



UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE
CENTRO TECNOLÓGICO
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA

TESE DE DOUTORADO

**Desenvolvimento Numérico e Experimental de
Rotas de Conformação via Laminação
Assimétrica da Liga de Mg AZ31**

ALUNA: Darlene Souza da Silva Almeida

ORIENTADORES: Prof. DSc. Luciano Pessanha Moreira

Prof. PhD. António M. B. Pereira
(Universidade de Aveiro)

COORIENTADORES: Prof. DSc. Ladário da Silva

Prof. PhD. Gabriela T. Vincze
(Universidade de Aveiro)



Darlene Souza da Silva Almeida

“Desenvolvimento Numérico e Experimental de Rotas de Conformação via
Laminação Assimétrica da Liga de Mg AZ31.”

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica. Área de Concentração: Modelamento e Simulação de Processos e Fenômenos. Linha de Pesquisa: Conformação e Tratamentos Termomecânicos.

Orientadores: Prof. DSc. Luciano Pessanha Moreira
Prof. PhD. António M. de Bastos Pereira
(Universidade de Aveiro)

Coorientadores: Prof. DSc. Ladário da Silva
Prof. PhD. Gabriela Tamara Vincze
(Universidade de Aveiro)

Volta Redonda

2019

Darlene Souza da Silva Almeida

“Desenvolvimento Numérico e Experimental de Rotas de Conformação via
Laminação Assimétrica da Liga de Mg AZ31.”

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica. Área de Concentração: Modelamento e Simulação de Processos e Fenômenos. Linha de Pesquisa: Conformação e Tratamentos Termomecânicos.

Aprovado em 17 de julho de 2019.

Banca Examinadora



Professor DSc. Luciano Pessanha Moreira (orientador)

Universidade Federal Fluminense



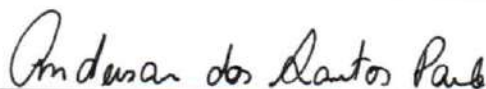
Professor DSc. Ladário da Silva (coorientador)

Universidade Federal Fluminense



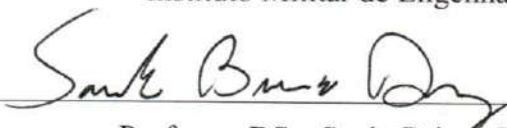
Professor DSc. Elivelton Alves Ferreira

Universidade Federal Fluminense



Professora DSc. Andersan dos Santos Paula

Instituto Militar de Engenharia



Professor DSc. Saulo Brinco Diniz

Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao meu esposo Leandro Almeida que tem sido grande incentivador dos meus estudos e sempre, diante dos desafios, me anima a perseverar.

AGRADECIMENTOS

Quero agradecer a todos aqueles que, direta ou indiretamente, colaboraram para realização deste trabalho:

Primeiramente a Deus, pois é a razão da minha existência e tem cuidado de mim todos os dias. “Bendize, ó minha alma, ao Senhor e não te esqueças de nenhum dos seus benefícios” (Salmos 103:2).

Ao meu esposo Leandro Almeida, meu suporte emocional durante toda realização deste trabalho. Obrigada por estar ao meu lado sempre.

À minha família, meus pais Roberto e Sirlei que sempre me incentivaram e me deram todo suporte para avançar nos estudos, minha irmã Marilena e sobrinha Manuela. Obrigada família por entender minha ausência em muitos momentos.

Aos professores Luciano Pessanha, Ladário da Silva e José Adilson pela orientação, incentivo e confiança em mim depositada.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da UFF (PPGEM-UFF).

Como servidora do CEFET-RJ agradeço à instituição, em especial ao colegiado de Engenharia Metalúrgica, pelo apoio irrestrito para a realização desta capacitação.

À CAPES pela concessão de bolsa Demanda Social no Brasil através do PPGEM-UFF e de bolsa no exterior por meio do Programa de Doutorado Sanduíche (processo nº 88881.133396/2016-01).

Ao Laboratório de Difração de Raios-X do Instituto Militar de Engenharia (IME) e aos colegas Bruna Madeira e Renato Batista pela realização dos ensaios para análise de microtextura.

Às colegas Marcela Dalboni e Nayne Gonçalves pelo imprescindível suporte na modelagem para caracterização elipsométrica, aos colegas Roseli e Leonardo pela colaboração na operação

do MEV e à colega Gláucia Domingues pelo apoio para a realização dos ensaios eletroquímicos.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica (DEM) da Universidade de Aveiro, especificamente ao Laboratório de Tecnologia Mecânica (TEMA), pelo acolhimento e total disponibilização de sua estrutura para realização de parte experimental essencial para o êxito deste trabalho. Faço um agradecimento especial aos professores António Bastos e Gabriela Vincze pela orientação de excelência, aos engenheiros Ricardo Beja e António Festas cujas colaborações foram indispensáveis para a realização dos ensaios no TEMA e à Sr^a Tânia Barbosa que com muita solicitude me auxiliou nos assuntos burocráticos para a estadia no DEM.

À Divisão de Ensaios em Materiais e Produtos (DIEMP) do Instituto Nacional de Tecnologia, especificamente ao técnico Wellington Gilbert Fernandes e ao estagiário Adriano Caldeira, pelo apoio à realização de ensaios de tração.

RESUMO

As ligas de magnésio apresentam potencial capacidade para substituir materiais atualmente empregados na indústria aeronáutica, contribuindo com a busca constante deste setor por redução de peso. Contudo, para se consolidarem em aplicações em grande escala elas precisam superar algumas limitações principalmente em termos de propriedades mecânicas. Neste contexto, o objetivo principal desta tese é identificar os parâmetros de laminação assimétrica que gerem as melhores condições microestruturais e de textura, em termos de refinamento de grão, homogeneidade de tamanho de grão e enfraquecimento de textura basal; e os mais altos valores de propriedades mecânicas em chapas da liga de magnésio AZ31. Para isso, foram realizadas simulações experimentais do processo de laminação em múltiplos passes para chapas da liga AZ31. Os resultados obtidos, analisados por meio do software STATISTICA, permitiram identificar forte influência da temperatura de laminação sobre as características microestruturais, a saber, tamanho de grão $<12\ \mu\text{m}$ e mais de 50% de grãos finos podem ser obtidos com temperaturas de laminação abaixo de $200\ ^\circ\text{C}$. Em baixas temperaturas, até $150\ ^\circ\text{C}$, a componente de textura (0002) apresentou picos inclinados em relação à direção normal (DN), enquanto para maiores temperaturas de laminação houve uma tendência de alinhamento dos planos basais à DN. O limite de resistência à tração foi influenciado significativamente pela razão de assimetria, podendo atingir mais de 340 MPa para uma razão de assimetria de 1,9. A temperatura e a razão de assimetria apresentaram influência significativa sobre o alongamento máximo em tração uniaxial, sendo possível alcançar valores em torno de 30% para temperaturas entre $50\text{-}100\ ^\circ\text{C}$ e razão de assimetria próxima a 0,9 ou temperatura de $450\ ^\circ\text{C}$ e razão de assimetria igual a 1,9. Adicionalmente, simulações numéricas da laminação simétrica e assimétrica de chapas da liga AZ31, realizadas por meio de dois modelos propostos via Método de Elementos Finitos, mostraram que níveis superiores de tensão residual equivalente e deformação equivalente são desenvolvidos na chapa laminada assimetricamente como consequência da significativa deformação cisalhante no plano x-y observada na linha central da chapa neste caso. Foram também propostos modelos elipsométricos, por meio dos quais foi possível avaliar a composição e dinâmica de crescimento de filmes superficiais de óxidos/hidróxidos sobre a liga AZ31 quando exposta ao ar e a uma solução aquosa de Na_2SO_4 .

Palavras-chave: deformação plástica severa, elipsometria, ligas de magnésio, método de elementos finitos, microestrutura, textura.

ABSTRACT

Magnesium alloys have a great potential to replace materials currently used in the aeronautical industry, contributing to the constant efforts this sector for weight reduction. However, to consolidate in large-scale applications, the magnesium alloys need to overcome some limitations, mainly about mechanical properties. In this context, the main goal of this thesis is to identify the asymmetric rolling parameters that development the best microstructural and texture conditions, in terms of grain refinement, grain size homogeneity and basal texture weakening and also the highest values of mechanical properties on sheets of AZ31 magnesium alloy. For this, experimental simulations of the rolling process were carried out in multiple passes for sheets of the AZ31 alloy. The results, analyzed through the software STATISTICA, allowed to identify a strong influence of the rolling temperature on the microstructural characteristics, namely, $< 12 \mu\text{m}$ grain size and more than 50% of fine grains can be obtained for rolling temperatures below 200°C . At low temperatures, up to 150°C , the (0002) texture component had peaks inclined away from normal direction (ND), while at higher rolling temperatures the basal planes tended to align with the ND. The tensile strength was significantly influenced by the asymmetry ratio, reaching more than 340 MPa for a ratio of 1.9. Temperature and asymmetry ratio had a significant influence on the elongation, being possible to reach values around 30% for temperatures between 50 and 100°C and asymmetry ratio of approximately 0.9 or temperature of 450°C and asymmetry ratio equal to 1.9. Additionally, numerical simulations of symmetrical and asymmetrical rolling of AZ31 alloy sheets, performed through two proposed models via Finite Elements Method, demonstrated that higher levels of equivalent residual stress and equivalent deformation are developed in the asymmetrically rolled sheet, as a result of the significant shear deformation in the x-y plane observed at the centerline of the sheet for this case. Ellipsometric models were also proposed, through which it was possible to evaluate the composition and the evolution of oxide/hydroxide films formed on the AZ31 alloy surface during exposition to air and Na_2SO_4 aqueous solution.

Keywords: severe plastic deformation, ellipsometry, magnesium alloys, finite elements method, microstructure, texture.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	x
LISTA DE TABELAS	xv
1. INTRODUÇÃO	1
1.1 Relevância Tecnológica	6
1.2 Relevâncias Científicas	7
2. OBJETIVOS	8
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
3.1 Magnésio e suas Ligas	9
3.1.1 Ligas de Magnésio Mg-Al-Zn	10
3.1.2 Cristalografia e Comportamento Plástico	13
3.2 Processo de Laminação Assimétrica	17
3.3 Comportamento do Magnésio durante Laminação: Refinamento de Grão e Modificação de Textura Cristalográfica	21
3.4 Comportamento Corrosivo	26
3.5 Elipsometria	30
3.5.1 Modelagem	32
4. MATERIAL E MÉTODOS	34
4.1 Material	34
4.2 Metodologia	35
4.2.1 Metodologia Experimental	35
4.2.1.1 Laminação	37
4.2.1.2 Caracterização Microestrutural	45
4.2.1.3 Caracterização da Macrotextura	47
4.2.1.4 Caracterização Mecânica	47
4.2.1.5 Caracterização Elipsométrica de Filmes Superficiais	49
4.2.2 Metodologia Numérica	54
4.2.2.1 Condições Térmicas Iniciais e de Contorno	55
4.2.2.2 Condições Mecânicas de Contorno	56
4.2.2.3 Propriedades dos Materiais	56
4.2.2.4 Geometria do Modelo de Laminação Simétrica	57
4.2.2.5 Geometria do Modelo de Laminação Assimétrica	59

4.2.2.6	Parâmetros de Simulação	60
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
5.1	Caracterização de Filmes Superficiais	62
5.1.1	Caracterização de Filmes Superficiais crescidos durante Exposição ao Ar	63
5.1.2	Caracterização de Filmes Superficiais crescidos em Solução de Na ₂ SO ₄	67
5.2	Simulações Numéricas - Laminação Simétrica e Assimétrica.....	73
5.2.1	Distribuição da Pressão de Contato e Carga de Laminação	76
5.2.2	Distribuição de Tensões	77
5.2.3	Distribuição de Deformações	78
5.2.4	Distribuição de Temperatura.....	79
5.3	Simulações Experimentais - Laminações Simétricas e Assimétricas em Único Passe 80	
5.4	Simulações Experimentais - Laminações em Múltiplos Passes	96
5.4.1	Influência dos parâmetros sobre a microestrutura.....	100
5.4.1.1	Influência dos parâmetros sobre o tamanho de grão	101
5.4.1.2	Influência dos parâmetros sobre a porcentagem de grãos finos.....	103
5.4.2	Influência dos parâmetros sobre a textura	107
5.4.3	Influência dos parâmetros sobre as propriedades mecânicas	111
5.4.4	Influência da rota de laminação.....	115
6.	CONCLUSÕES	118
7.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	121
8.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	122

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Distribuição de materiais empregados em aeronaves e ano de introdução. Adaptado de [1].	1
Figura 2 - Percentagem global dos materiais utilizados na fabricação das aeronaves (cortesia da empresa Embraer). (a) distribuição % global de peso: BOEING 777; (b) distribuição % global de peso: AIRBUS A380; e (c) distribuição % global de peso: EMBRAER 170. [2]	3
Figura 3 – Porção do diagrama de fases do sistema Mg-Al, mostrando a faixa de composição típica de ligas comerciais Mg-Al. Adaptado de [21].	11
Figura 4 – Diagrama de fases do sistema Mg-Zn. Adaptado de [22].	12
Figura 5 – Célula unitária HC. (a) Posições atômicas (b) Plano basal (0001), um plano da face (10 $\bar{1}$ 0) e principais planos da região [1 $\bar{2}$ 10] (c) Principais planos da região [1 $\bar{1}$ 00] e (d) Principais direções [20].	13
Figura 6 - Sistemas de planos de deslizamentos em materiais com estrutura cristalina HC [24].	14
Figura 7 – Dependência da tensão de cisalhamento crítica resolvida (τ_c) com a temperatura. Adaptado de [27].	16
Figura 8 – Relação entre a tensão (σ) aplicada e a tensão de cisalhamento resolvida (τ_R) no plano de deslizamento/maclação.	16
Figura 9 - Desenho esquemático do processo de laminação assimétrica.	18
Figura 10 - Desenho esquemático do processo “ <i>asymmetric reduction rolling</i> ”. Adaptado de [52].	18
Figura 11 – Possíveis rotas de laminação assimétrica multipasses (a) Rota A (b) Rota B (c) Rota C (d) Rota D [53].	19
Figura 12 – Textura típica de laminação apresentada pelo magnésio (a) (0002) (b) (1010) – DL: Direção de Laminação, DT: Direção Transversal. Adaptado de [29].	21
Figura 13 - Diagrama de Pourbaix Mg/H ₂ O a 25 °C [47].	27
Figura 14 - Esquema operacional básico de um elipsômetro Adaptado de [60].	30
Figura 15 - Onda incidente linearmente polarizada e onda refletida elipticamente polarizada (adaptado de [61]).	31
Figura 16 - Dimensões e direções das chapas da liga AZ31 no estado como recebido. DN: Direção Normal; DL: Direção de Laminação; DT: Direção Transversal.	34
Figura 17 - Metodologia Experimental. RT (<i>Room Temperature</i>) = Temperatura Ambiente.	36
Figura 18 – Laminador piloto (TEMA – UA)	37
Figura 19 – Forno posicionado à frente do laminador (TEMA-UA).	38
Figura 20 – (a) Pirômetro infravermelho e (b) Termopar Numecor 300.	38
Figura 21 – Teste 2: laminação em único passe com 10% de redução na espessura e razão de assimetria 3/2 (15 rpm / 10 rpm).	39
Figura 22 – Teste 3: laminação em único passe com 20% de redução na espessura e razão de assimetria 3/2 (15 rpm / 10 rpm).	40
Figura 23 - Teste 4: laminação em único passe com 20% de redução na espessura em condição simétrica (velocidade dos cilindro = 11,7 rpm).	41

Figura 24 – Balde com água para resfriamento, posicionado abaixo do local de saída das chapas.	42
Figura 25 - Microscópios Óticos (a) Olympus e (b) Nikon LV150 instalados na UFF e (c) Nikon LV150 instalado na UA.	46
Figura 26 – Microscópio Eletrônico de Varredura EVO MA 10 (LMME-UFF).	46
Figura 27 - Microdurômetro Shimadzu HMV-2 (UFF).	48
Figura 28 – (a) Máquina hidráulica INSTRON 3382 (b) detalhe do extensômetro (DIEMP-INT).	49
Figura 29 – Dimensões (mm) dos corpos de prova de tração (ASTM B557-15).	49
Figura 30 - Elipsômetro GES 5S SEMILAB (LMCM-ICEx).	50
Figura 31 - Modelo óptico para ajuste elipsométrico da liga AZ31 exposta ao ambiente.	52
Figura 32 - Microscópio Confocal Interferométrico Leica DCM 3D (LMCM-ICEx).	53
Figura 33 - Modelo ótico para ajuste elipsométrico da liga AZ31 exposta a uma solução de Na ₂ SO ₄ de 0,1 mol/L e pH = 6,5.	54
Figura 34 - Curvas tensão x deformação da liga AZ31 [67].	57
Figura 35 - Geometria do modelo de laminação simétrica.	58
Figura 36 - Geometria do modelo de laminação assimétrica.	59
Figura 37 - Microestrutura observada ao meio da DN da chapa C no estado como recebido.	63
Figura 38 - Resultado da modelagem elipsométrica para a amostra A10 obtido com ajuste das curvas com R ² = 0,95343 (a) valores de espessura (b) ajuste da curva tan Ψ versus λ (c) ajuste da curva cos Δ versus λ .	64
Figura 39 - Resultado da modelagem elipsométrica para a amostra A50 obtido com ajuste das curvas com R ² = 0,96119 (a) valores de espessura (b) ajuste da curva tan Ψ versus λ (c) ajuste da curva cos Δ versus λ .	64
Figura 40 - Resultado da modelagem elipsométrica para a amostra A60 obtido com ajuste das curvas com R ² = 0,9248 (a) valores de espessura (b) ajuste da curva tan Ψ versus λ (c) ajuste da curva cos Δ versus λ .	65
Figura 41 - Levantamento topográfico via microscopia confocal da amostra A10.	66
Figura 42 - Levantamento topográfico via microscopia confocal da amostra A50.	67
Figura 43 - Levantamento topográfico via microscopia confocal da amostra A60.	67
Figura 44 – Ajustes entre os valores calculados e medidos para (a) cos Δ e (b) tan ψ, para a amostra imersa por 3 minutos em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	68
Figura 45 - Ajustes entre os valores calculados e medidos para (a) cos Δ e (b) tan ψ, para a amostra imersa por 5 minutos em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	70
Figura 46 - Ajustes entre os valores calculados e medidos para (a) cos Δ e (b) tan ψ, para a amostra imersa por 15 minutos em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	71
Figura 47 - Ajustes entre os valores calculados e medidos para (a) cos Δ e (b) tan ψ, para a amostra imersa por 30 minutos em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	72
Figura 48 – Evolução da espessura das três camadas (Fases 1, 2 e 3) e da espessura total do filme ao longo do tempo de imersão em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	72
Figura 49 - Distribuição de tensão equivalente de von Mises ao final do primeiro passo de simulação.	74
Figura 50 - Distribuição de tensão equivalente de von Mises ao final do segundo passo de	

simulação.....	74
Figura 51 - Distribuição de tensão equivalente de von Mises durante terceiro passo de simulação.	74
Figura 52 - Distribuição de tensão equivalente de von Mises para laminação assimétrica no instante $t_{total} = 1,08$ s.	75
Figura 53 - Distribuição da pressão de contato ao longo do comprimento da chapa normalizado para $t_{total} = 0,47$ s.	76
Figura 54 - Distribuição da tensão equivalente de von Mises ao longo do comprimento da chapa normalizado para $t_{total} = 0,47$ s.	78
Figura 55 - Distribuição da deformação equivalente ao longo do comprimento da chapa para $t_{total} = 0,47$ s.	78
Figura 56 - Distribuição da componente de deformação cisalhante LE_{12} na linha central da chapa para $t_{total} = 0,47$ s na laminação assimétrica.	79
Figura 57 - Distribuição de temperatura ao longo do comprimento normalizado da chapa para $t_{total} = 0,47$ s.	80
Figura 58 – Amostras laminadas em único passe, com redução planejada de 20% da espessura, em condições simétrica (SR) e assimétrica (AR) e diferentes temperaturas (RT, 100 °C, 200 °C, 300 °C e 400 °C).	81
Figura 59 – (a) Microestrutura e (b) distribuição do tamanho de grão da chapa A no estado inicial tomados ao meio da DN.	82
Figura 60 – Micrografias ópticas das amostras processadas por laminação simétrica (SR) e laminação assimétrica (AR) nas condições de temperatura ambiente, 100 °C e 200 °C.	83
Figura 61 - Micrografias ópticas das amostras processadas por laminação simétrica (SR) e laminação assimétrica (AR) nas condições de temperatura de 300 °C e 400 °C.	84
Figura 62 - Dureza em função da temperatura de laminação para as amostras laminadas em único passe.	86
Figura 63 – Figuras de polo (0002), (1010), (1011), (1012) e (1120) da chapa A da liga AZ31 no estado como recebido.	87
Figura 64 – Figuras de polo (0002) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) a RT, 100 °C e 200 °C.	88
Figura 65 – Figuras de polo (0002) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) a 300 °C e 400 °C.	89
Figura 66 – Figuras de polo (1010) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) em diferentes temperaturas.	92
Figura 67 – Figuras de polo (1011) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) em diferentes temperaturas.	93
Figura 68 – Figuras de polo (1012) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) em diferentes temperaturas.	94
Figura 69 – Figuras de polo (1120) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) em diferentes temperaturas.	95
Figura 70 – (a) Microestrutura e distribuição do tamanho dos grãos (b) equiaxiais e (c) alongados, tomados ao meio da DN da chapa B da liga AZ31 no estado como recebido.	96

Figura 71 – Figura de polo (0002) para a chapa B da liga AZ31 no estado como recebido.....	97
Figura 72 – Curva tensão-deformação de engenharia: chapa B da liga AZ31 no estado como recebido.	97
Figura 73 – Amostras laminadas em múltiplos passes conforme planejamento estatístico de experimentos.....	98
Figura 74 – Micrografia da amostra D4 obtida via MEV-BSD destacando possíveis precipitados. ...	100
Figura 75 – Gráfico de Pareto para o ajuste do tamanho médio de grão utilizando o modelo LQ1+2.	101
Figura 76 – Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria (w_1/w_2) para o tamanho médio de grão. Número de passes fixado no ponto central.....	102
Figura 77 - Gráfico de contorno temperatura em função do número de passes para o tamanho médio de grão. Razão de assimetria fixada no ponto central.	103
Figura 78 - Gráfico de Pareto para o ajuste da porcentagem de grãos finos utilizando o modelo LQ1+2.	104
Figura 79 - Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria para a porcentagem de grãos finos. Número de passes fixado no ponto central.....	105
Figura 80 – Amostras laminadas que apresentaram maior porcentagem de grãos finos.	106
Figura 81 - Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria para a porcentagem de grãos finos. Número de passes fixado em 12.....	106
Figura 82 - Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria para a porcentagem de grãos finos; número de passes fixado em 4.....	107
Figura 83 - Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 5, razão de assimetria de 1,17 e diferentes temperaturas.....	108
Figura 84 - Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 5, razão de assimetria de 1,67 e diferentes temperaturas.....	109
Figura 85 - Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 9, razão de assimetria de 1,17 e diferentes temperaturas.....	109
Figura 86 - Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 9, razão de assimetria de 1,67 e diferentes temperaturas.....	109
Figura 87 – Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 7, razão de assimetria de 1,4 e diferentes temperaturas.....	110
Figura 88 - Figuras de polo (0002) para amostras laminadas a temperatura de 250 °C.....	111
Figura 89 – Gráfico de Pareto para o ajuste do limite de escoamento utilizando o modelo LQ1+2.	112
Figura 90 – Gráfico de Pareto para o ajuste do limite de resistência utilizando o modelo LQ1+2.	113
Figura 91 – Gráfico de contorno razão de assimetria (w_1/w_2) em função da temperatura para o limite de resistência. Número de passes fixado no ponto central.	113
Figura 92 – Gráfico de contorno razão de assimetria (w_1/w_2) em função do número de passes para o limite de resistência. Temperatura fixada no ponto central.....	114
Figura 93 – Gráfico de Pareto para o ajuste do alongamento utilizando o modelo LQ1+2.	114
Figura 94 - Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria (w_1/w_2) para o alongamento. Número de passes fixado no ponto central.....	115

Figura 95 – (a) Microestrutura e (b) distribuição do tamanho de grão da amostra D10, laminada assimetricamente via rota A, a 418 °C, com 7 passes e razão de assimetria de 1,40.	116
Figura 96 – (a) Microestrutura e (b) distribuição do tamanho de grão da amostra D10, laminada assimetricamente via rota D, a 418 °C, com 7 passes e razão de assimetria de 1,40.	116
Figura 97 – Figura de polo (0002) para as amostras laminadas via (a) rota A e via (b) rota D.	117
Figura 98 – Curvas tensão-deformação de engenharia das amostras laminadas assimetricamente via rota A e rota D.....	117

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades mecânicas típicas de ligas de magnésio comerciais à temperatura ambiente. Adaptado de [20].	10
Tabela 2 – Composição química nominal da liga de magnésio AZ31 (% em massa) - cortesia Zincomag.	13
Tabela 3 – Propriedades mecânicas médias da liga de magnésio AZ31 à temperatura ambiente - cortesia Zincomag.	13
Tabela 4 - Características cristalográficas dos sistemas de deslizamento em metais com estrutura cristalina HC [23].	14
Tabela 5 – Tipos de maclas no Mg e suas ligas [26].	15
Tabela 6 - Série galvânica em água do mar [45].	26
Tabela 7 - Composição química das chapas da liga AZ31 (% em massa) – cortesia Zincomag.	35
Tabela 8 - Propriedades mecânicas das chapas da liga AZ31 – cortesia Zincomag.	35
Tabela 9 – Parâmetros utilizados nas laminações em único passe.	42
Tabela 10 – Variáveis preditoras utilizadas no planejamento DCCR.	43
Tabela 11 – Ensaio de laminação em múltiplos passes, planejados via DCCR.	44
Tabela 12 - Propriedades dos cilindros e chapa [68,69].	56
Tabela 13 - Dados de processo adotados na simulação da laminação da liga de Mg AZ31.	61
Tabela 14 - Passos adotados na simulação da laminação da liga de Mg AZ31.	61
Tabela 15 - Parâmetros obtidos pela modelagem elipsométrica.	65
Tabela 16 – Características do modelo elipsométrico para a amostra imersa por 3 minutos em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	68
Tabela 17 – Características do modelo elipsométrico para a amostra imersa por 5 minutos em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	69
Tabela 18 - Características do modelo elipsométrico para a amostra imersa por 15 minutos em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	70
Tabela 19 - Características do modelo elipsométrico para a amostra imersa por 30 minutos em solução 0,1 mol/L Na ₂ SO ₄ com pH = 6,5.	71
Tabela 20 - Carga de laminação por unidade de largura das chapas.	77
Tabela 21 – Espessuras finais e redução de espessura reais alcançadas pelas chapas laminadas em único passe.	82
Tabela 22 – Propriedades mecânicas a tração da chapa B da liga AZ31 no estado como recebido.	98
Tabela 23 - Espessuras finais e redução de espessura reais alcançadas pelas chapas laminadas em múltiplos passes.	99
Tabela 24 – Resultados da análise de variância para o tamanho médio de grão.	101
Tabela 25 – Resultados da análise de variância para a porcentagem de grãos finos.	103
Tabela 26 – Resultado da análise de variância para a intensidade da componente de textura basal (0002).	108
Tabela 27 – Resultado da análise de variância para o limite de escoamento.	111
Tabela 28 – Resultado da análise de variância para o limite de resistência.	112

Tabela 29 – Resultado da análise de variância para o alongamento.112

1. INTRODUÇÃO

O magnésio é o metal estrutural mais leve atualmente disponível, portanto, suas ligas apresentam grande potencial de aplicação como material estrutural leve na indústria aeronáutica, automotiva, bem como em todo o setor de transportes. Desta forma, pode contribuir com os crescentes esforços destes segmentos nas buscas por redução de peso e redução de emissão de poluentes responsáveis pelo efeito estufa.

