloys. Cambridge: Woodhead Publishing, 2010. 404 p.

[73] LIMA, E. B. F. et. al. Dependence of the microstructure, residual stresses and texture of AA 6013 friction stir welds on the welding process. **Materials Research and Advanced Techniques**, 94 (8), p. 908-915, 2003.

[74] SILVA, E. P. et. al. Microstructure and residual stress formation during friction-stir welding of semi-solid cast ZK60-RE magnesium alloy. **Advanced Materials Research**, 922, p. 688-693, 2014.