É bem verdade que nas últimas duas décadas os materiais compósitos ganharam grande notoriedade no setor de transportes. Especificamente no setor aeronáutico, esses materiais têm atingido parcelas significativas e crescentes na composição de algumas aeronaves comerciais, conforme pode ser constatado na Figura 1.

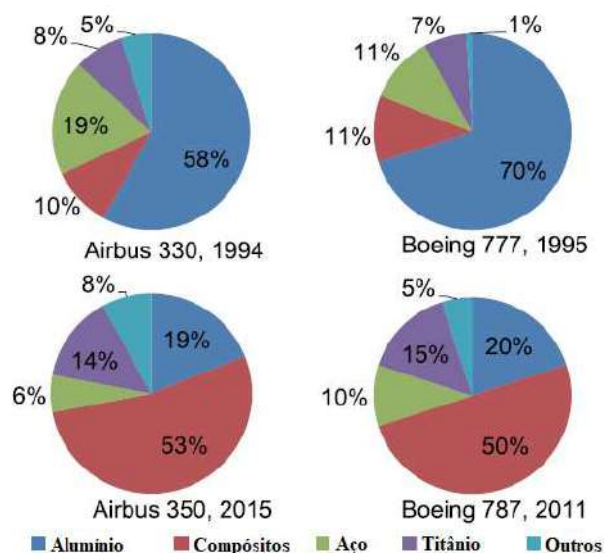


Figura 1 – Distribuição de materiais empregados em aeronaves e ano de introdução. Adaptado de [1].

Contudo, os compósitos não são capazes de superar os materiais metálicos em aspectos

essenciais como condutividade térmica e elétrica, custo de fabricação e principalmente em aspectos de resistência mecânica como tenacidade, de modo que estes materiais não são uma opção para substituir os metais quando trata-se de componentes essencialmente estruturais. Vale destacar ainda que o maior grau de conhecimento já adquirido sobre o comportamento dos metais torna-os materiais com maior potencial de desenvolvimento quanto à melhoria de propriedades permitindo também a utilização de coeficientes de segurança menores, evitando o uso de volume de material desnecessário.

Desta forma, certamente os metais ainda representam a melhor opção, principalmente nas estruturas maiores do avião, como asa e fuselagem. O especialista em aviação, Ernesto Klotzel em uma matéria à revista Aero Magazine em maio de 2015¹ refere-se à grande aplicação dos compósitos nas aeronaves BOEING 787 (2011) e AIRBUS A350 (2015) como “entusiasmo que irá passar”. Klotzel aponta ainda que das 9.600 aeronaves encomendadas à BOEING e AIRBUS na ocasião, cerca de 90% eram metálicas. Segundo ele, não há vantagens em termos de redução de peso a substituição do alumínio por compósitos em aeronaves menores. Nesta matéria, Klotzel cita ainda a fala de um engenheiro da Boeing: "Quanto mais aprendo com os compósitos, tanto mais atraente me parece o alumínio".

O Doutor em metalurgia, Marcelo Gonçalves, em matéria à revista Alumínio em maio de 2016² aponta também diversas desvantagens do uso de materiais compósitos em aeronaves, entre elas estão custo muito elevado, desconhecimento de metodologias para verificação de trincas internas nesses materiais e difícil moldabilidade. Essa última característica, segundo o engenheiro aeronáutico Milton Lima², foi responsável por um atraso de cinco anos no projeto de fabricação do Boeing 787.

Tratando-se então de materiais metálicos, sem dúvidas, o alumínio é o grande protagonista do setor aeronáutico com sua densidade relativamente baixa ($2,7 \text{ g/cm}^3$), boa resistência, boas propriedades de condutividade térmica e elétrica e elevada resistência à corrosão. Neste contexto, alumínio é o material mais utilizado na construção de aeronaves, o que pode ser exemplificado pela Figura 2 que apresenta a distribuição em peso dos materiais

¹ Klotzel, E. A Construção do Avião do Futuro. Revista Aero Magazine, 2015. Disponível em: <http://aeromagazine.uol.com.br/artigo/construcao-do-aviao-do-futuro_2112.html>. Acesso em: 01 de agosto de 2016.

² Tecnologia nas Alturas. Revista Alumínio: Inovação e Sustentabilidade, 2016. Disponível em: <<https://revistaaluminio.com.br/para-ver-e-ser-visto/>>. Acesso em: 01 de agosto de 2016.

empregados nas aeronaves de três grandes fabricantes.

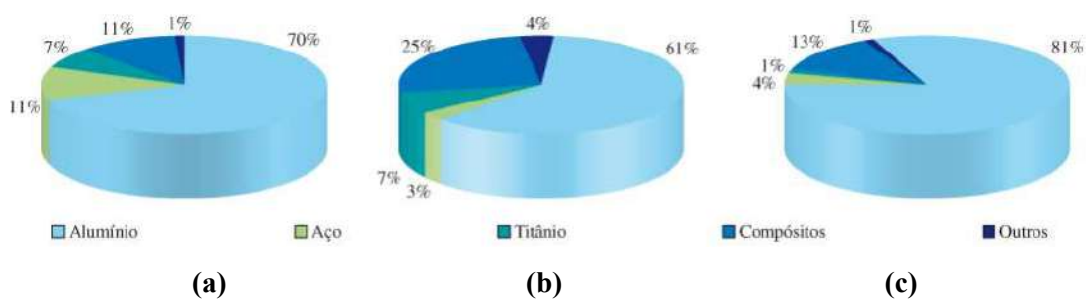


Figura 2 - Percentagem global dos materiais utilizados na fabricação das aeronaves (cortesia da empresa Embraer). (a) distribuição % global de peso: BOEING 777; (b) distribuição % global de peso: AIRBUS A380; e (c) distribuição % global de peso: EMBRAER 170. [2]

Desde 1919, quando o primeiro avião comercial totalmente metálico construído com liga de alumínio, o Junkers F-13, alçou voo, o alumínio se colocou como primeiro da lista de materiais estruturais aeronáuticos e mantém sua liderança até hoje. Ao longo desses 100 anos, muitos desenvolvimentos em termos de aprimoramento de propriedades e desenvolvimento de novas ligas de alumínio aeronáuticas foram alcançados [3,4]. Entretanto, a forte pressão das políticas internacionais de eficiência energética e redução de emissão de poluentes dos últimos anos tem feito não só o setor aeroespacial, mas todo o setor de transportes se voltar para a busca de metais ainda mais leves que o alumínio.

Neste cenário, o magnésio com densidade de $1,7 \text{ g/cm}^3$, ou seja aproximadamente $2/3$ da densidade do alumínio, desponta com grande potencial. A substituição de ligas de alumínio por ligas de magnésio pode se traduzir em números muito consideráveis em termos de economia de combustível e redução de emissão de CO_2 .

Além da baixa densidade, que se traduz em resistência e rigidez específicas relativamente altas, o magnésio torna-se atrativo pela sua abundância, fundibilidade e reciclabilidade. O magnésio foi por muito tempo banido da construção aeronáutica devido à alta inflamabilidade, porém, recuperou a atenção do setor com o desenvolvimento de ligas para as quais este problema foi banido. Atualmente, aplicações muito pontuais e pouco significativas em volume das ligas de magnésio na forma de peças fundidas podem ser encontradas na indústria aeronáutica bem como em outros setores da indústria de transportes [5,6]. Contudo, para se consolidarem no setor, as ligas de magnésio precisam superar grandes limitações, a

saber, baixa conformabilidade e uma limitada resistência à corrosão. Tais características as colocam atualmente em uma posição competitiva muito desfavorável em relação às ligas de alumínio, mas abrem um campo de pesquisa desafiador para o desenvolvimento de ligas de magnésio com melhores propriedades mecânicas e de resistência à corrosão.

A parcela mais significativa de consumo de material nas aeronaves é a fuselagem, que demanda material sob a forma de chapas com capacidade para ser conformado de acordo com a curvatura da fuselagem do avião e que ainda deve apresentar propriedades mecânicas adequadas para suportar os esforços de serviço durante a operação da aeronave. Portanto, o desenvolvimento de tecnologias para a produção de chapas de magnésio, sobretudo com propriedades adequadas, faz-se extremamente necessário.

O refinamento de grão é um conhecido mecanismo para melhorar as propriedades mecânicas de materiais cristalinos, aliando as propriedades de resistência mecânica e tenacidade. Neste sentido, os altos níveis de deformação plástica introduzidos pelos processos de Deformação Plástica Severa (DPS) têm permitido a obtenção de metais ultra refinados (ou metais nanocristalinos) com excelentes propriedades mecânicas. Diversos autores [7–10] têm aplicado técnicas de DPS (como *Equal Channel Angular Pressing*, *Multi Axial Forging*, *High Pressure Torsion* e *Friction Stir Processing*) às ligas de magnésio e observado significantes melhorias tanto na resistência mecânica como na ductilidade, como resultado do refinamento de grão. Dentre os processos de DPS, a laminação assimétrica destaca-se por processar o material na forma de produto plano e pela capacidade de processamento de grande volume, podendo ser facilmente aplicável em escala industrial. Jeong *et al.* [11] observaram um excepcional comportamento superplástico, com alongamento máximo de 830% a 673 K e taxa de deformação de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, para uma liga de magnésio AZ31 fabricada por laminação assimétrica. Comparado ao processo convencional de laminação, a laminação assimétrica impõe um maior nível de deformação plástica ao esboço pela introdução de uma componente de deformação cisalhante ao longo da espessura, decorrente da diferença de velocidades entre o cilindro superior e inferior do laminador.

Além do tamanho de grão, a plasticidade do magnésio é fortemente influenciada pela sua textura cristalográfica. Processos convencionais de conformação como a laminação simétrica tendem a desenvolver neste material uma forte textura basal com eixo *c* da estrutura cristalina hexagonal compacta alinhado à direção normal de laminação, o que compromete seriamente sua deformação plástica. Por outro lado, diversos trabalhos [12–14] têm apontado que a laminação assimétrica é capaz de modificar a textura das ligas de magnésio, facilitando

sua deformação subsequente.

Apesar dos diversos trabalhos que investigam a aplicação da laminação assimétrica às ligas de magnésio [11–17], o conhecimento dos efeitos dos parâmetros do processo sobre as propriedades finais é ainda escasso e de extrema importância para a proposição de rotas de laminação assimétrica otimizadas para a fabricação de ligas de magnésio de alto desempenho. Entender esses efeitos sobre as propriedades finais passa pelo conhecimento dos efeitos dos parâmetros sobre a deformação plástica induzida no material e sobre as modificações microestruturais e de textura; o que envolve fenômenos complexos como deslizamento de planos, maclação e recristalização. Portanto, investigações sistemáticas neste sentido ainda são requeridas. Os trabalhos encontrados na literatura, em sua totalidade, investigam a influência de parâmetros como temperatura, rota de laminação e razão de assimetria de forma totalmente isolada, sem considerar a interação entre eles.

Neste contexto, o objetivo principal desta tese de doutorado foi identificar os parâmetros do processo de laminação assimétrica que gerem na liga de magnésio AZ31 as melhores condições microestruturais e de textura, visando refinamento de grão, homogeneidade e uma componente de textura basal enfraquecida; e os mais altos valores de propriedades mecânicas. Para isso, o método de Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) foi utilizado para planejar simulações experimentais da laminação assimétrica da liga AZ31. Neste planejamento, tem-se como variáveis a temperatura, o número de passes e a razão de assimetria. Buscou-se ainda entender a influência da assimetria e das diferentes temperaturas de laminação sobre os mecanismos de deformação atuantes para a liga AZ31. Para isso, previamente às simulações planejadas via DCCR, um menor grupo de simulações experimentais foi realizado em condições simétricas e assimétricas a diferentes temperaturas e os mecanismos de deformação atuantes foram então discutidos por meio da análise qualitativa de resultados microestruturais e de macrotextura. Adicionalmente, foram propostos modelos numéricos em elementos finitos capazes de prever as tensões e deformações impostas a chapas da liga AZ31 durante os processos de laminação simétrica e assimétrica.

De forma complementar, buscando-se contribuir com o entendimento dos mecanismos de corrosão das ligas de magnésio que ainda não são claramente definidos [18,19], a técnica de elipsometria foi utilizada para investigar o crescimento de filmes superficiais sobre a liga de magnésio AZ31 quando exposta ao ar e a um ambiente agressivo de Na₂SO₄.

1.1 Relevância Tecnológica

A principal motivação para o desenvolvimento deste trabalho é de cunho tecnológico e parte da possibilidade de desenvolvimento de uma liga de magnésio capaz de substituir as ligas de alumínio das séries 2XXX e 7XXX atualmente empregadas na estrutura das aeronaves, o que reduziria substancialmente seu peso e, conseqüentemente, seu consumo de combustível e emissão de poluentes.

A seguir, a partir de dados obtidos do manual de operação da aeronave norte-americana BOEING 777, faz-se uma análise da redução de combustível e de emissão de CO₂ alcançada com a introdução das ligas de magnésio em substituição às ligas de alumínio. Vale destacar que esta análise é bastante superficial e que uma análise real precisa levar em conta valores mais precisos e outros fatores muito mais complexos.

O peso operacional vazio de um BOEING 777-200 é de aproximadamente 136 toneladas. Consideremos que esta aeronave faça um vôo com um peso de decolagem de 200 toneladas (peso bem próximo do máximo peso de decolagem), ou seja, levando, além de seu próprio peso, mais 64 toneladas entre combustível, carga e passageiros. De acordo com a tabela de consumo e considerando de maneira bem simplista o vôo apenas na etapa de cruzeiro a uma altitude de 39.000 pés, esta aeronave teria um consumo de combustível de aproximadamente 6,1 toneladas por hora.

Conforme mostrado nas Figuras 1 e 2, 70% desta aeronave é constituída de alumínio. Considerando de maneira bastante otimista que todo o alumínio fosse substituído por magnésio e levando em consideração, para fins de cálculo, as densidades do alumínio e magnésio puro (1,7 g/cm³ e 2,7 g/cm³, respectivamente), haveria uma redução no peso da aeronave de 136 toneladas para aproximadamente 100 toneladas. De acordo com a tabela de consumo da aeronave e, considerando que ela faça um vôo a mesma altitude considerada anteriormente e levando as mesmas 64 toneladas entre combustível, carga e passageiro, ou seja, com um peso total de decolagem de 164 toneladas, ela agora teria um consumo de combustível de 4,8 toneladas por hora. O consumo desta aeronave, portanto, seria reduzido em mais de 20%.

A companhia aérea Air France, que opera com o BOEING 777, estima que 3,15 toneladas de CO₂ seja produzida pela combustão de 1 tonelada de querosene, o combustível das aeronaves. Portanto, com a substituição do alumínio pelo magnésio exemplificada acima haveria uma redução de 19,2 toneladas de CO₂ por hora para 15,1 toneladas de CO₂ por hora. Ou seja, dentro deste quadro bastante otimista de total substituição das ligas de alumínio pelas

ligas de magnésio, uma aeronave como o BOEING 777 emitiria 4,1 toneladas a menos de CO₂ por hora.

Novamente, é preciso destacar que todos os cálculos realizados acima são muito superficiais e simplificados, contudo, diante deles é possível ter uma noção dos ganhos financeiros e ambientais adquiridos com o desenvolvimento de ligas de magnésio mais resistentes mecanicamente, com melhor conformabilidade e mais resistentes à corrosão.

Vale ainda destacar que o cenário brasileiro é altamente favorável para investimentos no desenvolvimento de ligas de magnésio para a indústria aeronáutica. Contamos com a empresa RIMA, que é a única produtora de magnésio primário do Hemisfério Sul e apresenta alta capacidade produtiva. No setor aeronáutico, a brasileira EMBRAER é líder mundial no mercado para aviões de 70 a 130 assentos e atua também em posições relevantes em outros segmentos, além disso, vale destacar que atualmente a brasileira participa de uma grande negociação de expansão de negócios com a criação de uma *joint venture* juntamente com a também gigante, a norte-americana BOEING.

1.2 Relevâncias Científicas

A seguir são enumerados os principais pontos de relevância desta tese no âmbito científico:

- Análise da influência dos parâmetros da laminação assimétrica sobre a microestrutura, textura e propriedades mecânicas da liga de magnésio AZ31 via planejamento estatístico, o que permite, com um número relativamente reduzido de experimentos, identificar os melhores parâmetros para o processo;
- Desenvolvimento de uma metodologia para caracterização elipsométrica de filmes crescidos sobre a liga de magnésio AZ31 quando exposta a diferentes meios. Apesar de ser uma técnica relativamente antiga, a elipsometria é pouco conhecida e explorada e constitui-se de uma ótima ferramenta para a caracterização de filmes finos, portanto pode ser útil no entendimento da cinética de crescimento de filmes de oxidação sobre a liga de magnésio AZ31.

2. OBJETIVOS

O objetivo principal da tese foi identificar os parâmetros de laminação assimétrica que gerem em chapas da liga de magnésio AZ31 o menor tamanho de grão, maior homogeneidade em termos de distribuição de tamanho de grão, componente de textura basal mais enfraquecida, e os mais altos valores de propriedades mecânicas, a saber limites de escoamento e resistência e alongamento. Como objetivos específicos, pontuam-se:

- Entender a influência da assimetria no processo de laminação sobre os mecanismos de deformação plástica;
- Entender a influência da temperatura no processo de laminação sobre os mecanismos de deformação plástica;
- Propor modelos em elementos finitos para previsão das tensões e deformações desenvolvidas na liga AZ31 durante laminação simétrica e assimétrica.
- Desenvolver modelos elipsométricos e utilizá-los para caracterizar filmes de óxidos/hidróxidos crescidos sobre a liga quando exposta ao ar e a uma solução agressiva de sulfato de sódio (Na_2SO_4).

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Magnésio e suas Ligas

O magnésio é um elemento encontrado em abundância, sendo o oitavo mais comum na crosta terrestre. É um metal estrutural de baixa densidade, aproximadamente $1,7 \text{ g/cm}^3$, valor este que é 37% menor que do alumínio ($2,7 \text{ g/cm}^3$) e aproximadamente 80% menor que do aço ($7,8 \text{ g/cm}^3$). Isto torna o magnésio e suas ligas metais de elevada razão entre resistência mecânica e massa. Como propriedades do magnésio, destacam-se seu baixo ponto de fusão, em torno de $650 \text{ }^\circ\text{C}$, boa resistência à fadiga e alta resistência ao impacto. Comparado aos polímeros e compósitos, fortes concorrentes em determinadas aplicações que buscam a redução de peso em estruturas, o magnésio se destaca graças aos seus maiores valores de condutividade térmica e elétrica, maior resistência à degradação pela ação do meio e ainda pela sua maior facilidade de reciclar.

Para aplicações industriais, em geral, as propriedades do magnésio puro não são tão atrativas e, portanto, na maioria de suas aplicações ele é encontrado na forma de ligas. Em geral, os elementos de liga colaboram para melhoria das propriedades mecânicas e/ou de resistência à corrosão, ou mesmo de características como fundibilidade.

O órgão americano ASTM (*American Society for Testing and Materials*) estabelece que as ligas de magnésio, classificadas em fundidas e trabalhadas, são designadas por um conjunto de caracteres alfanuméricos, contendo duas letras e dois números, podendo ainda ser seguido por uma letra, ou seja XYab ou XYabZ. Nesta nomenclatura, as duas primeiras letras XY se referem aos dois principais elementos de liga, os números seguintes ab são relativos aos teores nominais de cada um destes elementos e a letra posterior Z, quando presente, indica variações da liga básica associadas à introdução de outros elementos minoritários. Os elementos de liga comumente presentes são designados pelas seguintes letras: A = alumínio, E = terras raras, H = tório, K = zircônio, M = manganês, O = prata, S = silício, T = estanho, Z = zinco.

No caso da liga sofrer algum tipo de tratamento térmico ou termomecânico, o conjunto de caracteres alfanuméricos designativo da liga é ainda seguido por um hífen e um código que indica o tipo de tratamento. Os tratamentos térmicos e termomecânicos são indicados por: F = como fabricado, O = recozido, H10 a H11 = levemente encruado, H23, H24, H26 = encruado e parcialmente recozido, T4 = solubilizado, T5 = envelhecido artificialmente, T6 = solubilizada e envelhecida artificialmente, T8 = solubilizada, trabalhada a frio (encruada) e envelhecida artificialmente.

Sendo assim, por exemplo, a liga AZ92A-T6 designa uma liga com 9 % de alumínio e 2 % de zinco em sua composição básica (A) e submetida ao tratamento térmico de solubilização e envelhecimento com o objetivo de obter dureza máxima (T6).

3.1.1 Ligas de Magnésio Mg-Al-Zn

Dentre as ligas de magnésio, as ligas do sistema Mg-Al-Zn caracterizam-se por apresentar valores de resistência mecânica e ductilidade de médio a alto, quando comparadas com ligas de outros sistemas, conforme listado na Tabela 1.

Tabela 1 – Propriedades mecânicas típicas de ligas de magnésio comerciais à temperatura ambiente. Adaptado de [20].

Liga	Condição	Limite de Resistência (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Alongamento (%)
AZ31B-F	Forjada	260	170	15
AZ31B-H24	Chapa Laminada	290	220	15
AZ80A-T5	Barra Extrudada	380	275	7
AZ80A-T5	Forjada	345	250	6
AZ91C-T6	Fundida	275	145	6
ZK40A-T5	Barra Extrudada	275	255	4
ZK60A-T5	Barra Extrudada	350	285	11
ZM21-H24	Chapa Laminada	250	165	6
ZM21-F	Barra Extrudada	235	155	8
AM60A-F	Fundida	240	130	13
AM20-F	Fundida	210	90	20
WE43A-T6	Fundida	250	165	2

As ligas do sistema Mg-Al-Zn apresentam uma variedade de aplicações tanto na condição fundida como trabalhada, a depender principalmente do teor de Al. Neste sistema, o alumínio contribui para a melhoria de resistência mecânica e fundibilidade do magnésio, com a vantagem de causar pouco acréscimo na densidade da liga. As ligas comerciais possuem teores de Al no intervalo de 2 a 9% em peso, como representado na porção do diagrama de fases binário Mg-Al (Figura 3). Baixos teores de Al podem não ser suficiente para gerar boa fundibilidade à liga, enquanto teores muito elevados podem comprometer a ductilidade e resistência ao impacto pela alta fração de precipitados β ($Mg_{17}Al_{12}$) [21].

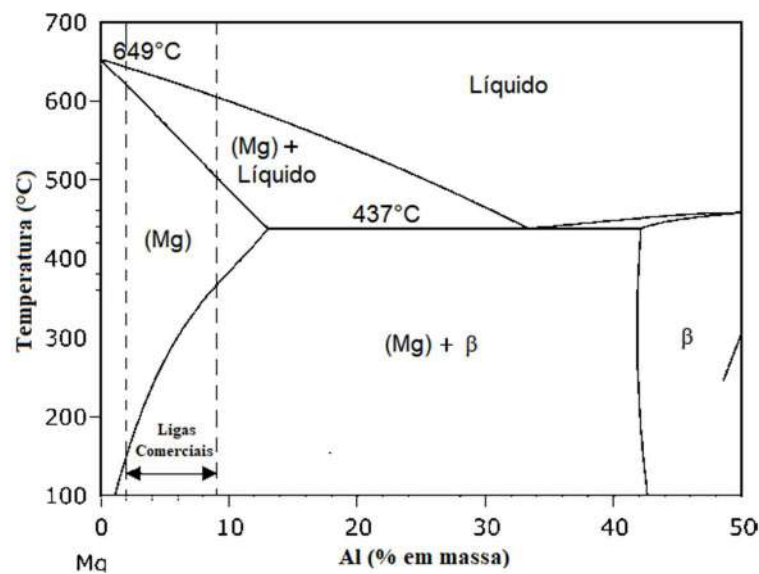


Figura 3 – Porção do diagrama de fases do sistema Mg-Al, mostrando a faixa de composição típica de ligas comerciais Mg-Al. Adaptado de [21].

O componente intermetálico β pode ainda comprometer a resistência à fluência da liga devido ao seu baixo ponto de fusão e, portanto, pode ser minimizado com teores menores de Al. No entanto, quando a redução de Al não é desejável por comprometer propriedades mecânicas importantes como limite de escoamento e de resistência mecânica, um tratamento térmico adequado pode ser a alternativa. A fase β pode ser solubilizada na matriz da estrutura cristalina hexagonal compacta (Mg) com o aquecimento da liga a temperaturas acima de 400 °C seguido de resfriamentos rápidos o suficiente para evitar a precipitação no intervalo entre 150-250 °C. Vale destacar ainda que a precipitação da fase $Mg_{17}Al_{12}$ pode ser realizada propositalmente, de forma controlada, através de solubilização e envelhecimento, com o objetivo de endurecer as ligas de magnésio com teor suficiente de alumínio para tal.

O zinco pode melhorar a resistência mecânica e a ductilidade da liga em solução sólida na matriz (Mg). A solubilidade máxima do Zn no Mg é de 6,2% na temperatura eutética de aproximadamente 340 °C (Figura 4) e, quando presente acima do limite de solubilidade, pode formar compostos de Mg-Zn que podem também contribuir para melhoria de resistência mecânica quando adequadamente dispersos na matriz. Observa-se que até 4% o Zn contribui significativamente para o aumento do limite de resistência e alongamento, porém essas propriedades são reduzidas com adições maiores deste elemento [3]. O zinco, adicionado à liga contendo alumínio, faz com que a componente eutética magnésio-alumínio (Figura 3) tome uma forma completamente dissociada, com partículas massivas de $Mg_{17}Al_{12}$ ou $Mg_{32}(Al,Zn)_{49}$ cercadas pela matriz (Mg) [20].

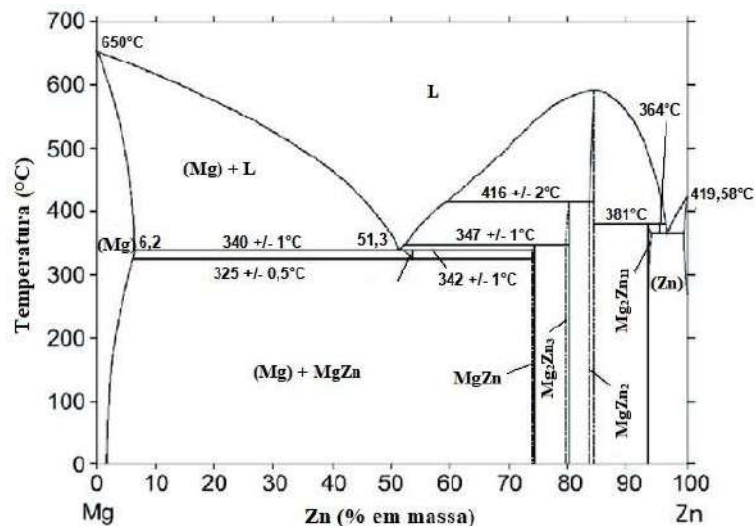


Figura 4 – Diagrama de fases do sistema Mg-Zn. Adaptado de [22].

Impurezas nas ligas de magnésio devem ser controladas, sobretudo quando se trata de elementos como ferro, cobre e níquel, pois prejudicam substancialmente a resistência à corrosão. O manganês é capaz de reduzir os efeitos adversos de algumas impurezas, em especial o Fe, retirando os átomos de solução pela formação de compostos intermetálicos. Por esse motivo, a maioria das ligas de magnésio possuem entre 0,2 a 0,4% em peso de Mn [21].

Dentro do sistema Mg-Al-Zn, a liga comercial AZ31, escolhida para esta investigação, é provavelmente uma das mais utilizadas. Ela é considerada uma liga de média resistência mecânica e, por conter um teor moderado de Al, apresenta um alongamento considerável, sendo classificada como uma liga trabalhável (conformável). Em geral suas propriedades mecânicas

são melhoradas via trabalho mecânico e/ou tratamentos térmicos, não sendo tão efetivo o endurecimento por precipitação já que o teor de alumínio é relativamente baixo. Nas Tabelas 2 e 3 a seguir estão listadas, respectivamente, informações sobre a composição química e propriedades típicas para a liga AZ31.

Tabela 2 – Composição química nominal da liga de magnésio AZ31 (% em massa) - cortesia Zincomag.

Al	Zn	Mn	Fe	Cu	Ni	Si	Ca	Mg	Outras Impurezas
2,5 – 3,5	0,6 – 1,4	0,2 – 1,0	0,003 (máx.)	0,01 (máx.)	0,001 (máx.)	0,08 (máx.)	0,04 (máx.)	Balanço	0,30 (máx.)

Tabela 3 – Propriedades mecânicas médias da liga de magnésio AZ31 à temperatura ambiente - cortesia Zincomag.

Limite de Resistência (MPa)	Limite de Escoamento (MPa)	Alongamento (%)	Dureza Vickers (Hv)
270	180	15	75±5

3.1.2 Cristalografia e Comportamento Plástico

O magnésio possui uma estrutura cristalina hexagonal compacta (HC), cujas posições atômicas e os principais planos e direções estão apresentados na Figura 5.

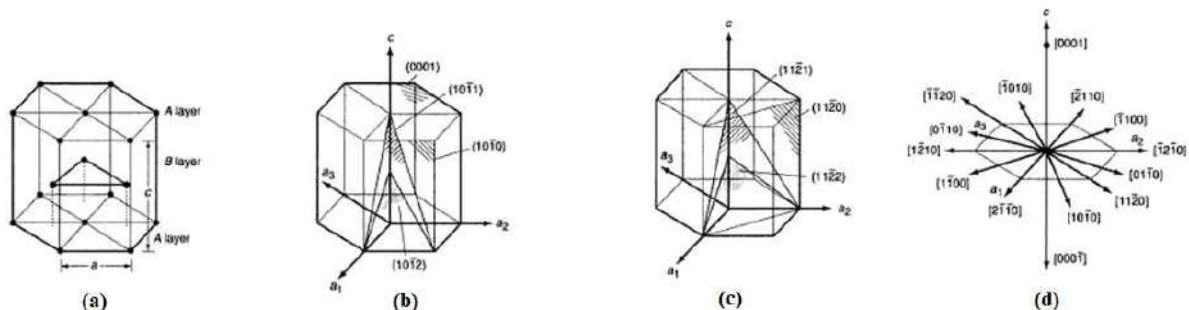


Figura 5 – Célula unitária HC. (a) Posições atômicas (b) Plano basal (0001), um plano da face $(10\bar{1}0)$ e principais planos da região $[1\bar{2}10]$ (c) Principais planos da região $[1\bar{1}00]$ e (d) Principais direções [20].

Sabe-se que, em geral, o principal mecanismo de deformação nos materiais cristalinos é a movimentação de discordâncias através do deslizamento de planos atômicos. Na Tabela 4 e Figura 6 são apresentados os possíveis sistemas de deslizamento para metais com estrutura hexagonal, relacionados aos planos basal, prismático e piramidal. A baixa conformabilidade do magnésio, sobretudo, à temperatura ambiente, está intrinsecamente relacionada ao seu baixo número de sistemas de deslizamento (pares plano-direção) independentes.

Tabela 4 - Características cristalográficas dos sistemas de deslizamento em metais com estrutura cristalina HC [23].

Plano de Deslizamento	Vetor de Burgers	Descrição Cristalográfica	Número de Sistemas Independentes
Basal	$\langle a \rangle$	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
Prismático	$\langle a \rangle$	$\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
Piramidal (tipo I)	$\langle a \rangle$	$\{1\bar{1}01\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	4
Piramidal (tipo II)	$\langle c+a \rangle$	$\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	5

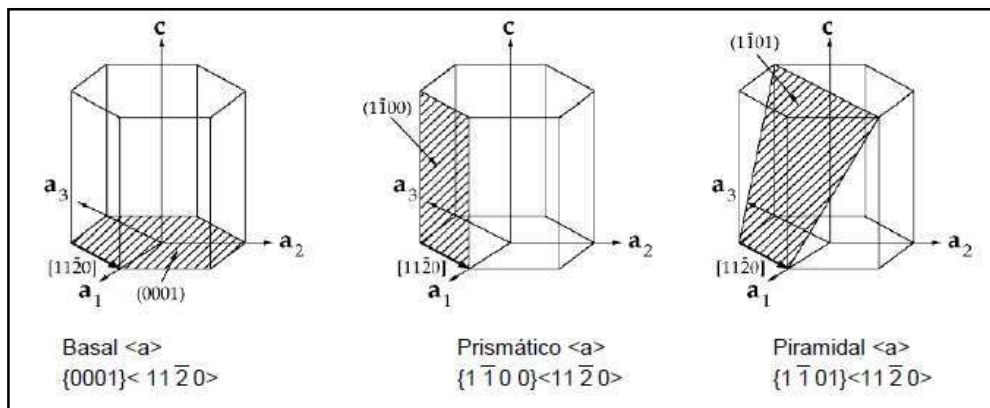


Figura 6 - Sistemas de planos de deslizamentos em materiais com estrutura cristalina HC [24].

Para o magnésio à temperatura ambiente, o sistema basal $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ é preferencialmente ativado por apresentar o menor valor de tensão de cisalhamento crítica resolvida (τ_{CR}), como consequência do alto fator de empacotamento do plano basal. Entretanto, o sistema basal possui apenas dois sistemas de deslizamento independentes, o que não é

suficiente para atender ao critério de escoamento de von Mises [25] que estabelece que ao menos cinco sistemas de deslizamento independentes são necessários para uma deformação uniforme do cristal, sem falha. Além disso, o deslizamento de planos basais não é capaz de provocar nenhuma deformação ao longo do eixo c. Portanto, um mecanismo adicional é muito importante durante a deformação plástica do magnésio e suas ligas, a saber, a maclação mecânica.

Embora as maclas mecânicas consigam acomodar apenas uma quantidade limitada de deformação, a maclação é capaz de gerar reorientação de planos, tornando-os mais favoravelmente (ou desfavoravelmente) orientados para sofrerem deslizamento. As maclas mecânicas observadas durante a deformação do magnésio e suas ligas podem ser classificadas como sendo maclas de tração, as mais comuns, maclas de compressão e maclas duplas ou secundárias. Cada tipo de macla é capaz de rotacionar o plano basal em torno do eixo $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ segundo um ângulo específico, conforme dados listados na Tabela 5 [26].

Tabela 5 – Tipos de maclas no Mg e suas ligas [26].

Tipo de Macla	Sistema de Maclação	Ângulo de rotação do plano basal / Eixo de rotação
Tração	$\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$	$86^\circ / \langle 1\bar{2}10 \rangle$
Compressão	$\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2 \rangle$	$56^\circ / \langle 1\bar{2}10 \rangle$
Duplas	$\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$	$38^\circ / \langle 1\bar{2}10 \rangle$

Em altas temperaturas, a tensão de cisalhamento crítica resolvida para os sistemas de deslizamento não-basais decresce e estes sistemas podem ser ativados para a deformação plástica, acomodando também deformação no eixo c do cristal HC. Na Figura 7 está demonstrada a dependência da τ_{CR} dos sistemas de deslizamento/maclação com a temperatura. Em geral, sistemas de maclação e deslizamento atuam em conjunto como principais mecanismos durante a deformação plástica do magnésio.

Vale destacar que as maclas, assim como as discordâncias, são defeitos cristalinos que interagem entre si e dificultam a continuação da movimentação de discordâncias, sendo necessário aumento no nível de tensão para continuação da deformação, ou seja, causa encruamento ao material.

A partir da Figura 7, é fácil perceber que a temperatura tem influência sobre quais

sistemas de deslizamento/maclação atuarão durante a deformação de uma liga de magnésio. Além disso, para ativar cada sistema de deslizamento/maclação é necessário que a tensão de cisalhamento resolvida (τ_R), obtida pela lei de Schmid, vide esquema na Figura 8, efetivamente imposta àquele plano de deslizamento/maclação ultrapasse a τ_{CR} . Isto dependerá não somente do nível de tensão imposto (σ), mas também dos ângulos formados entre a direção de deslizamento e a direção da tensão aplicada (λ) e entre o plano de deslizamento e a direção da tensão aplicada (ϕ).

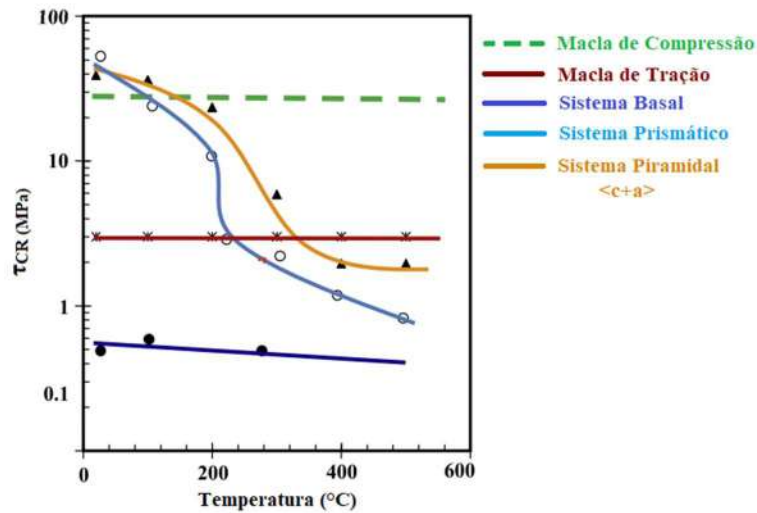


Figura 7 – Dependência da tensão de cisalhamento crítica resolvida (τ_c) com a temperatura. Adaptado de [27].

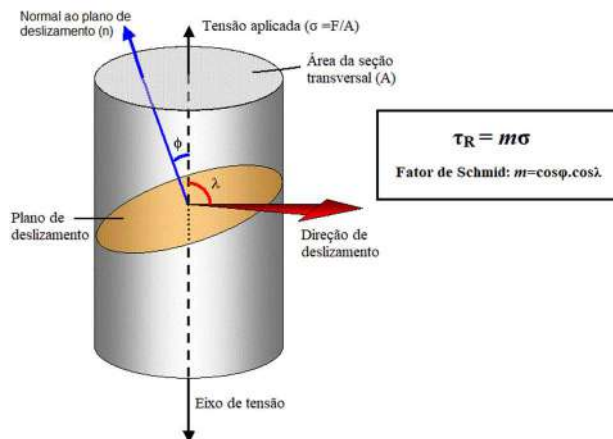


Figura 8 – Relação entre a tensão (σ) aplicada e a tensão de cisalhamento resolvida (τ_R) no plano de deslizamento/maclação.

Portanto, fica evidente que a orientação dos planos de deslizamento/maclação em relação à direção da tensão imposta influencia diretamente no quão fácil ou difícil é ativar os sistemas relacionados a estes planos. De maneira mais ampla, isso significa que a deformação plástica depende substancialmente da orientação dos grãos. O material pode apresentar uma textura com planos preferencialmente orientados de maneira desfavorável (ou favorável) para ativação daquele sistema. No caso do magnésio, em que o sistema basal possui uma τ_{CR} substancialmente menor que outros sistemas, é extremamente importante o controle da componente de textura basal.

Além da temperatura e da textura, todos os sistemas de deslizamento/maclação que podem atuar durante a deformação plástica do magnésio são fortemente influenciados por outros fatores como tamanho de grão, teor de elementos de liga em solução sólida, presença de precipitados e taxa de deformação. Essas influências são amplamente discutidas por Agnew [28]. Dentre esses fatores, vale destacar aqui a conhecida ação endurecedora do refinamento de grão. A diminuição do tamanho de grão eleva a área de contorno de grão que, por sua vez, atua como barreira para a movimentação das discordâncias elevando a tensão de escoamento. Essa relação entre tamanho de grão (d) e limite de escoamento (σ_y) é descrita pela também conhecida equação de Hall-Petch (Eq. 1), onde σ_0 e k são constantes específicas do material.

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-\frac{1}{2}} \quad (1)$$

3.2 Processo de Laminação Assimétrica

A laminação assimétrica é um processo capaz de impor um nível de deformação ao material superior àquele imposto pela laminação convencional simétrica por meio da introdução de tensões cisalhantes. Isto é conseguido com o uso de diferentes velocidades periféricas ($v_1 \neq v_2$) nas superfícies inferior e superior da chapa, conforme o esquema apresentado na Figura 9. Essas diferentes velocidades periféricas podem ser impostas por meio da utilização de cilindros com diferentes diâmetros ($d_1 \neq d_2$) girando em velocidades angulares iguais ($\omega_1 = \omega_2$), por meio de cilindros de diâmetros iguais ($d_1 = d_2$) com velocidades angulares diferentes ($\omega_1 \neq \omega_2$), ou ainda, utilizando condições de atrito diferentes nos contatos superior e inferior cilindro-chapa.

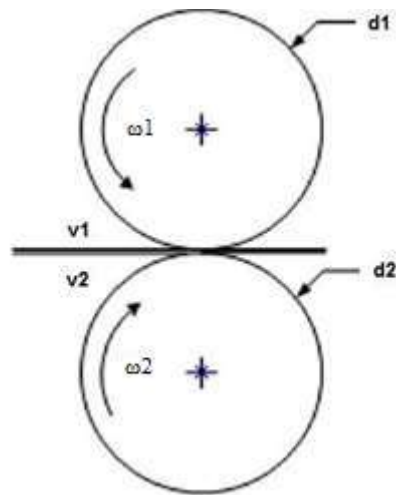


Figura 9 - Desenho esquemático do processo de laminação assimétrica.

Vale destacar que recentemente Ma *et al.* [52] propuseram um novo método para introduzir assimetria ao processo de laminação que batizaram como “*asymmetric reduction rolling*”. Conforme mostrado na Figura 10, utilizaram uma configuração do equipamento idêntica àquela da laminação convencional - cilindros com idênticas dimensões e velocidades de rotação e condições de atrito iguais para os dois cilindros - no entanto adicionaram um suporte na região de entrada para apoiar a chapa a ser laminada de modo que a mesma seja alimentada sem que o centro de sua espessura coincida com o centro do "gap" entre os cilindros.

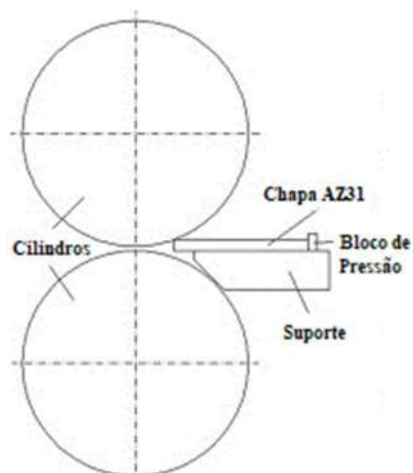


Figura 10 - Desenho esquemático do processo “*asymmetric reduction rolling*”. Adaptado de [52].

Ma *et al.* [52] avaliaram a utilização da técnica desenvolvida por eles para a laminação da liga de Mg AZ31 utilizando um modelo construído pelo método de elementos finitos e concluíram que o processo foi capaz de introduzir alto nível de tensão cisalhante.

O processo de laminação assimétrica multipasses pode ser realizado por diferentes rotas, conforme mostrado na Figura 11. As rotas B e C anulam ou ao menos reduzem o efeito de assimetria entre um passe e outro, enquanto as rotas A e D parecem propagar este efeito. Ma *et al.* [35] aplicaram as quatro possíveis rotas para laminação assimétrica da liga AZ31 e verificaram para a amostra laminada via rota D uma microestrutura refinada mais homogênea quando comparado às amostras submetidas a outras rotas. Ma *et al.* [35] atribuíram esse resultado ao maior grau de deformação efetiva e deformação cisalhante mais uniforme acumuladas durante laminação através da rota D, o que seria responsável pela uniformidade na microestrutura e maior fração recristalizada.

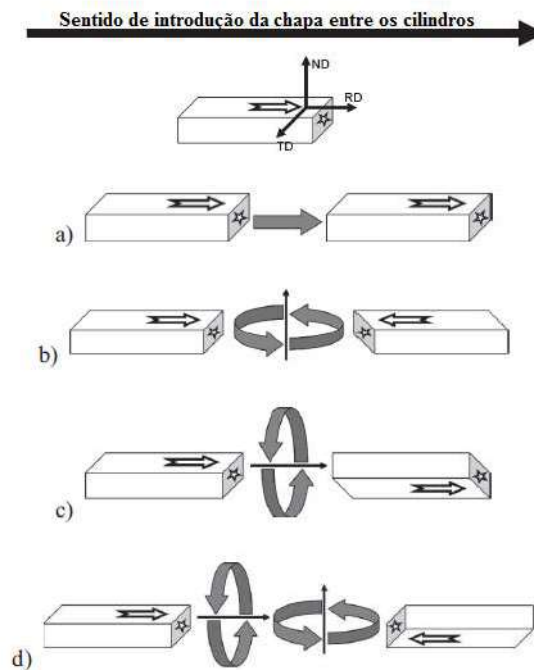


Figura 11 – Possíveis rotas de laminação assimétrica multipasses (a) Rota A (b) Rota B (c) Rota C (d) Rota D [53].

A modificação dos parâmetros do processo de laminação (entre eles, razão de assimetria – v_1/v_2 ou ω_1/ω_2 , temperatura, número de passes e rota de laminação) pode gerar configurações e níveis de tensões totalmente distintos interferindo sobre os mecanismos de deformação e

recristalização desenvolvidos durante a deformação do magnésio, o que por sua vez interfere sobre a microestrutura e textura finais. Por outro lado, a microestrutura e textura definem as propriedades (principalmente mecânicas) que as ligas de magnésio apresentarão após o processamento. Portanto, identificar os parâmetros que gerem as propriedades mais adequadas para o material é um grande desafio.

Alguns autores têm se empenhado neste tema: Luo *et al.* [16] investigaram a influência da razão de assimetria para a laminação da liga de magnésio AZ31; nos trabalhos de Chang *et al.* [54] e de Ma *et al.* [35] foi investigada a influência da rota de laminação para as ligas AM31 e AZ31, respectivamente; Biswas *et al.* [13] investigaram a influência da temperatura para o magnésio comercialmente puro. No entanto os parâmetros são muitos e as faixas de variação de cada um são muito grandes, o que torna muito complexa esta investigação do ponto de vista experimental. Neste sentido análises não-experimentais podem ser muito úteis e também têm sido realizadas por alguns autores.

Diferente do processo de laminação simétrica que apresenta formulações matemáticas bem estabelecidas, soluções para o equilíbrio mecânico na laminação assimétrica ainda não são bem definidas. Autores como Halloumi *et al.* [55], Zhang *et al.* [56] e Minton *et al.* [57] propuseram soluções analíticas para investigação da mecânica do processo de laminação assimétrica defendendo a tese de que soluções via métodos numéricos possuem limitações quanto a tempos computacionais, impossibilitando aplicações de controle "online". Contudo, a abordagem via métodos numéricos tem se mostrado extremamente importante para obter uma melhor compreensão do processo e facilitar a exploração barata de diversas configurações possíveis para a laminação assimétrica. Além disso, resultados numéricos têm sido utilizados por alguns autores para validar seus modelos analíticos.

Portanto, os métodos numéricos representam uma importante ferramenta para investigar a influência dos parâmetros da laminação assimétrica sobre as deformações plásticas introduzidas no material laminado. Diversos autores têm utilizado modelos numéricos via método de elementos finitos (MEF) para investigar a mecânica da laminação assimétrica [35,58,59]. Um bom modelo numérico deve representar precisamente as características mecânicas da laminação assimétrica a fim de que consiga simular de forma realística as tensões que o processo impõe sobre o material laminado. Além disso, para a previsão das deformações plásticas, é de extrema importância o acoplamento de um modelo constitutivo conciso do material, ou seja, um modelo que descreva adequadamente o comportamento plástico do material frente às tensões impostas.

Um grande desafio identificado neste cenário é acoplar aos modelos termomecânicos equações que descrevam os fenômenos metalúrgicos e obter um modelo termomecânico-metalúrgico capaz de prever não só as tensões e deformações, mas também a microestrutura e textura finais.

3.3 Comportamento do Magnésio durante Laminação: Refinamento de Grão e Modificação de Textura Cristalográfica

A razão c/a de materiais cristalinos com estrutura HC tem forte influência sobre os sistemas de deslizamento atuante durante a laminação. O magnésio possui relação c/a igual a 1,624; valor muito próximo do valor ideal de 1,633 do modelo de esferas rígidas. Isto torna o sistema basal preferencial para deformação durante a laminação simétrica, seguido do sistema prismático e, por último, o piramidal. A forte atuação dos sistemas de deslizamento operando nos planos basais durante o trabalho a frio (encruamento) via laminação convencional faz com que estes planos sejam rotacionados de maneira a se alinharem perpendicularmente à direção normal e, como consequência disso, o magnésio apresenta a tendência em adquirir uma forte textura basal durante a laminação convencional, conforme ilustrado na Figura 12 [29]. Esta textura é totalmente desfavorável para continuação da deformação nas ligas de magnésio. Por outro lado, a inserção de uma componente cisalhante durante a laminação, com os processos de laminação assimétrica, tem se demonstrado como um efetivo artifício para modificar essa textura.

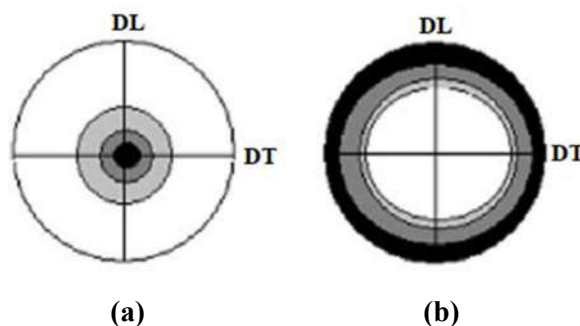


Figura 12 – Textura típica de laminação apresentada pelo magnésio (a) (0002) (b) (10 $\bar{1}$ 0) – DL: Direção de Laminação, DT: Direção Transversal. Adaptado de [29].

Biswas *et al.* [13] laminaram magnésio puro via laminação simétrica e assimétrica em diferentes temperaturas e observaram a componente basal (0002) de textura para cada caso.

Para todas as temperaturas, os casos simétricos apresentaram um pico completamente alinhado à direção normal, enquanto nos casos assimétricos os picos de textura basal apresentaram inclinação entre 5 e 10° em relação à direção normal.

Cho *et al.* [14] laminaram a liga de magnésio AZ31B a morno com passes de laminação simétrica seguido por um passe assimétrico de finalização e verificaram que o passe assimétrico produziu redução na intensidade da textura basal, elevando as propriedades mecânicas da liga. Tolouie e Jamaati [30] laminaram assimetricamente a liga AZ91, em temperatura ambiente, e obtiveram uma textura não-basal com baixa intensidade.

Durante laminação a frio, o magnésio, assim como os outros metais cristalinos, é encruado experimentando um substancial endurecimento, o que pode ser verificado pelo aumento significativo da dureza e do limite de escoamento e redução da ductilidade. O encruamento é consequência de mudanças significativas na microestrutura. Os grãos se tornam alongados na direção de laminação e ocorre uma elevação significativa na densidade de defeitos. Esta última é decorrente da geração simultânea de discordâncias e maclas que interagem entre si dificultando cada vez mais a continuidade da deformação. Além disso, a interação entre estes defeitos pode gerar subestruturas complexas no interior de alguns grãos, com alta densidade de defeitos e diferenciais de orientação cristalográfica.

Conforme já discutido, a deformação das ligas de magnésio a frio é bastante limitada, portanto, em geral, o processo de laminação destes materiais é realizado a temperaturas acima da temperatura ambiente. Com o acoplamento termomecânico, além do encruamento podem estar presentes os fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento de grão.

A ativação térmica de um material encruado desencadeia uma série de reestruturações microestruturais com o objetivo de reduzir a energia armazenada pelo encruamento. Padilha e Siciliano [31] pontuam essas modificações microestruturais:

1. Interação entre defeitos puntiformes reduzindo-se a quantidade dos mesmos;
2. Aniquilação de discordâncias com sinais opostos e encolhimento dos anéis de discordâncias;
3. Rearranjo de discordâncias formando-se assim configurações de menor energia como, por exemplo, contornos de baixo ângulo;
4. Formação de contornos de alto ângulo;

5. Absorção de defeitos puntiformes e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração;
6. Redução da área total de contornos de grão.

As modificações de 1 a 4 descrevem o fenômeno de recuperação, caracterizado por restaurar parcialmente as propriedades do material encruado. A modificação 5 descreve o fenômeno de recristalização, que pode ser entendido como uma transformação de fase onde os grãos deformados são substituídos por grãos equiaxiais livre de defeitos. Em geral, a recristalização é caracterizada, assim como uma transformação de fase, por uma etapa de nucleação de grãos seguida por uma etapa de crescimento (crescimento normal) destes núcleos sobre as regiões deformadas por meio da migração de contornos de alto ângulo. A etapa de crescimento decorre até que os grãos recristalizados se encontrem. Finalizada a etapa de recristalização, a microestrutura do material ainda não é a mais estável. A energia dos contornos de grão é potencial termodinâmico para que a etapa 6, caracterizada como crescimento de grão (crescimento anormal), ocorra. Nesta etapa, determinados grãos crescem às custas de outros para diminuir a área total de contornos [31].

Durante a laminação, a recuperação e a recristalização podem ocorrer de forma dinâmica quando ocorrem simultaneamente à deformação (entre os cilindros de laminação), ou de forma estática quando ocorrem após a deformação, entre os passes de laminação ou em tratamento térmico posterior. A recristalização pode ainda ser classificada como metadinâmica quando a etapa de nucleação ocorre simultaneamente à deformação e a etapa de crescimento (normal) dos grãos recristalizados no material acontece depois de cessada a compressão.

Os fenômenos de recuperação e recristalização são concorrentes e a extensão de ocorrência de um ou outro fenômeno é influenciada principalmente pela energia de defeito de empilhamento (EDE) do material. Em materiais com alta EDE o papel da recuperação é mais importante, “consumindo” energia para a ocorrência de recristalização [31]. Por outro lado, as ligas de magnésio possuem baixa EDE e, portanto, podem ser substancialmente refinadas pela sua alta capacidade de sofrer recristalização dinâmica [32]. A recristalização é um fenômeno extremamente importante para se obter refinamento de grãos e por isso ele é discutido em maiores detalhes a partir daqui.

Além da EDE, a recristalização é influenciada também por outros parâmetros, sendo os principais a temperatura e a quantidade de deformação acumulada (encruamento). De acordo

com as leis da recristalização propostas por Burke e Turnbull [33], o tamanho do grão recristalizado depende fortemente do grau de deformação e, ainda que em menor extensão, da temperatura, sendo menor quanto maior o grau de deformação e menor a temperatura.

Comparada à laminação convencional (simétrica), a laminação assimétrica consegue impor ao material uma deformação efetiva total maior para um mesmo nível de redução de espessura e, com isso o processo assimétrico tem mostrado excelentes resultados na obtenção de ligas de magnésio com grãos ultra-refinados.

Jeong *et al.* [11] laminaram assimetricamente uma liga de magnésio AZ31 pré-extrudada com tamanho de grão inicial de 30-60 μm , usando uma razão de velocidades dos cilindros igual a 3 e temperatura de 200 $^{\circ}\text{C}$ e obtiveram uma microestrutura final composta de grãos recristalizados com tamanho de grão médio de 2 μm .

Kim, W.Y. e Kim, W.J. [34] usaram um laminador contínuo para processar chapas de 2 mm de espessura da liga de magnésio AZ31 de forma simétrica (velocidades dos cilindros iguais) e assimétrica (velocidades dos cilindros diferentes, com razão de velocidades igual a 2) sob mesmas condições e obtiveram uma microestrutura heterogênea com tamanho de grão médio de 11 μm para a condição simétrica, enquanto para a condição assimétrica a microestrutura final observada foi homogênea com grãos equiaxiais entre 2,3-2,5 μm .

Ma *et al.* [35] laminaram assimetricamente chapas da liga AZ31 com microestrutura inicial de grãos equiaxiais entre 40-100 μm utilizando diferentes rotas e identificaram que a rota D foi a que promoveu o maior nível de deformação efetiva gerando a microestrutura mais refinada com diâmetro médio dos grãos igual a 7,1 μm .

A deformação durante a laminação, em geral, não é homogênea e podem surgir regiões de alto acúmulo de energia como as bandas de cisalhamento, que se tornam regiões preferenciais para a recristalização. A orientação dos grãos recristalizados nestes locais e a contribuição destes para o enfraquecimento da textura basal tem sido alvo de investigações [36,37].

Os recentes estudos sobre a aplicação de processos de deformação plástica severa em metais tem levantado discussões sobre os mecanismos de recristalização. Alguns autores têm apontado que tanto a recristalização estática quanto dinâmica podem ocorrer não somente pelo mecanismo convencional descontínuo - caracterizado por duas etapas bem definidas de nucleação e crescimento por meio da movimentação de contornos de alto ângulo e que pode ser

percebido por um pico notável de amaciamento - mas também podem se dar por meio de um mecanismo contínuo – que ocorre com aumento progressivo na misorientação de contornos de baixo ângulo até se converterem em contornos de alto ângulo e é caracterizado por amaciamento gradual.

De acordo com Alaneme e Okotete [32] a ocorrência de recristalização dinâmica contínua (cDRX) ou recristalização dinâmica descontínua (dDRX) nas ligas de magnésio depende dos mecanismos de deformação atuantes. Ainda de acordo com Alaneme e Okotete [32] deformação ao longo do plano basal provavelmente produz dDRX enquanto cDRX é mais provável quando a deformação ocorre ao longo dos planos prismáticos e piramidais. Diversos autores [38,39] têm apontado que a recristalização contínua depende da temperatura e tem sido um favorável mecanismo de refinamento de grão durante a deformação plástica severa das ligas de magnésio e ainda se tem observado que os grãos recristalizados de forma contínua possuem a característica de apresentarem orientação igual àquela da matriz deformada que lhe deu origem .

Além disso, os defeitos cristalinos possuem alto nível de energia e podem também ser locais preferenciais para a recristalização. No caso do magnésio, um importante local são as maclas. A recristalização em maclas durante processos de deformação plástica severa tem mostrado contribuir para o enfraquecimento da textura basal e por isso tem sido investigada por muitos autores [26,40–43] e muitos desses têm considerado a recristalização em maclas como um adicional mecanismo de recristalização.

Apesar das investigações realizadas, as razões para ocorrência de um ou outro mecanismo de recristalização e suas contribuições para a textura final do magnésio e suas ligas, sobretudo durante o processo de laminação a quente (em temperaturas suficientes para ocorrência de recristalização), ainda não são totalmente entendidas.

Sintetizando as discussões acima: O processo de laminação assimétrica tem se mostrado efetivo para refinar grão e enfraquecer a textura basal de ligas de magnésio. O tamanho de grão e a textura final dependem dos mecanismos pelos quais os fenômenos de deformação/encruamento e recristalização ocorrem, o que por sua vez são consequências das condições de tensões aplicadas, ou seja dos parâmetros do processo. Essas relações são muito complexas e, apesar dos trabalhos já existentes na literatura, ainda demandam muita investigação.

3.4 Comportamento Corrosivo

As formas de corrosão a que o magnésio e suas ligas são mais susceptíveis são corrosão galvânica e corrosão por pite. A corrosão por pite caracteriza-se pelo ataque em uma região localizada em forma de “picada”. Este tipo de corrosão geralmente se inicia num ponto enfraquecido da camada protetora superficial (seja um revestimento ou uma camada protetiva natural de óxido/hidróxido). A corrosão galvânica se dá pela formação de uma pilha anodo-catodo e é geralmente observada como uma corrosão localizada do magnésio adjacente a um catodo. Como se pode observar na Tabela 6, o magnésio é anódico relativamente à maior parte dos outros metais. Os catodos podem ser externos, como outros metais em contato com o magnésio, ou podem ser internos, como impurezas ou segunda fase. Ni, Fe e Cu são eficientes catodos para o magnésio, causando severa corrosão galvânica; portanto devem ser elementos com presença bastante reduzida na composição das ligas de magnésio e deve ser evitado o contato com estes materiais durante a utilização das ligas de magnésio.

Tabela 6 - Série galvânica em água do mar [45].

Liga	Faixa de tensão da liga vs. eletrodo de referência (Volts)
Ativa ou Anódica	
Magnésio	-1,60 a -1,63
Zinco	-0,98 a -1,03
Alumínio	-0,70 a -0,90
Cádmio	-0,70 a -0,76
Ferros Fundidos	-0,60 a -0,72
Aço	-0,60 a -0,70
Cobre	-0,28 a -0,36
Bronze de Manganês	-0,25 a -0,33
Bronze de Silício	-0,24 a -0,27
Chumbo	-0,19 a -0,25
Cobre-Níquel (70-30)	-0,13 a -0,22
Prata	-0,09 a -0,14
Grafite	-0,30 a +0,20
Catódica ou Nobre	

Quando o magnésio e suas ligas são expostos à atmosfera, a película de óxido de magnésio formada em sua superfície pode oferecer proteção considerável. Como resultado, a resistência à corrosão atmosférica de ligas de magnésio é melhor do que a de aços comuns. Geralmente a taxa de corrosão das ligas de magnésio, neste caso, situa-se entre a do alumínio e a do aço comum [44].

Entretanto, em meio aquoso o domínio de estabilidade do magnésio está localizado abaixo do domínio de estabilidade da água (entre as linhas "a" e "b" – Figura 13). Portanto, o magnésio neste caso é um metal pouco nobre e extremamente redutor. Para uma larga faixa de pH há uma forte afinidade de reação com a água, a qual se reduz com liberação de hidrogênio, dissolvendo o magnésio nas formas Mg^+ e Mg^{2+} . Para pH acima de 8,5 o magnésio pode se recobrir com uma camada de hidróxido que desacelera a reação com a água. Desta forma, em presença de soluções suficientemente alcalinas, o magnésio pode ser recoberto por uma camada de $Mg(OH)_2$ que mitiga o processo corrosivo. O magnésio é, portanto, geralmente corroído por soluções ácidas, neutras e pouco alcalinas, com decrescente velocidade à medida que o pH aumenta.

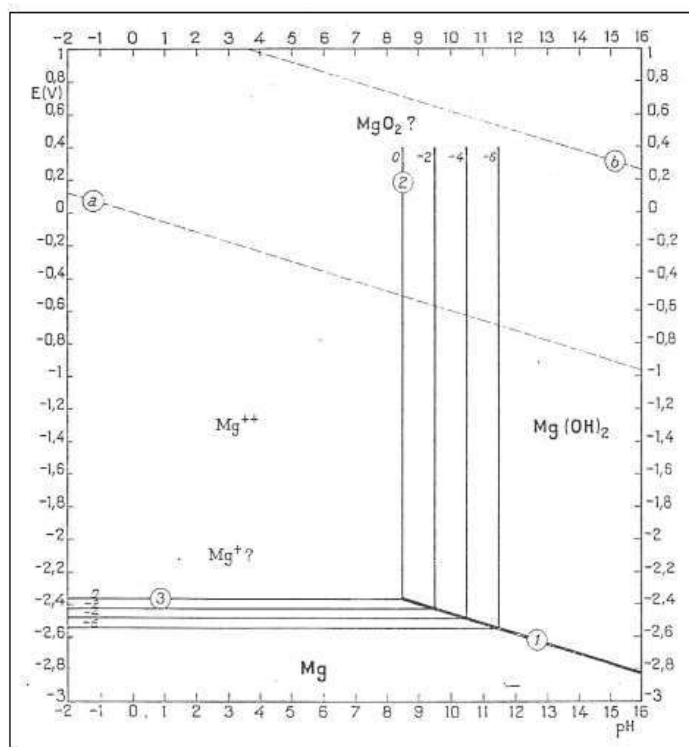


Figura 13 - Diagrama de Pourbaix Mg/H₂O a 25 °C [47].

Pode-se, portanto, dizer que a resistência à corrosão do magnésio e suas ligas está intimamente ligada à formação de uma película protetora superficial de óxido/hidróxido que, por sua vez, depende do nível de impurezas do metal (e eventualmente dos elementos de liga) e da natureza da solução. Vale lembrar que Song [46] destacou que os filmes de óxido/hidróxido formados sobre o magnésio e suas ligas são muito menos protetivos que aqueles formados sobre o alumínio.

Controlar o nível de impurezas da liga de magnésio é, portanto, extremamente importante para prevenir corrosão galvânica interna e não prejudicar a formação de película superficial protetiva. Contudo, a utilização de uma liga com alta pureza não garante que esta não sofrerá corrosão. A natureza do meio agressivo também influencia na formação da camada superficial protetiva e, conseqüentemente, na resistência à corrosão do magnésio. A capacidade de corrosão dos diferentes meios agressivos é obviamente dependente da composição desse meio, ou seja, do tipo de espécies que nele existem. Ânions como os cromatos, fluoretos, fosfatos, silicatos, vanadatos, ou nitratos causam pouca ou nenhuma corrosão, promovendo ainda a formação de películas protetoras. Contrariamente, ânions como os cloretos, brometos e iodetos aceleram a corrosão do magnésio destruindo a camada de passivação. Os sais de amônio apresentam, normalmente, maior atividade do que os sais de metal alcalino, aparentemente devido à acidez desses sais. Praticamente todos os sais de metais pesados podem causar corrosão uma vez que o magnésio reduz os metais pesados da solução devido ao seu elevado nível de atividade química. Estes metais que são reduzidos têm tendência a formar uma camada na superfície do magnésio e proporcionam locais catódicos para ocorrência de corrosão galvânica.

Vale lembrar que o pH do meio também é um fator importante. Lembrando que o magnésio é relativamente resistente a meios alcalinos, mas é atacado por ácidos. Comportamento este contrário ao observado para o alumínio que é atacado em meios de pH elevado apresentando contudo uma resistência razoável ao ataque de ácidos fracos.

Embora o magnésio seja rapidamente atacado por ácidos, existem duas exceções: os ácidos crômicos e os ácidos fluorídricos.

O entendimento sobre a formação e o comportamento dos filmes de óxido/hidróxidos formados sobre o magnésio e suas ligas quando expostos a diferentes meios, ou seja, o entendimento sobre os mecanismos de corrosão destes materiais é de extrema importância para a proposição e desenvolvimento de soluções para melhorar a resistência à corrosão desses;

soluções desde modificações de superfícies [48,49] até o desenvolvimento de novas ligas [50,51]. Apesar das diversas investigações com esta abordagem, de acordo com trabalhos recentes [18,19] esses mecanismos ainda não são claramente definidos.

Diferente da maioria dos metais, o magnésio exibe um fenômeno peculiar conhecido como NDE (*Negative Difference Effect*), em que o crescimento da taxa de dissolução de Mg (Eq. 2) leva a aumento na taxa de evolução de hidrogênio (Eq. 3). Esse comportamento incomum, apontado pela primeira vez por Beetz em 1866, aparentemente contradiz os fundamentos básicos da teoria eletroquímica e torna muito complexo o processo de entendimento do processo das ligas de magnésio.



Em geral, os estudos sobre a corrosão do Mg e suas ligas têm abordagem experimental, onde técnicas eletroquímicas (polarização potenciodinâmica/potenciostática, polarização galvanodinâmica/galvanostática, espectroscopia de impedância eletroquímica, entre outras) são usadas de forma independente ou simultaneamente para estudar o comportamento eletroquímico da superfície desses materiais quando imersos em uma solução corrosiva. As técnicas eletroquímicas monitoram a atividade eletroquímica ou as reações eletroquímicas que ocorrem em determinadas superfícies durante sua exposição a meios agressivos, contudo seus resultados requerem interpretações, que não são triviais no caso do magnésio. Neste sentido, além das medidas eletroquímicas, conhecer a natureza dos produtos das reações eletroquímicas é muito importante. A caracterização dos filmes formados sobre a superfície do Mg e suas ligas em termos de composição, espessura, uniformidade, entre outras características pode colaborar com a interpretação das medidas eletroquímicas e, portanto, contribuir para o entendimento dos mecanismos de corrosão do Mg. Esmaily *et al.* [18] em recente trabalho de revisão sobre desenvolvimentos na área de corrosão das ligas de Mg pontuaram alguns desafios que ainda precisam ser explorados, entre eles Esmaily *et al.* consideraram o uso de novas e avançadas técnicas de análise de superfícies para caracterizar a natureza do filme de corrosão sobre o magnésio como um dos requerimentos para alcançar o entendimento do complexo mecanismo de corrosão deste material.

3.5 Elipsometria

A elipsometria é uma técnica de caracterização não destrutiva que permite determinar propriedades ópticas (parâmetros ópticos) de uma amostra ao analisar a luz refletida por esta. Esta técnica baseia-se na determinação da mudança no estado de polarização de um feixe luminoso quando este interage com um sistema óptico (amostra que se deseja caracterizar).

Os parâmetros ópticos que podem ser determinados por meio da elipsometria são: o índice de refração (n) e o coeficiente de extinção (k) de um substrato e o índice de refração (n), o coeficiente de extinção (k) e espessura (d) de um filme fino transparente depositado sobre o substrato. Na Figura 14 está apresentado um esquema básico do arranjo operacional de um elipsômetro.

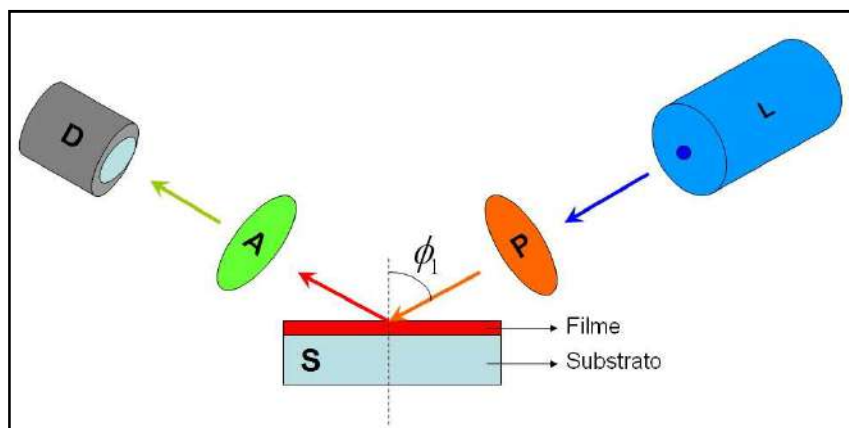


Figura 14 - Esquema operacional básico de um elipsômetro Adaptado de [60].

A fonte (L) produz um feixe de luz monocromático bem colimado que passa através de um polarizador (P) controlável, a fim de que se tenha conhecimento sobre o estado inicial de polarização da luz que incidirá no sistema a ser estudado (filme + substrato). O feixe de luz, após atravessar o polarizador, interage com o sistema (S) sofrendo uma reflexão e mudança no seu estado de polarização; então o feixe de luz refletido passa através de um polarizador/analísador (A) e atinge o fotodetector (D).

A mudança no estado de polarização após a reflexão da luz pode ser expressa como a razão entre os coeficientes de reflexão “ r_p ” e “ r_s ” para a luz paralela e perpendicular ao ângulo de incidência, respectivamente, representados na Figura 15.

A elipsometria, portanto, é uma técnica que pode, de forma geral, ser explicada ou dividida em duas partes. Ela primeiro mede diretamente a razão r (r_p/r_s) que, por sua vez, define por meio da relação expressa na Equação 4 os dois ângulos conhecidos como ângulos elipsométricos Ψ e Δ .

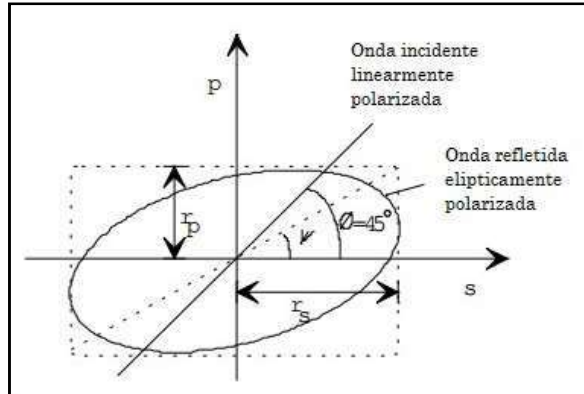


Figura 15 - Onda incidente linearmente polarizada e onda refletida elipticamente polarizada (adaptado de [61]).

$$r = \frac{r_p}{r_s} = \frac{\rho_p}{\rho_s} e^{i(\Delta_p - \Delta_s)} = (\tan\Psi)e^{i\Delta} \quad (4)$$

No ensaio de elipsometria a amostra é posicionada de modo que a luz a incida sob ângulos específicos escolhidos. O equipamento mede então a mudança no estado de polarização da luz por meio da medida indireta dos ângulos elipsométricos Ψ e Δ . Esta mudança no estado de polarização é devida à interação da luz com o sistema (substrato + filme).

Como resultado do ensaio elipsométrico, o que se tem são as curvas “tangente de Ψ versus comprimento de onda” e “cosseno de Δ versus comprimento de onda” para a amostra ensaiada.

Sabe-se que os valores de Ψ e Δ dependem das constantes ópticas do filme fino e do substrato, do comprimento de onda de luz (λ), do ângulo de incidência e da espessura do filme (d). Com isso é possível expressar a razão descrita na Equação 4 como uma função dos parâmetros n , k e d por meio da “equação fundamental da elipsometria” (Eq. 5).

$$(\tan\Psi)e^{i\Delta} = f(n, k, d) \quad (5)$$

Além da técnica de elipsometria, é possível utilizar o elipsômetro para observar a capacidade de materiais em refletir ou transmitir uma luz que incida sua superfície. Isto é realizado através da técnica de fotometria, onde é possível realizar ensaios de transmitância ou reflectância, obtendo como resultados gráficos que relacionam a fração de luz transmitida (ensaio de transmitância) ou a fração de luz refletida (ensaio de reflectância) com o comprimento de luz. Esta técnica é extremamente relevante, pois permite obter um espectro de transmissão ou reflexão, onde é possível observar a fração de luz que o material transmite ou reflete para cada comprimento de onda. Um exemplo de aplicação da técnica é a possibilidade de se caracterizar um vidro e analisar se o mesmo transmite uma fração significativa de luz na faixa do ultravioleta, o que não seria desejado, por exemplo, para a aplicação em lentes de óculos solares.

3.5.1 Modelagem

A segunda parte da técnica de elipsometria trata-se de desenvolver a Equação 5 de acordo com o tipo de sistema caracterizado e assim, por meio de algumas teorias, relacionar os parâmetros ópticos n , k e d com os valores de Ψ e Δ . Desta forma o que a elipsometria faz é medir indiretamente (por meio de “ r ” (r_p/r_s)) os ângulos Ψ e Δ e relacioná-los aos parâmetros que se deseja determinar (n , k e d). Isto é feito por meio da modelagem, que pode ser realizada com auxílio do software SEA.

No software é construído um modelo que represente a amostra a ser caracterizada, com a disposição da(s) camada(s) presente(s) sobre o substrato e, então, duas novas curvas “tangente de Ψ versus comprimento de onda” e “cosseno de Δ versus comprimento de onda” são construídas, informando ao software os parâmetros que são conhecidos. Os parâmetros desconhecidos são então determinados por meio do ajuste entre as curvas calculadas e medidas. Por exemplo, para um substrato recoberto de um filme fino, se são conhecidos os valores de n e k tanto para o substrato quanto para o filme, o único parâmetro livre é a espessura do filme que é ajustada, então, até que se obtenha um bom ajuste entre as curvas medidas e calculadas. É possível ainda utilizar leis de dispersão para modelar o comportamento do substrato ou do filme se não são conhecidos seus valores de n e k .

A principal e mais promissora aplicação da técnica de elipsometria tem sido a obtenção da espessura de filmes finos depositados sobre substratos. Apesar de ainda ser uma técnica

pouco explorada, alguns poucos trabalhos que a explora para análise de filmes sobre ligas de magnésio podem ser encontrados. Li *et al.* [62] empregaram a elipsometria para estudar o regime inicial da cinética de formação e as propriedades ópticas de revestimentos na liga AZ31. Posteriormente o mesmo autor [63] investigou o processo de corrosão da liga de AZ40 em diferentes meios corrosivos, por meio da caracterização elipsométrica da interface de corrosão em contato com o meio corrosivo enquanto essa evolui durante ensaio *in situ*.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

O material utilizado neste trabalho foi a liga de magnésio AZ31 (3% Al - 1% Zn). Foram adquiridas três chapas da empresa Zincomag com dimensões aproximadas de 914 mm (DL) x 610 mm (DT) x 4,2 mm (DN), esquematizadas na Figura 16. Apesar das chapas terem sido adquiridas em conjunto, durante a caracterização inicial do material observou-se que elas possuíam microestruturas distintas, possivelmente por não pertencerem ao mesmo lote.

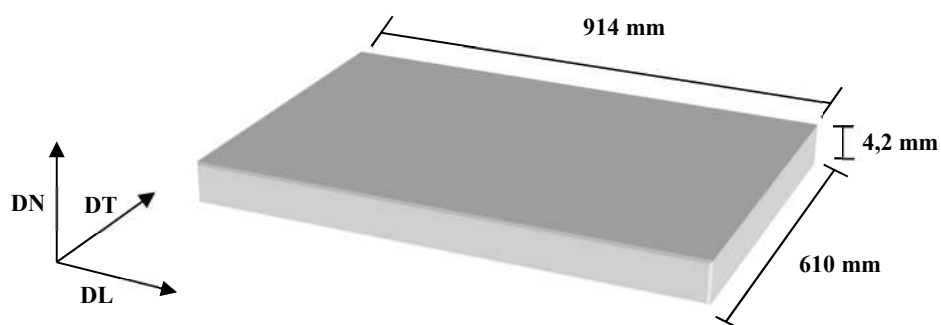


Figura 16 - Dimensões e direções das chapas da liga AZ31 no estado como recebido. DN: Direção Normal; DL: Direção de Laminação; DT: Direção Transversal.

Nas Tabelas 7 e 8 constam, respectivamente, informações sobre a composição química e propriedades mecânicas médias do material, ambas recebidas do fornecedor. Não foram obtidas informações do fornecedor quanto ao processo de fabricação das chapas, ou seja, o histórico termomecânico do material é desconhecido.

Tabela 7 - Composição química das chapas da liga AZ31 (% em massa) – cortesia Zincomag.

Al	Zn	Mn	Fe	Cu	Ni	Si	Ca	Mg	Outras Impurezas
2,5 – 3,5	0,6 – 1,4	0,2 – 1,0	0,003 (máx.)	0,01 (máx.)	0,001 (máx.)	0,08 (máx.)	0,04 (máx.)	Balanço	0,30 (máx.)

Tabela 8 - Propriedades mecânicas das chapas da liga AZ31 – cortesia Zincomag.

Limite de Resistência (MPa)	270
Limite de Escoamento (MPa)	180
Alongamento Total (%)	15

4.2 Metodologia

4.2.1 Metodologia Experimental

Na Figura 17 está apresentado um fluxograma que colabora com o entendimento das etapas experimentais adotadas. Observa-se na Figura 17 que a investigação experimental foi basicamente dividida em 3 grupos de análises, cada qual partindo de uma mesma condição microestrutural inicial, ou seja, para cada grupo de análises tomou-se o cuidado de utilizar amostras de uma única chapa, já que estas apresentaram condições microestruturais iniciais distintas. Da chapa A foram cortadas doze amostras de dimensões aproximadas de 150 x 50 x 4,2 mm, com maior dimensão na direção de laminação original, para compor o grupo de laminações em único passe, cujos detalhes estão descritos na seção 4.2.1.1.1. Da chapa B foram cortadas 21 peças com dimensões 125 x 100 x 4,2 mm, com maior dimensão na direção de laminação original, para realizar etapas de laminações em múltiplos passes e investigar a influência dos parâmetros temperatura, razão de assimetria e número de passes. O detalhamento deste grupo está descrito na seção 4.2.1.1.2. Oito amostras de aproximadamente 20 x 20 x 4,2 mm foram retiradas da chapa C para realizar investigações via elipsometria sobre o crescimento de óxidos/hidróxidos na superfície da liga AZ31.

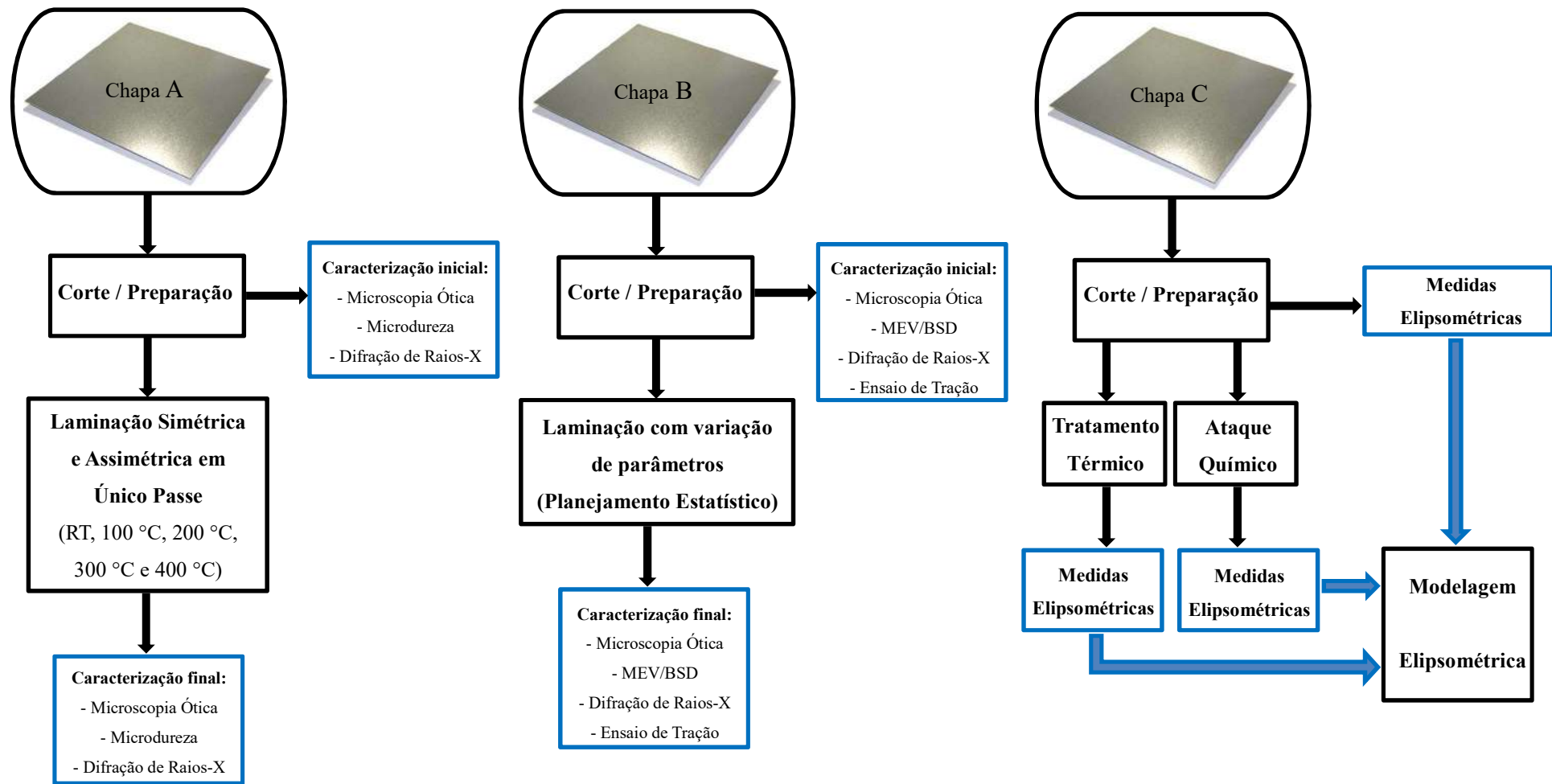


Figura 17 - Metodologia Experimental. RT (*Room Temperature*) = Temperatura Ambiente.

4.2.1.1 Laminação

Todas as laminações foram realizadas no laminador piloto desenvolvido e instalado no Centro de Tecnologia Mecânica e Automação (TEMA) do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Aveiro (UA) – Portugal, mostrado na Figura 18.



Figura 18 – Laminador piloto (TEMA – UA)

O laminador é equipado com dois cilindros de trabalho idênticos com 180 mm de diâmetro e 300 mm de comprimento, acionados separadamente por dois motores de 2,2 kW de potência. Cada um dos motores encontra-se ligado a um variador contínuo de velocidade, permitindo a imposição de velocidade de maneira independente. Neste caso, a assimetria ao processo foi introduzida por diferentes velocidades de rotação nos cilindros superior e inferior, as quais são atribuídas via software também desenvolvido no TEMA-UA. Podem ser atribuídas velocidades de 0 a 15 rpm e a rotação dos cilindros também pode ser atribuída em dois sentidos.

Para o aquecimento das chapas nas laminações a quente, foi utilizado um forno equipado com resistências elétricas posicionado imediatamente à frente do laminador, vide Figura 19, para reduzir o tempo de movimentação das amostras entre a saída do forno e a entrada no laminador, evitando ao máximo a perda de calor.



Figura 19 – Forno posicionado à frente do laminador (TEMA-UA).

Foram realizados testes usando um pirômetro infravermelho, mostrado na Figura 20(a), para monitorar a variação de temperatura das chapas entre a saída do forno e a entrada do laminador e o tempo necessário para alcance das temperaturas de processamento. A partir dos testes, determinou-se um sobreaquecimento de 80 °C e um tempo de 15 minutos para a homogeneização inicial de temperatura das chapas e de 10 minutos entre os passes. Para calibração do pirômetro infravermelho utilizou-se um termopar Numecor 300, Figura 20(b).



(a)

(b)

Figura 20 – (a) Pirômetro infravermelho e (b) Termopar Numecor 300.

Para todas as laminações, as superfícies das chapas foram previamente lixadas a 800

mesh para tentar garantir as mesmas condições de rugosidade e a direção de laminação original das chapas foi mantida. Em todos os casos, independente de laminações a temperatura ambiente ou em altas temperaturas, os cilindros não foram aquecidos.

4.2.1.1.1 Laminação em Único Passe

Conforme apresentado na introdução do trabalho, as laminações em único passe foram realizadas com o objetivo de avaliar a influência da assimetria e da temperatura. Para isso, as laminações foram realizadas a temperatura ambiente (*Room Temperature - RT*), 100 °C, 200 °C, 300 °C e 400 °C, sendo duas chapas laminadas em cada temperatura, uma em condição simétrica e outra em condição assimétrica.

Para a definição dos demais parâmetros de laminação, alguns testes prévios foram realizados. Buscou-se utilizar a máxima assimetria e o maior nível de redução na espessura possível, com o objetivo de intensificar as diferenças de tensões impostas entre as condições simétrica e assimétrica. Sabendo que a temperatura ambiente seria a mais crítica para a laminação, esta foi a temperatura utilizada nos testes.

O primeiro teste foi realizado com redução de 10% na espessura e razão de assimetria igual a 3 (velocidade do cilindro superior = 15 rpm e velocidade do cilindro inferior = 5 rpm). Essa condição não foi bem-sucedida por uma limitação de carga do laminador. Um segundo teste foi então realizado com 10% de redução na espessura e razão de assimetria igual a 3/2 (velocidade do cilindro superior = 15 rpm e velocidade do cilindro inferior = 10 rpm). Essa condição foi bem-sucedida e a chapa laminada não apresentou nenhuma trinca aparente, conforme pode ser visto na Figura 21.

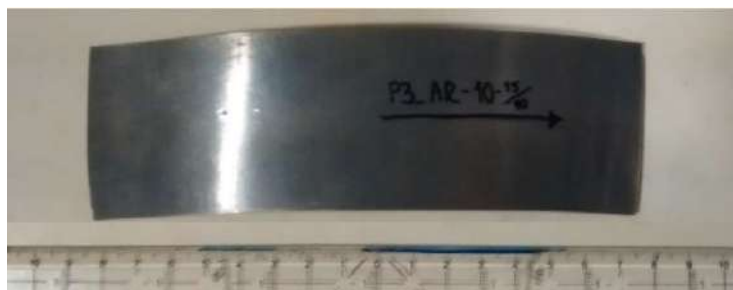


Figura 21 – Teste 2: laminação em único passe com 10% de redução na espessura e razão de assimetria 3/2 (15 rpm / 10 rpm).

Com o segundo teste bem-sucedido, uma terceira tentativa foi realizada utilizando a

mesma assimetria e um nível de redução aumentado para 20%. Nesse terceiro teste, a laminação prosseguiu até o fim e a chapa foi laminada apesar de apresentar trincas nas bordas (Figura 22).



Figura 22 – Teste 3: laminação em único passe com 20% de redução na espessura e razão de assimetria 3/2 (15 rpm / 10 rpm).

As trincas nas bordas não representariam impedimento para a realização das caracterizações, então optou-se por prosseguir com esses parâmetros. A condição simétrica também foi testada para redução de 20% na espessura. Neste caso uma mesma velocidade é imposta aos cilindros superior e inferior. Esta velocidade foi determinada de modo que a taxa de deformação para a condição simétrica fosse idêntica àquela do caso assimétrico. O modelo analítico proposto por Halloumi *et al.* [55] (Eq. 6) foi utilizado para calcular a taxa de deformação equivalente de von Mises $\dot{\epsilon}$ para a laminação assimétrica.

$$\dot{\epsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \dot{\epsilon}_{xx} \sqrt{1 + \frac{a^2}{4}} \quad (6)$$

na qual $\dot{\epsilon}_{xx}$ é a taxa de deformação linear na direção de laminação e a é o parâmetro que introduz na equação o grau de assimetria imposto.

A taxa calculada para a condição assimétrica é igual a $2,6 \text{ s}^{-1}$ e, deste modo, a velocidade necessária para impor a mesma taxa para a condição de laminação simétrica é calculada usando a Equação 7, estabelecida para a laminação convencional, a saber:

$$\dot{\epsilon} = v \left[\frac{2}{D(h_1 - h_2)} \right] \cdot \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{h_2}{h_1} \right) \quad (7)$$

sendo v a velocidade radial dos cilindros, D é o diâmetro dos cilindros e h_1 e h_2 são, respectivamente, espessura inicial e final. A velocidade determinada com a Eq. 7 é igual a 11,7 para a condição de laminação simétrica. Desta forma, um teste em condição simétrica foi realizado com 20% de redução na espessura e velocidades dos cilindros iguais a 11,7 rpm. O teste foi realizado com sucesso, porém com o surgimento de fraturas mostradas na Figura 23, as quais localizaram-se no lado de entrada da chapa no laminador piloto.



Figura 23 - Teste 4: laminação em único passe com 20% de redução na espessura em condição simétrica (velocidade dos cilindros = 11,7 rpm).

Apesar das fraturas em parte da chapa do teste em condição de laminação simétrica, a parte íntegra do esboço (Figura 23) é suficiente para as análises microestruturais, de textura e microdureza. Portanto, optou-se por utilizar as condições dos testes 3 e 4 para realização das investigações em único passe. Além disso, como as demais laminações seriam realizadas em maiores temperaturas, acreditou-se que as chapas apresentariam falhas em uma menor extensão ou até mesmo nenhum defeito. De fato, isso foi o que ocorreu, o que pode ser observado nas imagens das chapas laminadas que estão apresentadas na seção de resultados. Na Tabela 9 estão resumidos os parâmetros utilizados nos 10 experimentos de laminação realizados em único passe, onde SR, do inglês *Symmetric Rolling*, significa laminação simétrica e AR, do inglês *Asymmetric Rolling*, significa laminação assimétrica.

Tabela 9 – Parâmetros utilizados nas laminações em único passe.

Amostra	Temperatura de laminação (°C)	Redução de Espessura	Velocidade dos cilindros superior/inferior (rpm/rpm)
AR-RT	22	20%	15 / 10
SR-RT	22	20%	11,7 / 11,7
AR-100	100	20%	15 / 10
SR-100	100	20%	11,7 / 11,7
AR-200	200	20%	15 / 10
SR-200	200	20%	11,7 / 11,7
AR-300	300	20%	15 / 10
SR-300	300	20%	11,7 / 11,7
AR-400	400	20%	15 / 10
SR-400	400	20%	11,7 / 11,7

Como os resultados microestruturais e de textura deste grupo de experimentos foram analisados para discussão das diferenças nos mecanismos de deformação e recristalização atuantes durante a laminação para cada condição testada, as chapas foram resfriadas instantaneamente após a saída do laminador com o objetivo de impedir quaisquer mudanças microestruturais posterior à laminação. Para isso, a base do laminador que recebe as chapas após a passagem pelos cilindros foi retirada e as chapas passaram a cair diretamente dentro de um balde com água, conforme mostrado na Figura 24.

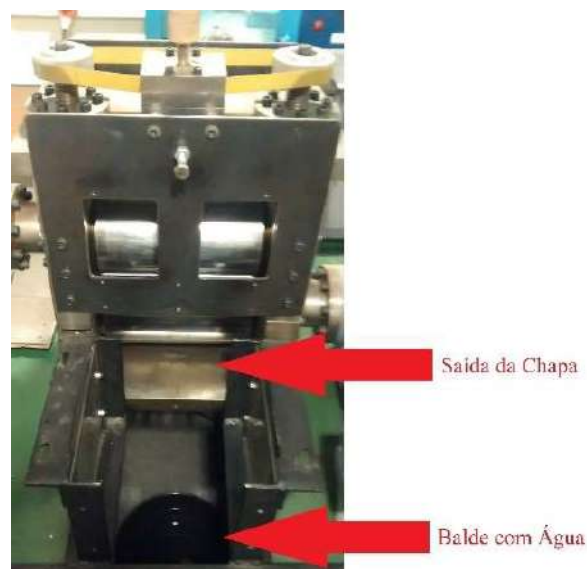


Figura 24 – Balde com água para resfriamento, posicionado abaixo do local de saída das chapas.

4.2.1.1.2 Laminação em Múltiplos Passes

O grupo de laminações em múltiplos passes foi realizado com o objetivo de identificar os valores para os parâmetros temperatura, razão de assimetria e número de passes que gerem chapas com as melhores condições microestruturais, de textura e propriedades mecânicas.

Com o objetivo de identificar a influência desses parâmetros em intervalos de valores abrangentes com um número de experimentos relativamente reduzido, um planejamento estatístico dos experimentos foi realizado utilizando-se o método de Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR). Neste método, o efeito da aplicação de diferentes valores para os três parâmetros, variáveis preditoras, a saber, temperatura, razão de assimetria (ω_1/ω_2) e número de passes foi então investigado por meio de um grupo planejado de experimentos. Estes são compostos por 2^3 experimentos com combinações entre valores dos parâmetros, 6 experimentos repetidos no ponto central e 6 experimentos em pontos axiais, totalizando assim 20 experimentos. Com isso, os resultados obtidos para uma variável resposta são regredidos e é possível identificar o nível de influência de determinada variável preditora sobre dada variável resposta e obter uma superfície de resposta que ajuda a identificar os valores ótimos para a variável preditora. As seguintes variáveis respostas foram analisadas: tamanho médio de grão, porcentagem de grãos finos, intensidade da componente de textura basal (0002), alongamento, limite de escoamento (σ_y) e limite de resistência (σ_{LR}) em tração. O planejamento e as análises de resultados utilizando o método DCCR foram feitos com auxílio do software STATISTICA.

Maiores detalhes dos fundamentos teóricos dos planejamentos experimentais e do método DCCR são encontrados no livro do autor Douglas C. Montgomery [64]. Os valores codificados e reais adotados para as variáveis preditoras no planejamento DCCR estão resumidos na Tabela 10.

Tabela 10 – Variáveis preditoras utilizadas no planejamento DCCR.

Variáveis Preditoras		$-\infty$	-1	0	1	$+\infty$
Temperatura (°C)	X1	82	150	250	350	418
Razão de Assimetria	X2	1	1,17	1,4	1,67	1,84
Número de passes	X3	4	5	7	9	10

O valor do fator de rotação axial ∞ é calculado em função do número de variáveis independentes (n) através da Equação 8.

$$\infty = (2^n)^{1/4} \quad (8)$$

sendo que neste caso, as variáveis independentes são iguais a 3 e, portanto, os pontos axiais são deslocados dos pontos centrais por um fator de 1,68.

Os parâmetros utilizados nos 20 experimentos planejados via Delineamento Composto Central Rotacional estão listados na Tabela 11. Para todos os experimentos a velocidade do cilindro inferior foi mantida em 8 rpm e a velocidade do cilindro superior foi determinada de acordo com a razão de assimetria a ser imposta. Em todos os experimentos planejou-se uma redução total da espessura de 50%, ou seja, para obter a espessura final igual a 2,1 mm. Para cada experimento o valor total a ser reduzido foi imposto em iguais parcelas a depender do número de passes. Por exemplo, para a amostra D1, laminada em 5 passes, a redução na abertura entre os cilindros foi de 0,42 mm (2,1 mm dividido por 5 passes) por passe.

Tabela 11 – Ensaios de laminação em múltiplos passes, planejados via DCCR.

Experimento	X1	X2	X3	Temperatura (°C)	Razão de Assimetria	Nº Passes
D1	-1	-1	-1	150	1,17	5
D2	1	-1	-1	350	1,17	5
D3	-1	1	-1	150	1,67	5
D4	1	1	-1	350	1,67	5
D5	-1	-1	1	150	1,17	9
D6	1	-1	1	350	1,17	9
D7	-1	1	1	150	1,67	9
D8	1	1	1	350	1,67	9
D9	-1,68	0	0	82	1,4	7
D10	1,68	0	0	418	1,4	7
D11	0	-1,68	0	250	1	7
D12	0	1,68	0	250	1,82	7
D13	0	0	-1,68	250	1,4	4
D14	0	0	1,68	250	1,4	10
D15	0	0	0	250	1,4	7
D16	0	0	0	250	1,4	7
D17	0	0	0	250	1,4	7
D18	0	0	0	250	1,4	7
D19	0	0	0	250	1,4	7
D20	0	0	0	250	1,4	7

Todas as laminações descritas na Tabela 11 foram realizadas via rota A (Figura 11). No

entanto, o experimento D10 foi repetido utilizando a rota de laminação D (Figura 11). Este novo experimento será tratado como “D10(D)” na seção de resultados. Os valores de tamanho médio de grão, fração de grãos refinados, intensidade da componente de textura basal (0002), máximo alongamento em tração, limite de escoamento (σ_y) e limite de resistência (σ_{LR}) obtidos para os experimentos D10 e D10(D) foram analisados comparativamente com o objetivo de avaliar a influência da rota de laminação.

4.2.1.2 Caracterização Microestrutural

A microestrutura tanto das amostras laminadas quanto daquelas no estado como recebido foi analisada por meio de imagens obtidas via microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando sinais de elétrons retroespalhados (BSD – *Backscattered Detector*) com tensão de aproximadamente 13kV. Para identificação de fases, foi ainda utilizada espectroscopia de energia dispersiva (EDS - *Energy Dispersive Spectroscopy*).

As amostras foram cortadas, embutidas em resina epóxi de cura a frio, lixadas utilizando lixas de SiC de diferentes granulometrias (600, 800, 1000, 1200, 1500, 2500 e 4000 mesh) e posteriormente polidas mecanicamente utilizando pastas de diamante de granulometrias 3 e 1 μm . Para polimento final foi utilizada a solução MasterPrep® 0,05 μm . Como as ligas de magnésio são altamente reativas, com rápida formação de camadas superficiais de óxido/hidróxido quando em contato com meio aquoso, durante a preparação metalográfica não foi utilizada água ou qualquer outra solução que contivesse água em sua composição. Em todas as etapas de preparação, utilizou-se álcool metílico tanto para “lubrificação” quanto para limpeza das amostras. Para revelação da microestrutura, as amostras foram atacadas pelo método de imersão em solução reagente (90 ml de álcool etílico, 10 ml de água destilada, 2 ml de ácido acético e 5,5 g de ácido pícrico) durante 50 segundos.

A obtenção de micrografias ópticas foi feita com auxílio dos microscópios ópticos Olympus e Nikon Eclipse LV150, vide Figuras 25 (a) e 25 (b), ambos instalados no Laboratório de Microscopia e Preparação de amostras da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda – UFF. Também foi utilizado o microscópio Nikon Eclipse LV150 instalado no Departamento de Nanoengenharia da Universidade de Aveiro – UA, mostrado na Figura 25 (c).

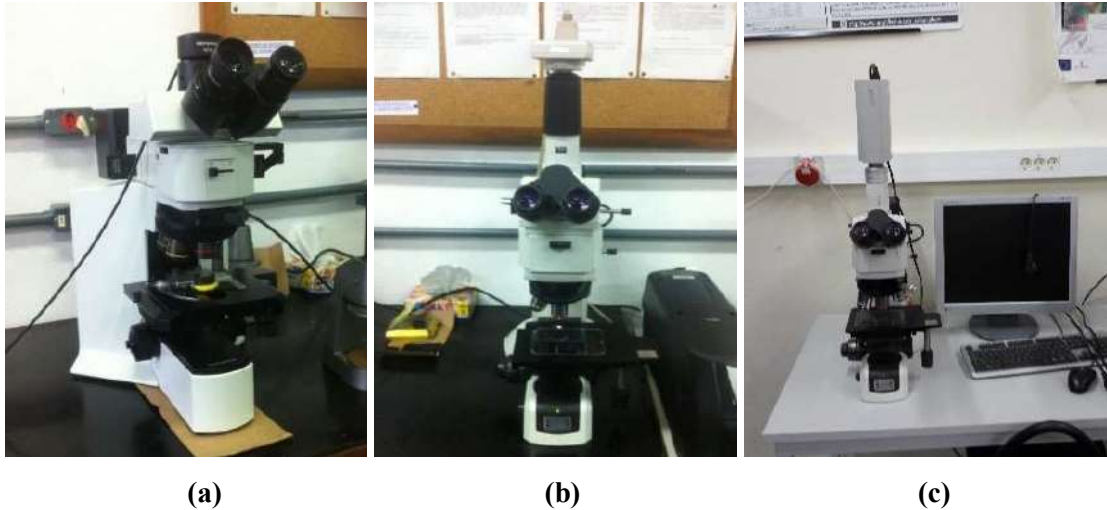


Figura 25 - Microscópios Óticos (a) Olympus e (b) Nikon LV150 instalados na UFF e (c) Nikon LV150 instalado na UA.

As imagens via MEV-BSD, foram obtidas com auxílio do microscópio eletrônico de varredura EVO MA 10 da fabricante Zeiss com filamento de W (Figura 26) instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal Fluminense (LMME-UFF). O tamanho médio de grão foi obtido a partir das micrografias, com auxílio do software Image J. Para cada amostra, foram analisadas um mínimo de 10 micrografias capturadas à meia espessura ao longo de DL na superfície DL x DN, abrangendo ao menos 200 grãos.



Figura 26 – Microscópio Eletrônico de Varredura EVO MA 10 (LMME-UFF).

4.2.1.3 Caracterização da Macrot textura

A técnica de Difração de Raios X (DRX) foi adotada para análises de macrot textura usando o difratômetro X'Pert Pro MRD PANalytical do Laboratório de Difração de Raios X do Instituto Militar de Engenharia (IME-RJ). O equipamento, com tubo de Cobalto, operou com tensão de 40 kV e corrente de 45 mA, usando radiação Co α . As amostras para DRX foram analisadas nas superfícies DL-DT a meia espessura, que foram preparadas seguindo as mesmas etapas de lixamento e polimento adotadas na preparação das amostras para caracterização microestrutural.

Inicialmente o difratograma foi obtido para identificação precisa dos ângulos 2θ de difração dos planos de interesse. Os picos de difração foram identificados confrontando o difratograma obtido com difratograma encontrado na literatura para a liga AZ31. Posteriormente, as medidas de textura foram realizadas para os planos (0002), (10 $\bar{1}$ 0), (10 $\bar{1}$ 1), (10 $\bar{1}$ 2), (11 $\bar{2}$ 0) da fase (Mg), com varredura de 30° a 100°, *step size* de 0,02° e *time step* de 150 segundos. Os resultados obtidos foram corrigidos usando o popLA (*preferred orientation package*) e analisados por meio de figuras de polo (FP).

4.2.1.4 Caracterização Mecânica

4.2.1.4.1 Microdureza

Os testes de microdureza Vickers foram realizados com auxílio do microdurômetro automático Shimadzu HMV-2, mostrado na Figura 27, disponível no Laboratório de Caracterização Microestrutural da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda - UFF. Para condução dos testes de microdureza, foi utilizada uma carga de 0,1 kgf aplicada durante 15 segundos. Para cada amostra, dez medidas foram obtidas ao longo de DL, à meia espessura da superfície DL x DN, e um intervalo de 95% de confiança foi obtido por meio da Equação 9:

$$\text{Intervalo (95\%)} = HV_{\text{médio}} \pm 1,96 \left(\frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right) \quad (9)$$

na qual σ é o desvio padrão e n é o número de medidas realizadas.



Figura 27 - Microdurômetro Shimadzu HMV-2 (UFF).

4.2.1.4.2 Ensaios de Tração

Ensaios de tração uniaxial a 90° em relação à DL foram realizados à temperatura ambiente para amostras da Chapa B no estado como recebido e no estado como laminado para o grupo de laminações em múltiplos passes. Os ensaios foram realizados na máquina hidráulica INSTRON 3382 com capacidade de 25 kN, mostrada na Figura 28 (a), instalada na Divisão de Ensaios Mecânicos em Materiais e Produtos do Instituto Nacional de Tecnologia (DIEMP – INT). Um extensômetro com base de medida igual a 25 mm, Figura 28 (b), foi utilizado para monitorar a deformação até cerca de 5%. Após isso, o mesmo foi retirado e o deslocamento da travessa móvel da máquina foi utilizado para calcular a deformação longitudinal até a ruptura do corpo de prova. Os ensaios de tração uniaxial foram realizados a velocidade constante, resultando em uma taxa de deformação nominal de $\sim 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. As dimensões (mm) dos corpos de prova seguiram a norma ASTM B557-15, conforme Figura 29. Para cada condição, foram testados dois corpos de prova e tomados os valores médios das propriedades mecânicas. Os limites de escoamento e de resistência foram determinados por meio da curva tensão versus deformação de engenharia sendo estes a tensão que provoca uma deformação permanente de 0,2% e a tensão correspondente à força máxima aplicada, respectivamente. O alongamento máximo, por sua vez, foi medido diretamente no corpo de prova após a finalização do ensaio.



Figura 28 – (a) Máquina hidráulica INSTRON 3382 (b) detalhe do extensômetro (DIEMP-INT).

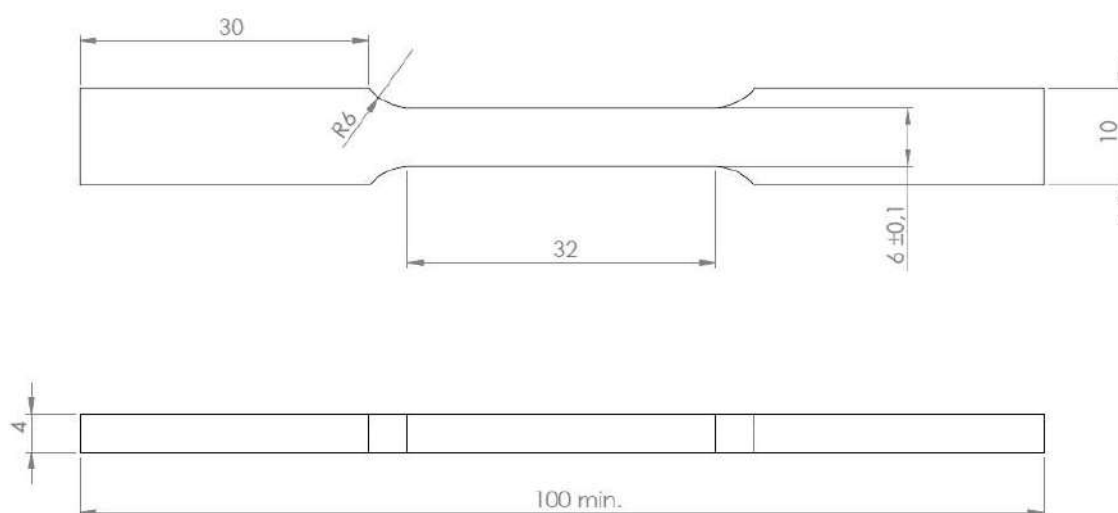


Figura 29 – Dimensões (mm) dos corpos de prova de tração (ASTM B557-15).

4.2.1.5 Caracterização Elipsométrica de Filmes Superficiais

Todas as medidas elipsométricas neste trabalho foram realizadas por meio do elipsômetro GES 5S SEMILAB (Figura 30), instalado no Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do Instituto de Ciências Exatas (LMCM- ICEx) da Universidade Federal Fluminense. Trata-se de um elipsômetro espectrométrico com polarizador rotativo, que faz uso de uma lâmpada de xenônio que pode trabalhar em uma faixa de comprimento de onda de 250 nm até 1000 nm. Neste equipamento, é permitida uma grande variabilidade de ângulos de incidência, de 90° até 17° com precisão de 0,05°; com capacidade de alta resolução nos

resultados. As medidas podem ser realizadas com o macro ou *microspot*, sendo este último de maior precisão.



Figura 30 - Elipsômetro GES 5S SEMILAB (LMCM-ICEX).

O elipsômetro usado é capaz de fazer medidas elipsométricas e fotométricas (reflectância e transmitância). No entanto, para a abordagem deste trabalho apenas medidas elipsométricas foram realizadas. Toda a operação do equipamento, como regulagem do ângulo de incidência e da altura da mesa, bem como a aquisição dos dados é feita por meio do software SOPRA.

4.2.1.5.1 Filmes Superficiais crescidos durante Exposição ao Ar

4.2.1.5.1.1 Medidas Elipsométricas

O primeiro passo foi a realização de medidas elipsométricas em uma amostra sem filme superficial para caracterização do substrato, no caso presente, a liga de magnésio AZ31. Como enunciado na revisão bibliográfica, as ligas de Mg são muito reativas e quando expostas ao ambiente formam de forma natural e rápida uma camada superficial de óxido/hidróxido. Portanto, para acessar o substrato e realizar as medidas dele com a mínima interferência desta camada desenvolveu-se uma metodologia. Primeiro uma amostra foi lixada com lixas de SiC de granulometrias 600, 1000, 1200 e 1500 mesh e, em seguida, polida utilizando pasta de diamante de 6 μm e 3 μm e, por último, foi realizada limpeza com acetona para imediatamente submeter a amostra à realização de medida elipsométrica.

Já para uma adequada caracterização do filme superficial de possíveis

óxido(s)/hidróxido(s), outra metodologia foi utilizada. Em um primeiro momento, forçou-se o crescimento desta camada colocando-se três amostras previamente lixadas e polidas, conforme a primeira metodologia, em uma estufa com corrente de ar e temperatura de 150 °C com três tempos de permanência diferentes: 10, 50 e 60 minutos. Portanto, quatro amostras foram submetidas a medidas elipsométricas: a amostra lixada e polida (P) e as amostras aquecidas a 150 °C durante 10 (A10), 50 (A50) e 60 (A60) minutos.

As medidas elipsométricas obtidas durante os ensaios são os ângulos elipsométricos ($\tan \Psi$ e $\cos \Delta$), ambos em função do comprimento de onda (λ). Logo, após a realização dos ensaios no elipsômetro foram obtidas curvas “ $\tan \Psi$ versus λ ” e “ $\cos \Delta$ versus λ ” para as quatro amostras (P, A10, A50 e A60). As curvas obtidas para a amostra P foram admitidas como “bulk”, uma vez considerado que esta amostra se trata apenas do substrato (liga AZ31) sem camada superficial de óxido/hidróxido. Em seguida, estas curvas foram transformadas em curvas de “índice de refração (n) versus λ ” e “coeficiente de extinção (k) versus λ ” com auxílio do software WINELLI 2. Com isso, um arquivo “nk” foi gerado e posteriormente utilizado para descrever o comportamento do substrato nos modelos elipsométricos construídos para as amostras A10, A50 e A60.

Por outro lado, as curvas de n e k obtidas para as amostras A10, A50 e A60 foram utilizadas para ajuste das curvas geradas pelos modelos elipsométricos desenvolvidos. Todas as medidas foram realizadas com ângulo de incidência de 70° e utilizando *microspot* para colimar o feixe de luz.

4.2.1.5.1.2 Modelagem Elipsométrica

A modelagem elipsométrica foi realizada com auxílio do software SEA. Neste software, foram criados modelos com filmes constituídos de duas camadas (Figura 31) para representar as amostras A10, A50 e A60. Os modelos obtidos com o ajuste às curvas experimentais são compostos por uma camada superficial de óxido(s)/hidróxido(s) (Fase 1) crescida sobre o substrato. A parte mais externa desta camada de óxido(s)/hidróxido(s) possui uma rugosidade e, portanto, foi considerada como uma camada separada constituída de óxidos/hidróxidos + ar (Fase 2).

Todas as informações conhecidas foram informadas ao software: O comportamento do substrato foi modelado utilizando-se o arquivo “nk” gerado a partir das medidas elipsométricas da amostra P. O comportamento da Fase 1 foi modelado utilizando-se o arquivo “nk” do óxido

de magnésio (MgO) da base de dados do software e ainda leis de dispersão para modelar o comportamento de outros possíveis óxidos e hidróxidos que possam estar presentes nesta camada. A Fase 2 foi modelada pelo “nk” do MgO e as leis de dispersão, assim como a Fase 1, adicionando “nk” do ar contido na base de dados do programa.

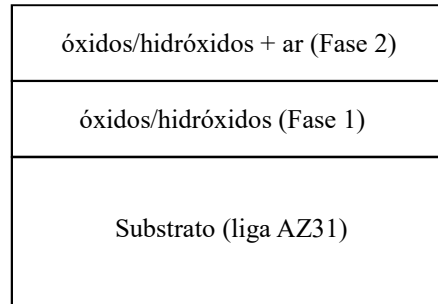


Figura 31 - Modelo óptico para ajuste elipsométrico da liga AZ31 exposta ao ambiente.

As curvas “n versus λ ” e “k versus λ ” ou “tan Ψ versus λ ” e “cos Δ versus λ ” do modelo como um todo a serem geradas pelo software dependem destes parâmetros informados e também de outras informações desconhecidas: espessura das duas fases, composição dessas fases (proporção de MgO e dos outros óxidos/hidróxidos na Fase 1 e proporção de ar e de óxido/hidróxido na Fase 2) e parâmetros das leis de dispersão utilizadas. Desta forma a modelagem é realizada ajustando-se todos estes parâmetros desconhecidos até que as curvas geradas pelo software alcancem um bom coeficiente de correlação (R^2) com as curvas medidas, neste caso, as curvas medidas para as amostras A10, A50 e A60.

Ao final da modelagem é possível então determinar todas as características ópticas do filme de óxidos/hidróxidos crescido sobre a liga AZ31 para os três diferentes tempos de exposição. Obtiveram-se as curvas “n versus λ ” e “k versus λ ” para os filmes, bem como suas espessuras e "composição". Para verificar a consistência do modelo elipsométrico construído e das informações sobre o filme de óxidos/hidróxidos obtidas por meio do modelo, optou-se por realizar análises da rugosidade das superfícies das amostras A10, A50 e A60 utilizando-se a técnica de microscopia confocal.

4.2.1.5.1.3 Microscopia Confocal

Para análise da rugosidade superficial das amostras A10, A50 e A60 foi utilizado o Microscópio Confocal Interferométrico Leica DCM 3D (Figura 32), também instalado no

LMCM-ICEx. Por meio da microscopia confocal foram obtidas imagens superficiais e imagens topográficas 3D, além do valor da rugosidade superficial média das amostras.



Figura 32 - Microscópio Confocal Interferométrico Leica DCM 3D (LMCM-ICEx).

4.2.1.5.2 Filmes Superficiais crescidos em Solução de Na₂SO₄

4.2.1.5.2.1 Medidas Elipsométricas

Nesta etapa, outras quatro amostras da chapa C foram utilizadas. Inicialmente as quatro amostras foram lixadas e polidas (seguindo os mesmos procedimentos adotados na investigação de filmes crescidos ao ar) e imediatamente submetidas a medidas elipsométricas com o objetivo de obter os dados elipsométricos (“tan Ψ versus λ ” e “cos Δ versus λ ”) do substrato. Assim como no caso anterior, estes dados foram transformados em um arquivo “nk” com auxílio do software WINELLI 2 para descrever o comportamento do substrato nos modelos elipsométricos construídos posteriormente.

Após as medidas iniciais, as amostras foram atacadas por uma solução de sulfato de sódio (Na₂SO₄) 0,1 mol/L e pH igual a 6,5. Cada uma das amostras ficou imersa na solução por períodos diferentes (3, 5, 15 e 30 minutos) e cada uma foi imediatamente submetida a novas medições elipsométricas ao fim do tempo de imersão. Todas as medidas elipsométricas foram realizadas a um ângulo de 75° usando *microspot*.

4.2.1.5.2.2 Modelagem Elipsométrica

Utilizando o software SEA um modelo ótico de três camadas (Figura 33) foi construído para cada tempo de imersão. Acima do substrato da liga AZ31 uma fina camada de óxido(s) – Fase 1 – é construída. Acima desta camada de óxido(s), existe uma outra camada contendo $Mg(OH)_2$ – Fase 2. Assim como aconteceu para o caso dos filmes crescidos ao ar, esta segunda camada é porosa, permitindo a construção de uma terceira camada composta de Fase 2 + ar, que acomoda a rugosidade da amostra.

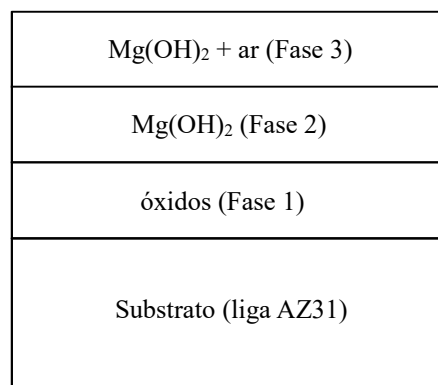


Figura 33 - Modelo ótico para ajuste elipsométrico da liga AZ31 exposta a uma solução de Na_2SO_4 de 0,1 mol/L e pH = 6,5.

Assim como no primeiro caso, as curvas elipsométricas calculadas pelo modelo são ajustadas às curvas experimentais e então informações como espessura e “composição” de cada camada são obtidas.

4.2.2 Metodologia Numérica

Com o objetivo de entender as diferenças entre os campos de tensões, deformações e temperatura desenvolvidos na liga de magnésio AZ31 durante os processos de laminação simétrica e assimétrica foram desenvolvidos dois modelos via Método dos Elementos Finitos (MEF), utilizando o software comercial ABAQUS. A técnica implícita de integração no tempo foi empregada com solução das equações de equilíbrio e deslocamentos pelo método de Newton-Raphson em conjunto com o método iterativo de busca em linha [65].

Para ambos os modelos, a evolução térmica tanto na chapa quanto nos cilindros é

governada pela equação de condução de calor 2-D descrita pela Equação 10.

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(k(T) \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k(T) \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \eta \bar{\sigma} \frac{\partial \bar{\epsilon}^P}{\partial t} - \rho C_P(T) \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (10)$$

Onde ρ é a massa específica em kg/m³; $C_P(T)$ é o calor específico em função da temperatura em kJ/kg.K; $\bar{\epsilon}^P$ é a deformação plástica efetiva; $\bar{\sigma}$ é a tensão efetiva em Pa; η é um fator de rendimento de conversão de trabalho plástico em calor; $k(T)$ é a condutividade térmica dependente da temperatura em W/m.K e x e y são, respectivamente, as coordenadas cartesianas ao longo da direção horizontal e vertical nas geometrias dos modelos, que serão apresentadas nas seções 4.2.2.4 e 4.2.2.5.

4.2.2.1 Condições Térmicas Iniciais e de Contorno

Nas interfaces cilindro-chapa uma transferência de calor interfacial adicional foi assumida, com fluxo de calor descrito pelas Equações 11 e 12.

$$k_{cilindro} \frac{\partial T}{\partial \hat{n}} = h_{int} (T_{cilindro} - T_{chapa}) \quad (11)$$

$$k_{chapa} \frac{\partial T}{\partial \hat{n}} = h_{int} (T_{chapa} - T_{cilindro}) \quad (12)$$

Onde \hat{n} é a direção normal à interface; $k_{cilindro}$ e k_{chapa} são, respectivamente, as condutividades térmicas do cilindro e da chapa e h_{int} é o coeficiente de transferência de calor na interface cilindro-chapa, assumido como 15000 W/m².K [66].

Para as superfícies livres da chapa e dos cilindros foram também considerados fluxos de calor por convecção e radiação, descritos, respectivamente, pelas Equações 13 e 14.

$$k_{cilindro/chapa} \frac{\partial T}{\partial \hat{n}} = h_{ambiente} (T_{cilindro/chapa} - T_{ambiente}) \quad (13)$$

$$k_{cilindro/chapa} \frac{\partial T}{\partial \hat{n}} = \epsilon \sigma (T_{cilindro/chapa} - T_{ambiente}) \quad (14)$$

Nas equações acima, \hat{n} é a direção normal à superfície livre, $h_{ambiente}$ é o coeficiente de convecção térmica para a atmosfera, igual a 20 W/m².K (Ji e Park, 2008) ; ϵ é a emissividade, igual a 0,7 [66]; σ é a constante de Stefan-Boltzman, igual a 5,67 x 10⁻⁸ e $T_{ambiente}$ é a temperatura ambiente, mantida em 298 K durante toda simulação. As temperaturas iniciais do cilindro e chapa foram prescritas, respectivamente, por 298 K e 573 K.

4.2.2.2 Condições Mecânicas de Contorno

Uma condição de contorno foi assumida no contato entre as superfícies superior e inferior da chapa e os cilindros, em que o atrito nesta área foi descrito pela lei de Coulomb (Eq. 15).

$$\tau = \mu P \quad (15)$$

Na Eq. (15) τ é a tensão cisalhante; μ é o coeficiente de atrito, assumido como 0,2 e P é a força normal à área de contato. O tipo de contato adotado entre cilindro e chapa foi superfície-superfície.

4.2.2.3 Propriedades dos Materiais

Em ambos os modelos, tanto a chapa de liga de Mg AZ31 quanto os cilindros de aço ferramenta foram assumidos como estruturas 2-D deformáveis, cujas propriedades termofísicas e mecânicas implementadas se encontram descritas na Tabela 12.

Tabela 12 - Propriedades dos cilindros e chapa [68,69].

	Cilindros de Trabalho (Aço ferramenta)	Chapa (Liga de Mg AZ31)
Densidade (kg/m ³)	7830	1780
Calor específico (J/kg.K)	500	825,566 + 0,446 T
Condutividade Térmica (W/m.K)	24,57	63,112 + 0,061 T
Módulo de Young (GPa)	260,137 – 0,157 T	42,334 – 0,024 T
Coefficiente de Poisson	0,29	0,33

Para descrever o comportamento plástico da liga de Mg AZ31 foram utilizados dados experimentais de tensão e deformação verdadeiras obtidos por Liu *et al.* [67] a diferentes temperaturas e taxa de deformação de 1 s^{-1} (Figura 34). Pontos das curvas tensão verdadeira versus deformação verdadeira foram obtidos com o auxílio do software Digitizer e implementados ao modelo em forma de tabela em função da temperatura. Para o cálculo computacional, o código aplica interpolação entre os pontos implementados.

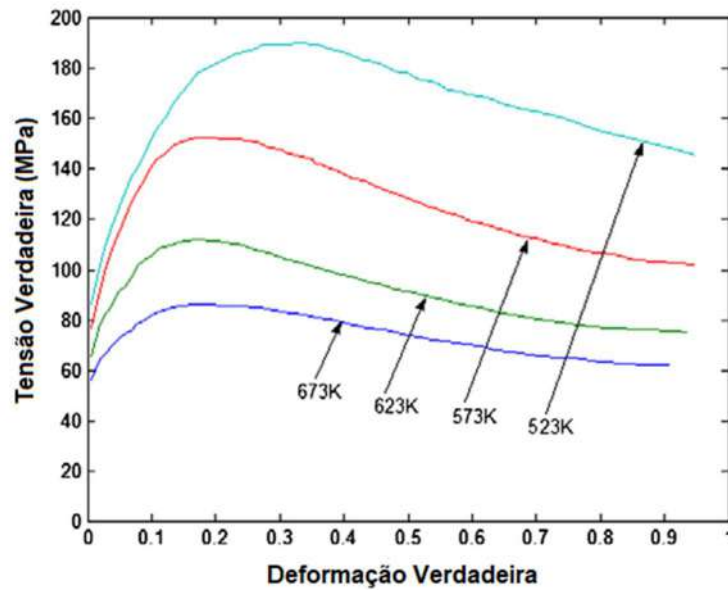


Figura 34 - Curvas tensão x deformação da liga AZ31 [67].

4.2.2.4 Geometria do Modelo de Laminação Simétrica

Para redução de custo computacional, no modelo desenvolvido para laminação simétrica foi admitida simetria ao longo da linha de centro da chapa (superfície $y = 0$) em relação ao plano xz , de forma que somente foram representadas duas partes: o cilindro superior e a chapa em metade de sua espessura, conforme Figura 35.

Na Figura 35 é possível observar a malha de elementos finitos adotada para o cilindro composta por 2752 elementos lineares com acoplamento temperatura-deslocamento e regra de integração reduzida, CPE4RT, segundo a terminologia do programa ABAQUS/Standard. Por outro lado, pode-se observar a malha da chapa de liga AZ31 com 6 camadas de elementos na direção y , totalizando 342 elementos lineares com acoplamento temperatura-deslocamento, CPE4T na terminologia do programa ABAQUS/Standard. Foi aplicado um maior refinamento

na malha da chapa segundo a direção x na região próxima a entrada para evitar condições de distorções excessivas durante o passo de mordida.

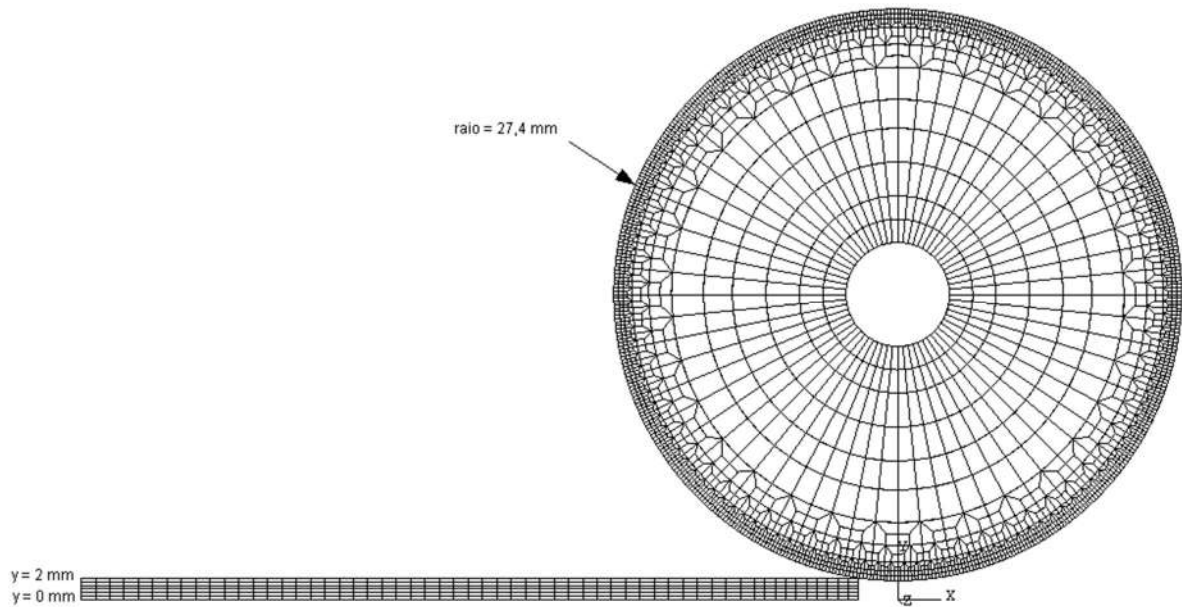


Figura 35 - Geometria do modelo de laminação simétrica.

Adicionalmente às condições de contorno comuns aos dois modelos (simétrico e assimétrico) já descritas anteriormente, neste modelo foi adotada para a chapa uma condição térmica de fluxo de calor nulo na superfície de simetria ($y = 0$), descrita pela Equação 16 e implementada no passo de simulação 3 juntamente com as demais condições térmicas de contorno.

$$k_{chapa} \frac{\partial T}{\partial \hat{n}} = 0 \quad (16)$$

na qual k_{chapa} é a condutividade térmica da liga de Mg AZ31, dada na Tabela 10 e \hat{n} é a direção normal à superfície de simetria da chapa. Exclusivamente no modelo simétrico também foi adotada condição de contorno de deslocamento nulo na direção y para os nós da superfície de simetria da chapa (em $y = 0$).

4.2.2.5 Geometria do Modelo de Laminação Assimétrica

Na Figura 36 é apresentada a geometria do modelo desenvolvido para simulação da laminação assimétrica composto por cinco partes: chapa, cilindro superior, cilindro inferior, guia superior e guia inferior. Devido às diferentes velocidades periféricas na superfície dos cilindros, a chapa tende a inclinar-se no passo de mordida prejudicando a continuação da simulação. Para evitar, então, o deslocamento na direção y da chapa antes de entrar na zona de deformação, foram adotadas duas guias de comprimento de 50 mm, destacadas em vermelho na Figura 36. As guias foram modeladas como estruturas 2-D rígidas-analíticas.

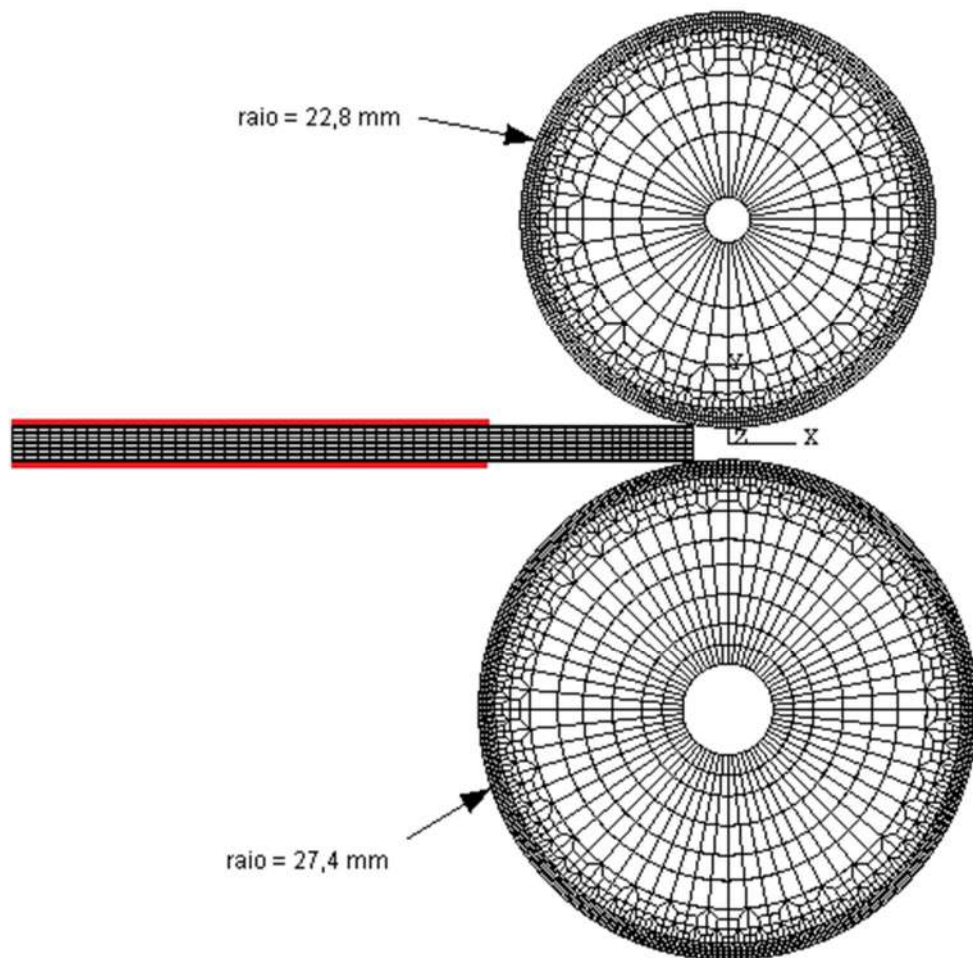


Figura 36 - Geometria do modelo de laminação assimétrica.

Como neste modelo não é adotada simetria, toda espessura da chapa é representada, com malha composta pelo por 12 camadas de elementos ao longo da espessura (direção y), totalizando 684 elementos CPE4T na terminologia do programa ABAQUS/Standard. O

refinamento maior da chapa ao longo da direção x na região próxima à entrada também foi adotado como no modelo de laminação simétrica.

A malha do cilindro de laminação inferior também é composta por 2.752 elementos CPE4R, exatamente igual à malha adotada para o cilindro no modelo de laminação simétrica. Por outro lado, o cilindro superior é composto por 1.600 elementos lineares com acoplamento temperatura-deslocamento e regra de integração reduzida, CPE4RT, segundo a terminologia do programa ABAQUS/Standard.

Um nó de referência foi adotado na metade do comprimento de cada guia, para o qual foi assumida, durante toda simulação, condição de contorno de deslocamento nulo em todas as direções ($u_x = u_y = u_z = 0$) e de rotação nula em relação a todos os eixos ($u_{r_x} = u_{r_y} = u_{r_z} = 0$). Como o objetivo das guias é somente impedir a inclinação das chapas sem interferir na sua velocidade de alimentação durante a simulação, foram admitidos contatos entre as superfícies inferior e superior das chapas e as guias, modelados como condições de contorno mecânico descritas pela Equação 15, assim como no contato cilindro-chapa, porém o coeficiente de atrito foi admitido como nulo ($\mu = 0$) para que nenhuma tensão cisalhante de atrito fosse produzida.

4.2.2.6 Parâmetros de Simulação

Na Tabela 13 são apresentados os parâmetros adotados na simulação da laminação simétrica e assimétrica, em único passe, da chapa de liga de magnésio AZ31. As simulações do passe de laminação da chapa de AZ31 nas condições simétrica e assimétrica foram divididas em três passos, resumidos na Tabela 14.

Um nó de referência é assumido no centro de cada cilindro, para o qual é atribuído, já no primeiro passo de simulação, deslocamentos nulos em x e y ($u_x = u_y = 0$) e rotação em torno do eixo z com velocidade angular de 2,93 rad/s. No primeiro passo da simulação, com duração de 0,04 s na laminação simétrica e 0,05 na laminação assimétrica, é estabelecida condição de mordida impondo-se velocidade de 40 mm/s aos nós da chapa. Neste passo são assumidas as condições mecânicas de contorno. O segundo passo de simulação teve duração de 0,06 s, nele a condição de velocidade imposta aos nós da chapa é cessada, de modo que se inicia a laminação, visto que o arco de contato é suficiente para que o cilindro arraste a chapa. Neste passo as condições de rotação em torno do eixo z e deslocamentos nulos nas direções x e y impostas aos cilindros são mantidas. Também são mantidas as condições mecânicas de contorno. No terceiro passo, com duração de 1,5 s, todas as condições do passo 2 são mantidas.

Diferentemente dos dois primeiros passos que foram passes mecânicos onde somente são calculados deslocamentos, tensões e deformações; no terceiro passo são consideradas variações de temperatura. Neste último passo são então impostas todas as condições térmicas de contorno.

Tabela 13 - Dados de processo adotados na simulação da laminação da liga de Mg AZ31.

	Laminação Simétrica	Laminação Assimétrica
Espessura de Entrada da Chapa (mm)	4,0*	4,0
Espessura de Saída da Chapa (mm)	3,6*	3,6
Comprimento da Chapa (mm)	75	75
Raio do Cilindro Superior (mm)	27,4	22,8
Raio do Cilindro Inferior (mm)	27,4*	27,4
Velocidade Angular do Cilindro Superior (rad/s)	2,93*	2,93
Velocidade Angular do Cilindro Inferior (rad/s)	-2,93*	-2,93
Velocidade Periférica do Cilindro Superior (mm/s)	80,3	66,8
Velocidade Periférica do Cilindro Inferior (mm/s)	80,3*	80,3

Tabela 14 - Passos adotados na simulação da laminação da liga de Mg AZ31.

Passo	Procedimento	Descrição
1	Estático (Mecânico)	Condição de Mordida: velocidade de 40 mm/s imposta aos nós da chapa na direção x; imposta condição de velocidade angular em torno do eixo z (2,93 rad/s) e deslocamentos nulos nas direções x e y ao ponto de referência dos cilindros; condições mecânicas de contorno.
2	Estático (Mecânico)	Laminação em condição estática: manutenção das condições de velocidade angular e deslocamentos nulos dos pontos de referência dos cilindros; manutenção das condições mecânicas de contorno.
3	Termomecânico	Laminação em condição de acoplamento termomecânico: manutenção das condições de velocidade angular e deslocamentos nulos dos pontos de referência dos cilindros; manutenção das condições mecânicas de contorno e imposição das condições térmicas.

* Assumida simetria ao modelo, conforme descrito na seção 4.2.2.1.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, os resultados obtidos são apresentados e discutidos em quatro seções. A primeira seção traz os resultados da caracterização elipsométrica dos filmes de óxido(s)/hidróxido(s) crescidos sobre a liga de magnésio AZ31 quando exposta ao ar e à uma solução aquosa de Na_2SO_4 , onde é discutida a evolução destes filmes ao longo do tempo. Na segunda seção estão apresentadas e discutidas de forma comparativa as previsões de tensões, deformações e temperatura desenvolvidas durante laminação simétrica e assimétrica da liga AZ31, obtidas por meio dos modelos em elementos finitos propostos. Na terceira e quarta seções são apresentados os resultados obtidos para as simulações experimentais de laminação em único passe e múltiplos passes, respectivamente. Para os experimentos de laminação em único passe, são apresentados resultados microestruturais, de macrotextura e de dureza e feita uma discussão qualitativa e comparativa, entre as condições de laminação simétrica e assimétrica e entre as diferentes temperaturas. Por fim, na seção quatro são apresentados os resultados microestruturais, de macrotextura e de propriedades mecânicas para as amostras laminadas em múltiplos passes. Nesta seção, por meio da regressão dos resultados experimentais, buscou-se encontrar modelos capazes de descrever a influência dos parâmetros de laminação sobre determinada propriedade final da liga AZ31. Para os casos em que isso foi possível, os valores ótimos dos parâmetros foram identificados por meio de curvas de contorno geradas pelo software STATISTICA. Adicionalmente, ao final desta última seção discutiu-se diferenças microestruturais, de macrotextura e de propriedades mecânicas encontradas entre duas amostras laminadas por rotas diferentes.

5.1 Caracterização de Filmes Superficiais

As oito amostras utilizadas para as caracterizações elipsométricas descritas nesta seção foram retiradas da chapa C, com microestrutura constituída majoritariamente de grãos

alongados com tamanho entre 17-110 μm e ainda um número pequeno de grãos equiaxiais bastante refinados (5-22 μm), conforme ilustrado na Figura 37.

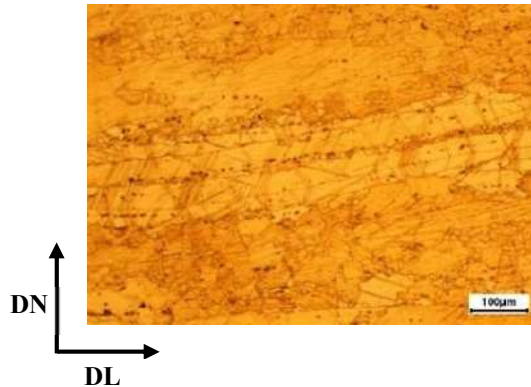
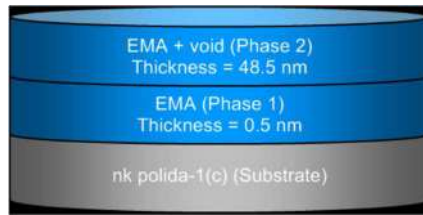


Figura 37 - Microestrutura observada ao meio da DN da chapa C no estado como recebido.

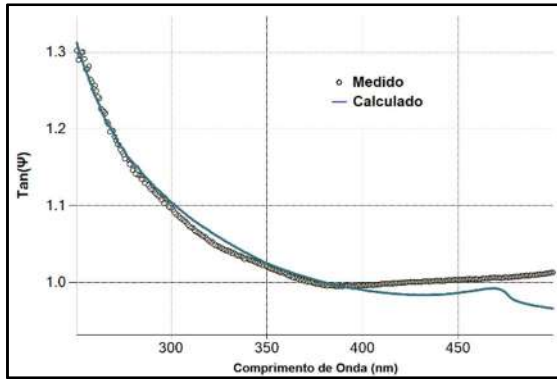
5.1.1 Caracterização de Filmes Superficiais crescidos durante Exposição ao Ar

A seguir, Figuras 38 à 40, são apresentados os resultados obtidos da modelagem elipsométrica para as amostras A10, A50 e A60, que foram expostas ao ar na temperatura de 150 °C durante 10, 50 e 60 minutos, respectivamente. Onde “*Substrate*” trata-se da liga AZ31, cujo comportamento foi modelado com as medidas elipsométricas obtidas para a amostra polida P; “*Phase 1*” é a camada de “óxido(s)/hidróxido(s)”, modelada pela ferramenta EMA que mistura informações do índice de refração (n) e do coeficiente de extinção (k) do óxido de magnésio (MgO) e leis de dispersão que contemplam o comportamento de possíveis outros óxidos ou hidróxidos presentes e “*Phase 2*” é uma mistura da “*Phase 1*” e ar, que nada mais é que uma camada de “*Phase 1*” porosa (com presença de vazios), a qual foi modelada com a ferramenta EMA mais as informações de n e k do ar.

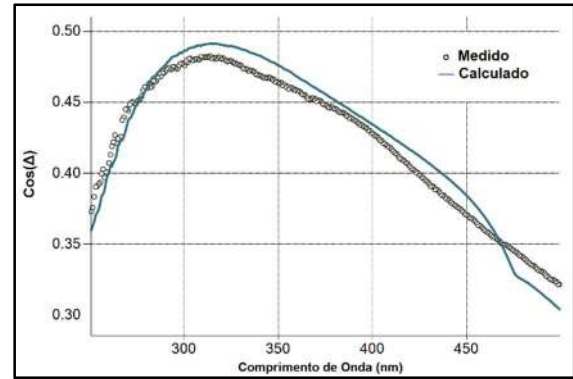
Além das espessuras, outras informações sobre as camadas “*Phase 1*” e “*Phase 2*” foram obtidas e estão sintetizadas na Tabela 15. Dos resultados obtidos pode-se observar que a camada densa “*Phase 1*” (sem porosidade) de óxido(s)/hidróxido(s) é muito pequena (quase não existe); o que existe sobre o substrato na verdade é basicamente uma camada de óxido(s)/hidróxido(s) porosa (*Phase 2*), composta de óxido(s)/hidróxido(s) + ar.



(a)

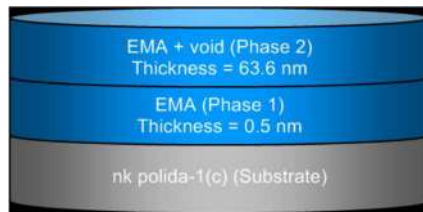


(b)

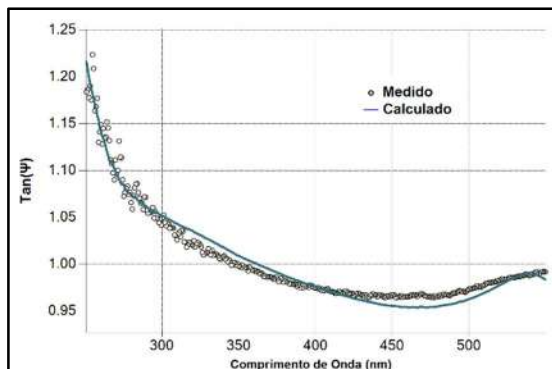


(c)

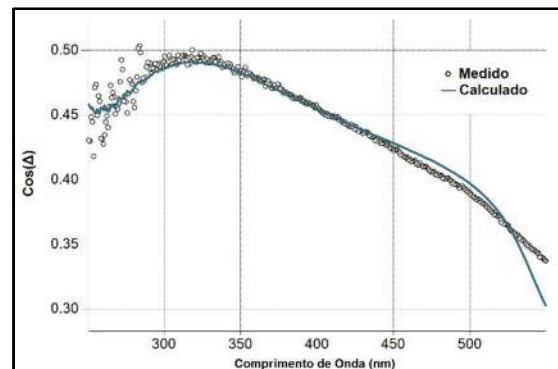
Figura 38 - Resultado da modelagem elipsométrica para a amostra A10 obtido com ajuste das curvas com $R^2 = 0,95343$ (a) valores de espessura (b) ajuste da curva $\tan \Psi$ versus λ (c) ajuste da curva $\cos \Delta$ versus λ .



(a)

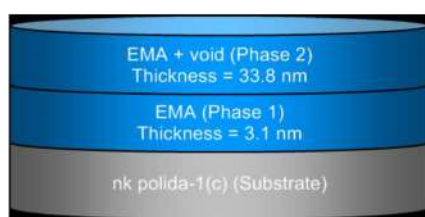


(b)

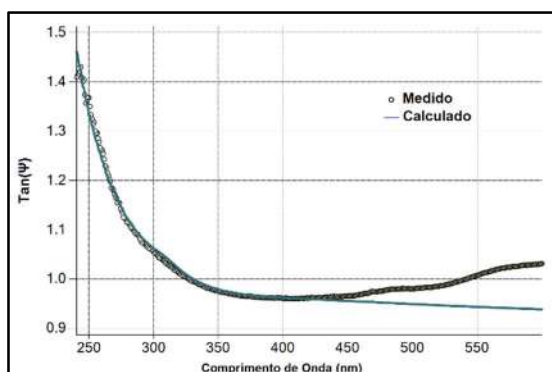


(c)

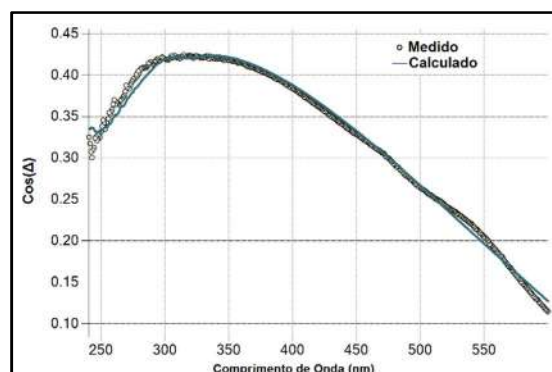
Figura 39 - Resultado da modelagem elipsométrica para a amostra A50 obtido com ajuste das curvas com $R^2 = 0,96119$ (a) valores de espessura (b) ajuste da curva $\tan \Psi$ versus λ (c) ajuste da curva $\cos \Delta$ versus λ .



(a)



(b)



(c)

Figura 40 - Resultado da modelagem elipsométrica para a amostra A60 obtido com ajuste das curvas com $R^2 = 0,9248$ (a) valores de espessura (b) ajuste da curva $\tan \Psi$ versus λ (c) ajuste da curva $\cos \Delta$ versus λ .

Tabela 15 - Parâmetros obtidos pela modelagem elipsométrica.

Amostras		Composição (%)			Espessura (nm)		
		A10	A50	A60	A10	A50	A60
Phase 2 (óxido(s)/hidróxido(s)+ar)	Ar	25,1	25,6	31,6	48,5	63,6	33,8
	Óxido(s)/hidróxido(s)	74,9	74,4	68,4			
Phase 1 (óxido(s)/hidróxido(s))	MgO	84,6	77,1	69,4	0,5	0,5	3,1
	Outro(s) óxido(s)/hidróxido(s)	15,4	22,9	30,6			

Outra informação relevante é que os filmes crescidos, apesar de serem compostos majoritariamente por MgO, este não é o único composto presente. Nota-se que outro(s) óxido(s) e/ou hidróxido(s) também são formados, no entanto, não é possível identificá-lo(s) já que seu(s)

comportamento(s) foram incluído(s) ao modelo através de leis de dispersão. A camada “Phase 1” da amostra A10, por exemplo, é composta por 84,6% de MgO e 15,4% de outros óxido(s)/hidróxido(s). À medida que o tempo de exposição aumenta, a quantidade relativa de MgO decresce, no entanto permanece ainda majoritária mesmo para o maior tempo de exposição: a amostra A60 tem 69,4% de MgO e 30,6% de outros óxido(s)/hidróxido(s).

Comparando a amostra A10 com a amostra A50, observa-se que a espessura da camada mais superficial de óxido(s)/hidróxido(s) poroso, “Phase 2”, aumentou substancialmente com o aumento do tempo em estufa de 10 para 50 minutos; de 48,5 nm para 63,6 nm. Quando o tempo em estufa aumenta para 60 minutos ocorre uma densificação do filme. A camada mais densa (“Phase 1”) tem sua espessura aumentada de 0,5 nm para 3,1 nm, enquanto a camada porosa (“Phase 2”) tem sua espessura reduzida de 63,6 nm para 33,8 nm. Estes valores de espessura obtidos pela modelagem elipsométrica parecem ser bastante coerentes quando analisamos a rugosidade superficial destas amostras utilizando o microscópio confocal. Como esta camada mais superficial (*Phase 2*) é porosa, espera-se que quanto maior sua espessura maior será a rugosidade da superfície da amostra. Nas Figuras 41 à 43 estão apresentados os levantamentos topográficos das amostras A10, A50 e A60, respectivamente. Os valores médios de rugosidade obtidos para estas amostras foram de 0,64 μm para A10; 0,82 μm para A50 e 0,32 μm para A60; seguindo a mesma tendência das espessuras obtidas por meio da modelagem elipsométrica.

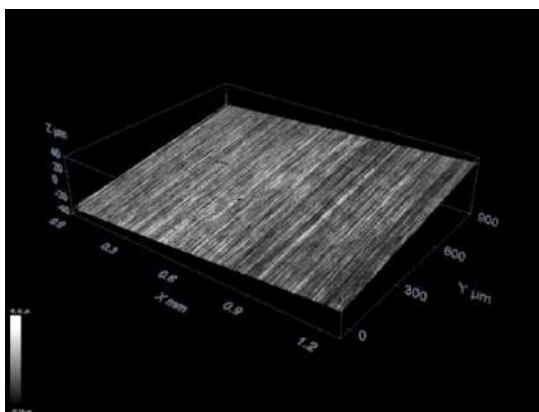


Figura 41 - Levantamento topográfico via microscopia confocal da amostra A10.

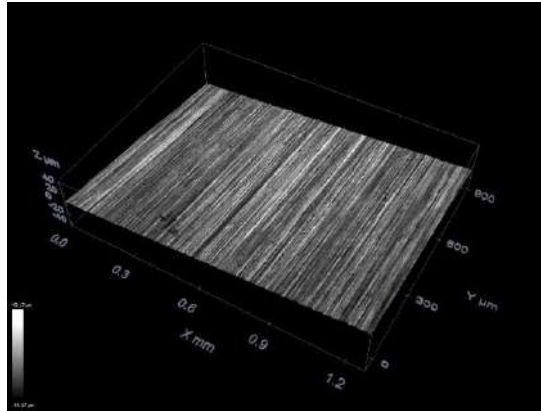


Figura 42 - Levantamento topográfico via microscopia confocal da amostra A50.

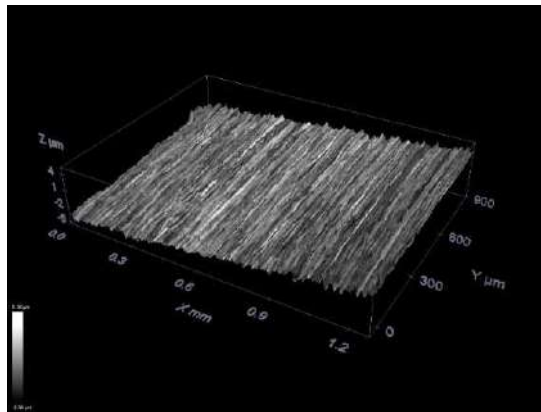


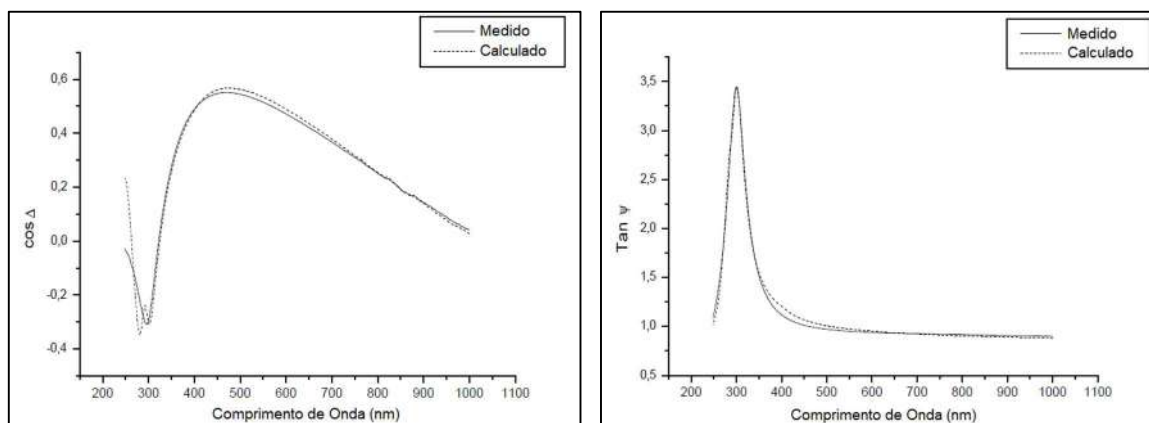
Figura 43 - Levantamento topográfico via microscopia confocal da amostra A60.

5.1.2 Caracterização de Filmes Superficiais crescidos em Solução de Na₂SO₄

Nesta seção são apresentados os resultados obtidos para os modelos elipsométricos das quatro amostras da liga AZ31 que permaneceram imersas em solução de Na₂SO₄ por 3, 5, 15 e 30 minutos. Na Tabela 16 são apresentadas as características do modelo elipsométrico construído para a amostra imersa durante 3 minutos em solução de Na₂SO₄ enquanto na Figura 44 são apresentados os respectivos ajustes entre as curvas tangente de ψ ($\tan \psi$) versus comprimento de onda (λ) e cosseno de Δ ($\cos \Delta$) versus comprimento de onda (λ) calculadas para o modelo e medidas. Na Figura 44 é possível observar o excelente ajuste obtido entre as curvas calculadas e medidas, com coeficiente de determinação R^2 igual a 0,983.

Tabela 16 – Características do modelo elipsométrico para a amostra imersa por 3 minutos em solução 0,1 mol/L Na₂SO₄ com pH = 6,5.

Fase	Modelamento	Espessura (nm)	Espessura Total (nm)
Ambiente	“n” e “k” do ar	∞	∞
Fase 3 (Mg(OH) ₂ + ar)	Lei de Dispersão (Tauc-Lorentz) + “n” e “k” do ar	133,8	291,1
Fase 2 (Mg(OH) ₂)	Lei de Dispersão (Tauc-Lorentz)	144,8	
Fase 1 (MgO + Al ₂ O ₃)	“n” e “k” do MgO + Lei de Dispersão (Cauchy)	12,5	
Substrato	“n” e “k” medidos para liga AZ31	∞	∞



(a)

(b)

Figura 44 – Ajustes entre os valores calculados e medidos para (a) $\cos \Delta$ e (b) $\tan \psi$, para a amostra imersa por 3 minutos em solução 0,1 mol/L Na₂SO₄ com pH = 6,5.

O modelo para o tempo de 3 minutos é composto por um substrato da liga AZ31 acima do qual está uma pequena camada (Fase 1) de MgO misturado a outro óxido, que provavelmente trata-se do Al₂O₃ devido ao sucesso da modelagem de seu comportamento por meio da lei de dispersão de Cauchy. Acima desta camada existe uma segunda camada (Fase 2) de Mg(OH)₂, cujo comportamento foi modelado através da lei de dispersão de Tauc-Lorentz, já que os valores de “n” e “k” para este composto não foi encontrado na literatura. Finalmente, acima desta última camada existe uma camada de Mg(OH)₂ porosa (Fase 3) que acomoda a rugosidade da amostra, assim como aconteceu para a camada mais externa dos modelos construídos para as amostras

expostas ao ar na seção 5.1.1. Esta Fase 3 foi, portanto, modelada pela lei de dispersão de Tauc-Lorentz mais os valores de “n” e “k” do ar. Os resultados encontrados estão em acordo com trabalho anterior [70]. Na construção de todos os modelos, o substrato e o ambiente onde foram obtidas as medidas elipsométricas são consideradas camadas com espessura infinita por ser muito maior que as camadas que compõem o filme caracterizado. Apesar desta informação não ter sido citada para a modelagem das amostras expostas ao ar (seção 5.1.1), esta mesma consideração foi feita naquele caso.

Os resultados para o modelo construído para a amostra imersa por 5 minutos na solução de Na₂SO₄ estão apresentados na Tabela 17 e Figura 45. Neste caso, o MgO da Fase 1 desaparece reduzindo a espessura desta camada. A Fase 1 é então constituída apenas de Al₂O₃ com comportamento descrito pela lei de Cauchy. Vale destacar que a fase intermetálica Al₂O₃ quando formada sobre a superfície das ligas de magnésio melhora consideravelmente sua resistência à corrosão por sua característica passiva [71,72].

Em 5 minutos de imersão, a Fase 2 continua constituída apenas por Mg(OH)₂ (modelada pela lei de Tauc-Lorentz) e a Fase 3 continua sendo uma camada de Mg(OH)₂ que acomoda a rugosidade da amostra (modelada pela lei de Tauc-Lorentz com adição dos valores de “n” e “k” do ar). Estas duas últimas camadas cresceram consideravelmente em relação ao tempo de imersão de 3 minutos. O ajuste entre as curvas calculadas e medidas (Figura 45) com R² igual a 0,993 atesta a coerência do modelo para 5 minutos de imersão.

Tabela 17 – Características do modelo elipsométrico para a amostra imersa por 5 minutos em solução 0,1 mol/L Na₂SO₄ com pH = 6,5.

Fase	Modelamento	Espessura (nm)	Espessura Total (nm)
Ambiente	“n” e “k” do ar	∞	∞
Fase 3 (Mg(OH)₂ + ar)	Lei de Dispersão (Tauc-Lorentz) + “n” e “k” do ar	174,8	
Fase 2 (Mg(OH)₂)	Lei de Dispersão (Tauc-Lorentz)	159,2	339,3
Fase 1 (Al₂O₃)	Lei de Dispersão (Cauchy)	5,3	
Substrato	“n” e “k” medidos para liga AZ31	∞	∞

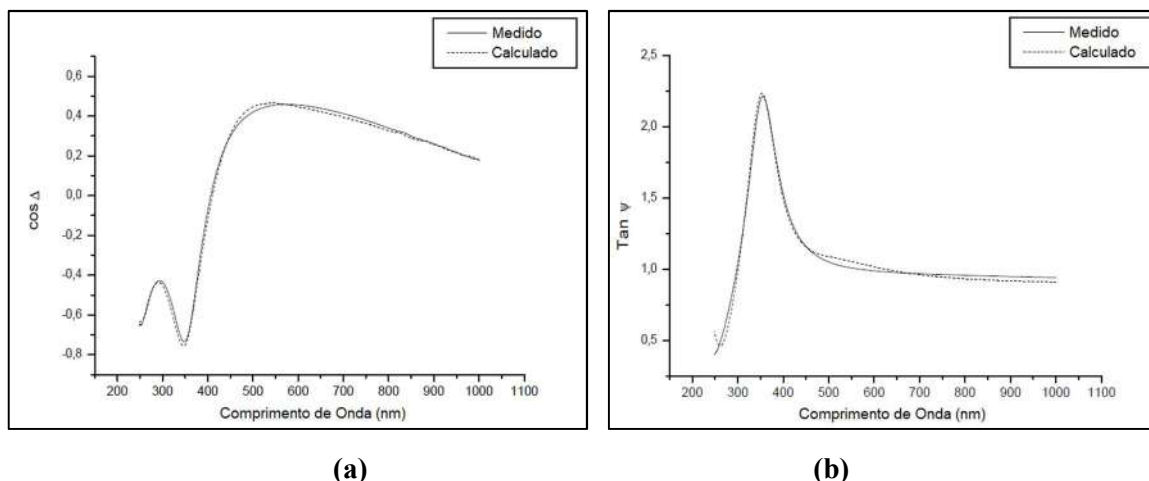


Figura 45 - Ajustes entre os valores calculados e medidos para (a) $\cos \Delta$ e (b) $\tan \psi$, para a amostra imersa por 5 minutos em solução 0,1 mol/L Na_2SO_4 com $\text{pH} = 6,5$.

Para 15 minutos de imersão (Tab. 18) o modelo permanece igual ao do tempo anterior, com alteração apenas na espessura das camadas. Este modelo também apresentou ótimo ajuste com os valores medidos (Figura 46), com R^2 igual a 0,987.

Tabela 18 - Características do modelo elipsométrico para a amostra imersa por 15 minutos em solução 0,1 mol/L Na_2SO_4 com $\text{pH} = 6,5$.

Fase	Modelamento	Espessura (nm)	Espessura Total (nm)
Ambiente	“n” e “k” do ar	∞	∞
Fase 3 ($\text{Mg}(\text{OH})_2 + \text{ar}$)	Lei de Dispersão (Tauc-Lorentz) + “n” e “k” do ar	166,9	
Fase 2 ($\text{Mg}(\text{OH})_2$)	Lei de Dispersão (Tauc-Lorentz)	170,6	359,9
Fase 1 (Al_2O_3)	Lei de Dispersão (Cauchy)	22,4	
Substrato	“n” e “k” medidos para liga AZ31	∞	∞

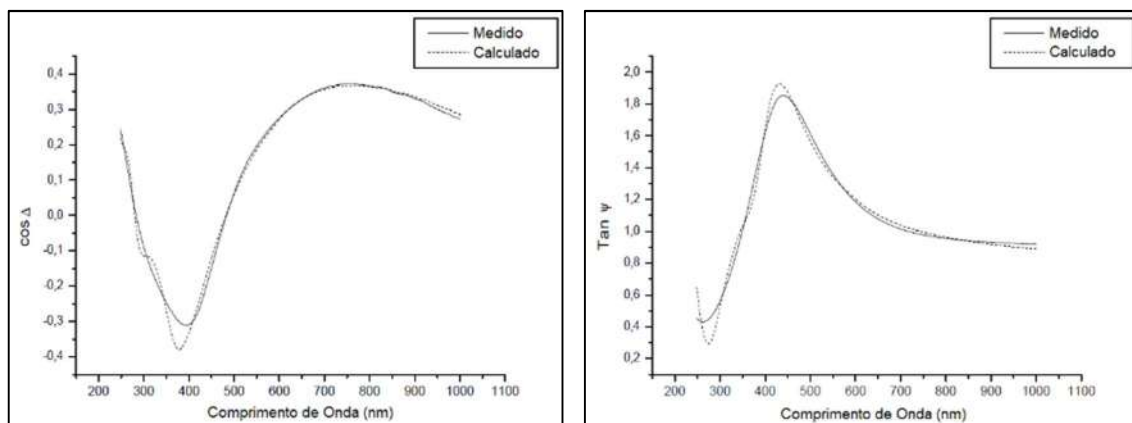


Figura 46 - Ajustes entre os valores calculados e medidos para (a) $\cos \Delta$ e (b) $\tan \psi$, para a amostra imersa por 15 minutos em solução 0,1 mol/L Na_2SO_4 com pH = 6,5.

A Tab. 19 apresenta os resultados para o modelo no tempo de imersão de 30 minutos. Após 30 minutos de imersão o modelo ainda permanece com as mesmas características, vide Tab. 19, daqueles construídos para 5 e 15 minutos, alterando apenas as espessuras das camadas. A Figura 47 apresenta o ajuste entre as curvas elipsométricas calculadas e medidas para 30 minutos de imersão, cujo R^2 foi de 0,99.

Tabela 19 - Características do modelo elipsométrico para a amostra imersa por 30 minutos em solução 0,1 mol/L Na_2SO_4 com pH = 6,5.

Fase	Modelamento	Espessura (nm)	Espessura Total (nm)
Ambiente	“n” e “k” do ar	∞	∞
Fase 3 ($\text{Mg}(\text{OH})_2 + \text{ar}$)	Lei de Dispersão (Tauc-Lorentz) + “n” e “k” do ar	212,1	
Fase 2 ($\text{Mg}(\text{OH})_2$)	Lei de Dispersão (Tauc-Lorentz)	165,1	386,1
Fase 1 (Al_2O_3)	Lei de Dispersão (Cauchy)	8,9	
Substrato	“n” e “k” medidos para liga AZ31	∞	∞

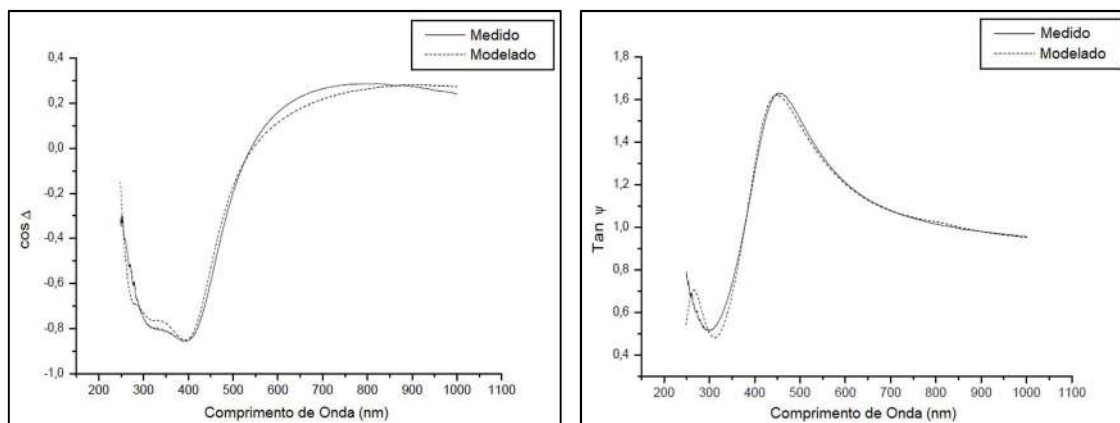


Figura 47 - Ajustes entre os valores calculados e medidos para (a) $\cos \Delta$ e (b) $\tan \psi$, para a amostra imersa por 30 minutos em solução 0,1 mol/L Na_2SO_4 com pH = 6,5.

A evolução da estrutura do filme e das espessuras das camadas e espessura total do filme ao longo do tempo de imersão pode ser resumidamente discutida através da Figura 48. Inicialmente, entre 3 e 5 minutos há uma mudança na estrutura da Fase 1 e sua espessura é ligeiramente reduzida. O óxido de magnésio MgO que existia nesta fase no tempo de imersão inicial desaparece, provavelmente, transformado-se em $\text{Mg}(\text{OH})_2$ e passando a integrar a segunda camada (Fase 2) que tem sua espessura ligeiramente aumentada. A camada rugosa também tem sua espessura aumentada. A partir daí a estrutura do filme não muda.

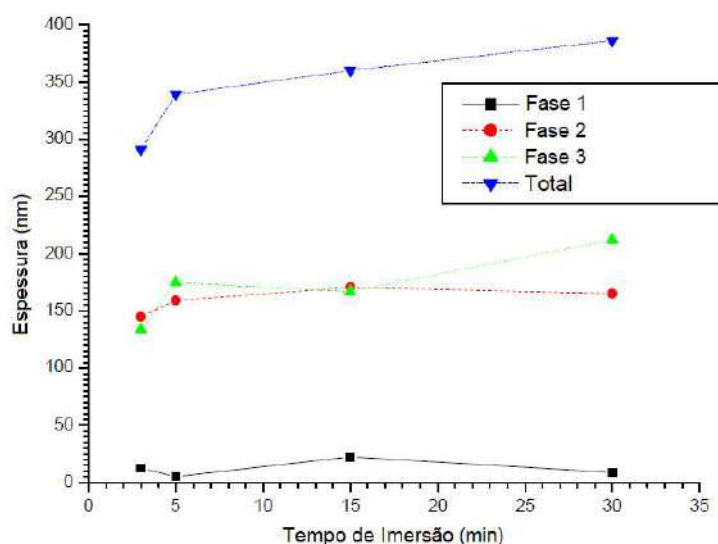


Figura 48 – Evolução da espessura das três camadas (Fases 1, 2 e 3) e da espessura total do filme ao longo do tempo de imersão em solução 0,1 mol/L Na_2SO_4 com pH = 6,5.

A espessura total do filme de óxido(s)/hidróxido(s), por sua vez, é sempre incrementada à medida que o tempo de imersão avança, partindo já de um valor considerável de 291,1 nm para apenas 3 minutos de imersão e atingindo 386,1 nm após 30 minutos de imersão. É possível então inferir que a cinética de formação do filme é bastante acelerada no início da imersão, com o rápido espessamento do filme nos 5 minutos iniciais, e depois se torna mais lenta com um aumento de espessura bem menos acentuado a partir do momento em que a estrutura do filme (composição das fases) torna-se inalterada. Entre 3 e 5 minutos o crescimento acelerado da espessura total do filme é consequência do espessamento das fases $Mg(OH)_2$ (Fase 2) e $Mg(OH)_2$ porosa (Fase 3). Entre 5 e 15 minutos o aumento de espessura da fase Al_2O_3 e da fase $Mg(OH)$ contribuem para o engrossamento do filme. Por outro lado, 15 minutos finais o aumento da espessura do filme é decorrente apenas do aumento na espessura da camada porosa de $Mg(OH)_2$.

5.2 Simulações Numéricas - Laminação Simétrica e Assimétrica

Conforme descrito na seção 4.2.2, dois modelos geométricos para laminação foram construídos e utilizados para simular, em condição simétrica e assimétrica, a redução de 10% na espessura de chapas da liga de Mg AZ31 com 4 mm de espessura inicial. Na condição assimétrica, a razão de assimetria foi de 0,83; alcançada com a utilização de um cilindro inferior com 54,8 mm de diâmetro e um cilindro superior com 45,6 mm de diâmetro. Para a condição simétrica os dois cilindros tiveram seus diâmetros iguais a 54,8 mm. Os demais parâmetros utilizados foram listados na Tabela 13.

A seguir estão apresentadas as previsões de distribuição da tensão equivalente em função do critério isotrópico de escoamento de von Mises em cada passo de simulação (Tabela 14). Para facilitar a visualização, todos os resultados apresentados para o modelo simétrico foram obtidos após rebatimento da imagem da chapa em relação ao plano de simetria formado pelos eixos x e z mostrados na Figura 35.

Nas Figuras 49 (a) e (b) são mostrados o final do primeiro passo de simulação para os modelos simétrico e assimétrico, respectivamente. Onde é possível observar os momentos em que são atingidas as condições de mordida para os dois processos. Uma vez atingida a condição de mordida ao final do passo 1, a velocidade atribuída à chapa é cessada e, então, a laminação de fato se dá nos passos 2 e 3, que podem ser observados na Figura 50 e 51, respectivamente. Na Figura 50, pode-se observar a formação da zona de deformação entre os cilindros.

É visível que, diferentemente do que acontece para o modelo simétrico, Figura 50 (a), no modelo assimétrico, Figura 50 (b), as regiões de carregamento nas superfícies superior e inferior são diferentes. Na superfície inferior a região de carregamento é maior devido ao maior arco de contato nesta superfície, decorrente do maior diâmetro do cilindro. Na Figura 51 são mostradas as distribuições de tensões durante o terceiro passo de simulação para os casos simétrico e assimétrico em um mesmo instante de tempo total de simulação. É possível perceber as zonas de carregamento e descarregamento plásticas, conforme as legendas da figura.

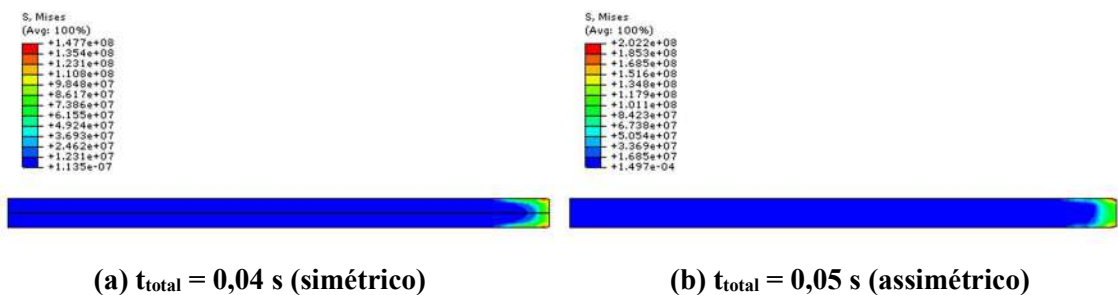


Figura 49 - Distribuição de tensão equivalente de von Mises ao final do primeiro passo de simulação.

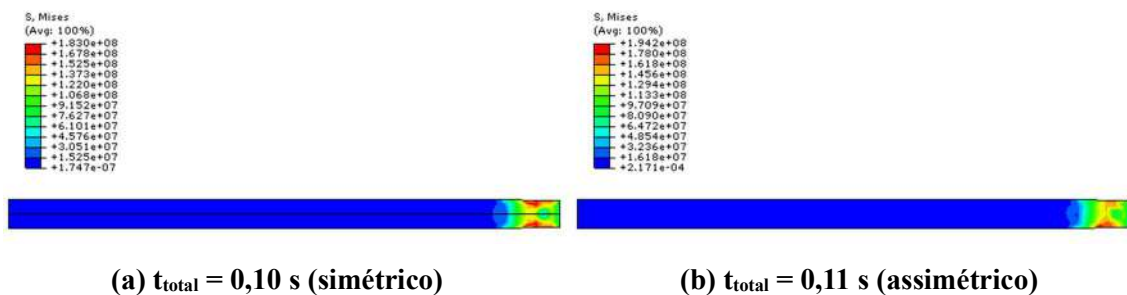


Figura 50 - Distribuição de tensão equivalente de von Mises ao final do segundo passo de simulação.

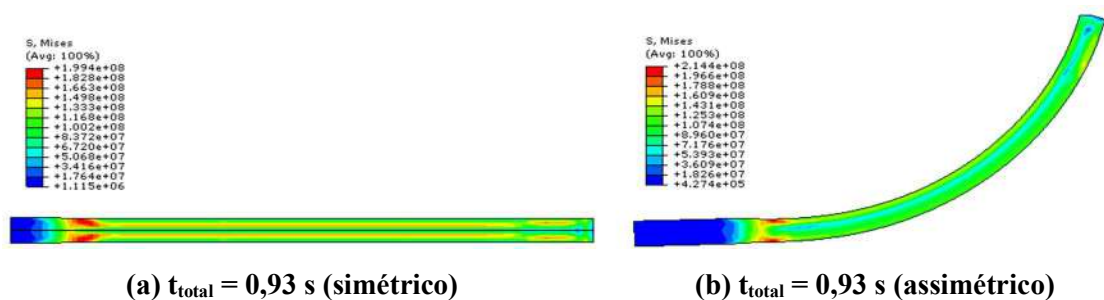


Figura 51 - Distribuição de tensão equivalente de von Mises durante terceiro passo de simulação.

Devido à assimetria geométrica provocada pelos diferentes diâmetros dos cilindros superior e inferior na laminação assimétrica, um forte efeito de flexão da chapa, Figura 51(b), é observado. Alguns trabalhos encontrados na literatura apresentam também este efeito e alguns autores [73–76] já têm investigado soluções para minimizá-lo; seja por uma combinação adequada de parâmetros que influenciem no fator de forma do processo (como grau de redução, relação entre raios e espessura inicial da chapa) ou mesmo por mudanças geométricas no laminador.

Nota-se que, à medida em que a simulação assimétrica prossegue, a região de carregamento na superfície superior aumenta, minimizando as diferenças observadas no início, Figura 50 (b), entre as superfícies superior e inferior da chapa. No instante de simulação 0,93s, Figura 51 (b), as regiões de carregamento são praticamente iguais para as duas superfícies. De fato, verifica-se na Figura 52 que após alguns segundos, em 1,08 s de tempo total de simulação, o efeito assimétrico se inverte.

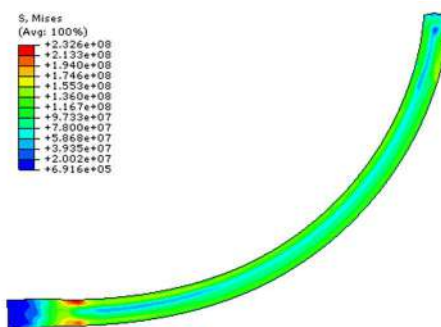


Figura 52 - Distribuição de tensão equivalente de von Mises para laminação assimétrica no instante $t_{total} = 1,08$ s.

Neste instante (1,08 segundos), a região de carregamento na superfície superior da chapa, que está em contato com o cilindro de menor diâmetro, passa a ser maior em relação àquela observada na superfície inferior. Este efeito pode ser explicado pela flexão da chapa que acaba por aumentar o arco de contato entre a superfície superior da chapa e o cilindro superior e reduzir o arco de contato entre a superfície inferior da chapa e o cilindro inferior.

Fato é que para todos os instantes (Figuras 49 a 51), independentemente do tamanho da zona de carregamento, a máxima tensão efetiva de von Mises é sempre maior para a condição assimétrica.

5.2.1 Distribuição da Pressão de Contato e Carga de Laminação

Na Figura 53 são apresentadas as previsões de distribuições de pressão de contato ao longo do comprimento normalizado das chapas para as superfícies superior e inferior em ambos os modelos.

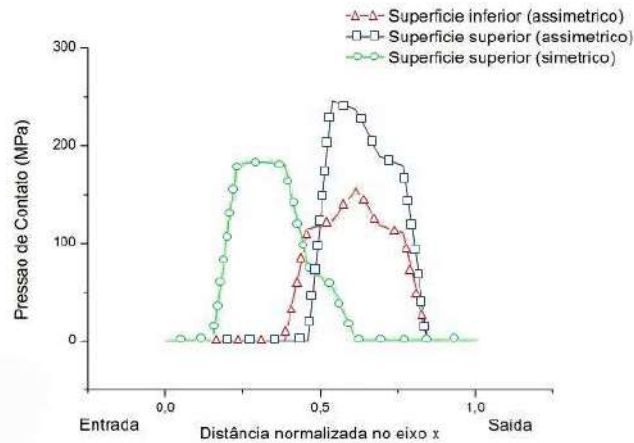


Figura 53 - Distribuição da pressão de contato ao longo do comprimento da chapa normalizado para $t_{total} = 0,47$ s.

Não é possível fazer uma comparação entre os pontos neutros dos dois modelos, uma vez que os resultados apresentados na Figura 53 foram obtidos para um mesmo instante de tempo e a velocidade de laminação média no processo assimétrico é menor devido à redução do cilindro superior. De fato, observa-se que o arco de contato no processo simétrico encontra-se defasado à esquerda em relação aos arcos de contato assimétricos.

No entanto, pode-se analisar a localização dos pontos neutros em cada modelo. Vale destacar que em todos os resultados apresentados neste trabalho, o comportamento previsto para a superfície superior da chapa é também atribuído à superfície inferior no processo simétrico. Portanto, no caso simétrico, o ponto neutro (pressão máxima) da superfície inferior, em tese, é idêntico àquele da superfície superior e nenhuma tensão e deformação cisalhantes existem no plano central da chapa. No caso da laminação assimétrica, os pontos neutros das superfícies inferior e superior não coincidem. Neste caso, em que o diâmetro do cilindro superior é menor que o inferior, o ponto neutro da superfície superior desloca-se em direção à entrada enquanto o ponto neutro da superfície inferior desloca-se em direção à saída. Esta defasagem entre os pontos neutros superior e inferior é uma característica da laminação

assimétrica. O volume de material entre os pontos neutros experimenta forças tangenciais opostas e então uma zona de cisalhamento surge [74]. Para Hao *et al.* [74] esta zona de cisalhamento é responsável por uma redução da carga de laminação no processo assimétrico, o que torna a laminação assimétrica vantajosa também em termos operacionais. Outros autores também observaram redução na força de laminação quando assimetria é introduzida ao processo [77–79].

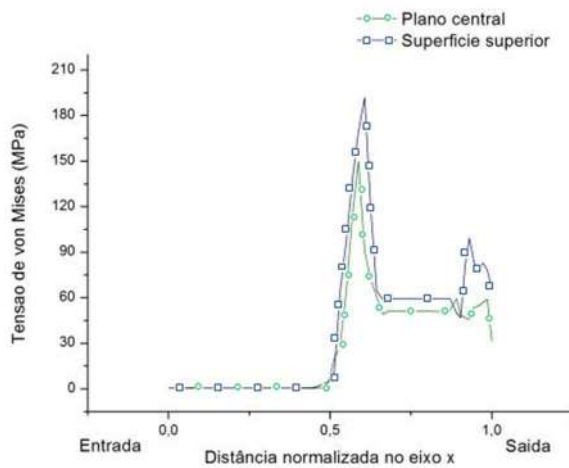
As cargas de laminação para os casos aqui simulados foram calculadas através da integração das curvas de pressão de contato e estão apresentadas na Tabela 20. A carga de laminação no contato inferior no caso assimétrico foi menor que aquela encontrada para o processo simétrico. Por outro lado, a carga de laminação assimétrica apresentada pela superfície superior foi cerca de 25% maior que a carga de laminação simétrica. Isto pode ser explicado pela significativa flexão da chapa decorrente da configuração geométrica do modelo que pode ter ocasionado carga excessiva nos rolos durante a laminação assimétrica.

Tabela 20 - Carga de laminação por unidade de largura das chapas.

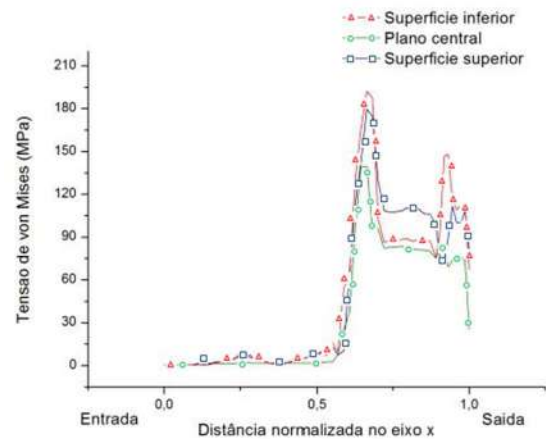
	Carga de laminação superior (kN/mm)	Carga de laminação inferior (kN/mm)
Laminação Simétrica	0,93	0,93
Laminação Assimétrica	1,17	0,86

5.2.2 Distribuição de Tensões

Na Figura 54 são apresentadas as previsões de tensão equivalente de von Mises para a laminação simétrica e assimétrica no tempo total de simulação igual a 0,47 segundos, onde vale destacar que o plano central da chapa referenciado nos resultados para laminação simétrica trata-se do plano de simetria. É possível observar ao longo do comprimento do arco de contato que a condição de escoamento plástico é atendida tanto nas superfícies externas quanto no plano central para ambos os modelos, em seguida observa-se uma queda no valor da tensão de von Mises devido ao descarregamento elástico até um nível de tensão residual. Comparando as Figuras 54 (a) e 54 (b), nota-se que o nível residual de tensão equivalente é mais significativo na laminação assimétrica.



(a) laminação simétrica

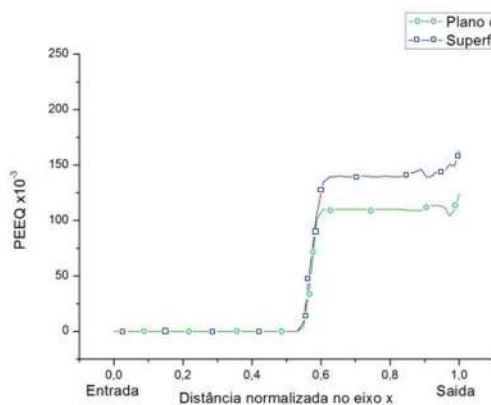


(b) laminação assimétrica

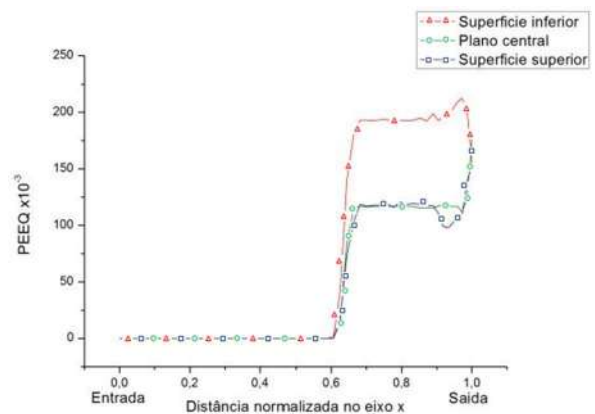
Figura 54 - Distribuição da tensão equivalente de von Mises ao longo do comprimento da chapa normalizado para $t_{total} = 0,47$ s.

5.2.3 Distribuição de Deformações

Na Figura 55 é apresentada a previsão de distribuição de deformação equivalente ao longo do comprimento da chapa normalizado. Nota-se que a quantidade de deformação plástica na superfície inferior é significativamente maior para o caso assimétrico.



(a) laminação simétrica



(b) laminação assimétrica

Figura 55 - Distribuição da deformação equivalente ao longo do comprimento da chapa para $t_{total} = 0,47$ s.

O gráfico apresentado na Figura 55 (b) sugere ainda que no processo assimétrico houve

uma grande heterogeneidade na deformação ao longo da espessura da chapa em sua metade inferior, enquanto para a metade superior houve uma deformação bastante homogênea ao longo da espessura. No caso simétrico, Figura 55 (a), os valores de deformação equivalente sugerem que houve uma heterogeneidade de deformação ao longo de toda espessura, mas uma heterogeneidade não tão significativa quanto àquela observada na metade superior da chapa no caso assimétrico.

Na Figura 56 é mostrada a previsão da componente de deformação plástica cisalhante em x-y na linha central da chapa submetida a laminação assimétrica, onde é verificada a característica destacada deste processo, que é provocar significativa deformação cisalhante no plano central da chapa.

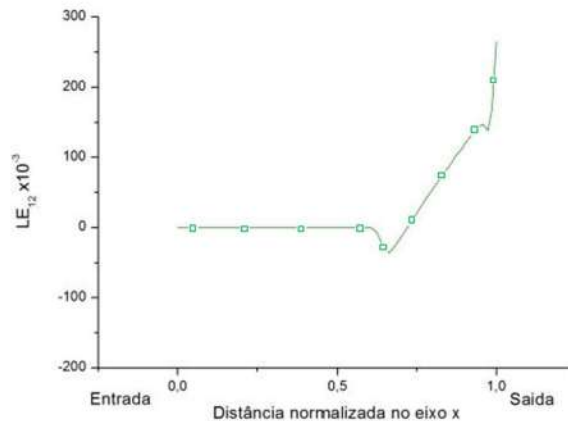


Figura 56 - Distribuição da componente de deformação cisalhante LE_{12} na linha central da chapa para $t_{total} = 0,47$ s na laminação assimétrica.

5.2.4 Distribuição de Temperatura

Na Figura 57 é apresentada a distribuição de temperatura ao longo do comprimento normalizado das chapas nas superfícies externas e nos planos centrais para a laminação simétrica e laminação assimétrica. Em ambos os casos, ao entrar em contato com os cilindros que se encontram em temperatura ambiente, as superfícies externas sofrem uma brusca queda de temperatura. A queda de temperatura também é observada para os planos centrais, porém de forma menos acentuada. Ao perder o contato, tanto as superfícies externas quanto a região central recuperam parcialmente a temperatura, o que pode ser explicado pelo calor gerado

durante a deformação plástica. Para as superfícies superior e inferior a recuperação de temperatura (ganho de calor) é inicialmente mais acentuada até alcançar um equilíbrio com o plano central da chapa.

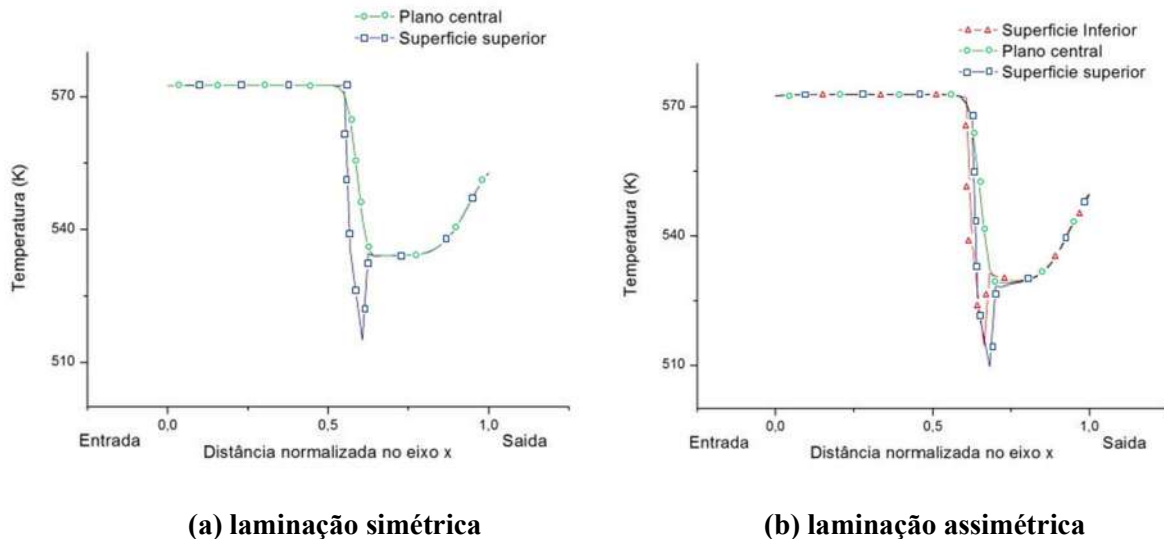


Figura 57 - Distribuição de temperatura ao longo do comprimento normalizado da chapa para $t_{total} = 0,47$ s.

Outro fato que pode ser observado na Figura 57 (b) é que a superfície inferior da chapa laminada assimetricamente tem uma queda de temperatura ligeiramente menor que a superfície superior e isto pode ser explicado pela maior geração de calor nesta superfície devido ao seu maior nível de deformação plástica, conforme observado na Figura 55 (b).

5.3 Simulações Experimentais - Laminações Simétricas e Assimétricas em Único Passe

Na Figura 58 são apresentadas as amostras laminadas simétrica e assimetricamente com redução planejada de 20% na espessura à 22 °C (*Room Temperature* - RT), 100 °C, 200 °C, 300 °C e 400 °C. As setas marcadas nas superfícies em contato com o cilindro superior indicam a direção de laminação e o sentido de entrada das amostras no laminador. À temperatura ambiente (RT), parte da amostra laminada simetricamente (SR-RT) fraturou em diversos pedaços enquanto a amostra assimetricamente laminada (AR-RT) apresentou apenas algumas trincas nas bordas. Isto pode ser um indicativo de que no processo assimétrico mais mecanismos de deformação foram ativados retardando a falha do material.

Para 100 °C, uma única fratura ocorreu na parte inicial das chapas laminadas tanto

simetricamente quanto assimetricamente (SR-100 e AR-100). Por outro lado, as amostras laminadas a 200 °C (SR-200 e AR-200), 300 °C (SR-300 e AR-300) e 400 °C (SR-400 e AR-400) não apresentaram fraturas ou trincas aparentes, o que indica que para estas temperaturas fenômenos de restauração da microestrutura como recuperação e recristalização e/ou mecanismos adicionais de deformação em relação àqueles ativados em menores temperaturas estiveram presentes.



Figura 58 – Amostras laminadas em único passe, com redução planejada de 20% da espessura, em condições simétrica (SR) e assimétrica (AR) e diferentes temperaturas (RT, 100 °C, 200 °C, 300 °C e 400 °C).

Para estes experimentos a abertura entre os cilindros foi planejada para alcançar 20% de redução na espessura das amostras, ou seja, as amostras deveriam ser reduzidas de 4,2 mm a 3,36 mm de espessura. No entanto, as espessuras alcançadas foram ligeiramente distintas, conforme mostrado na Tabela 21. Nota-se que à medida em que a temperatura aumenta as reduções alcançadas se tornam ligeiramente maiores, provavelmente devido à maior

disponibilidade de mecanismos ativos para deformação e/ou ainda fenômenos de restauração, conforme já discutido anteriormente.

Tabela 21 – Espessuras finais e redução de espessura reais alcançadas pelas chapas laminadas em único passe.

Amostra	Espessura Final (mm)	Redução Alcançada (%)
SR-RT	3,55	15,5%
AR-RT	3,55	15,5%
SR-100	3,50	16,7%
AR-100	3,50	16,7%
SR-200	3,50	16,7%
AR-200	3,50	16,7%
SR-300	3,50	16,7%
AR-300	3,50	16,7%
SR-400	3,40	19,0%
AR-400	3,40	19,0%

As amostras laminadas em único passe foram retiradas da chapa A da liga de Mg AZ31, cuja microestrutura inicial, apresentada na Figura 59 (a), é composta de grãos equiaxiais com tamanho de grão entre 3-75 μm , conforme distribuição apresentada na Figura 59 (b).

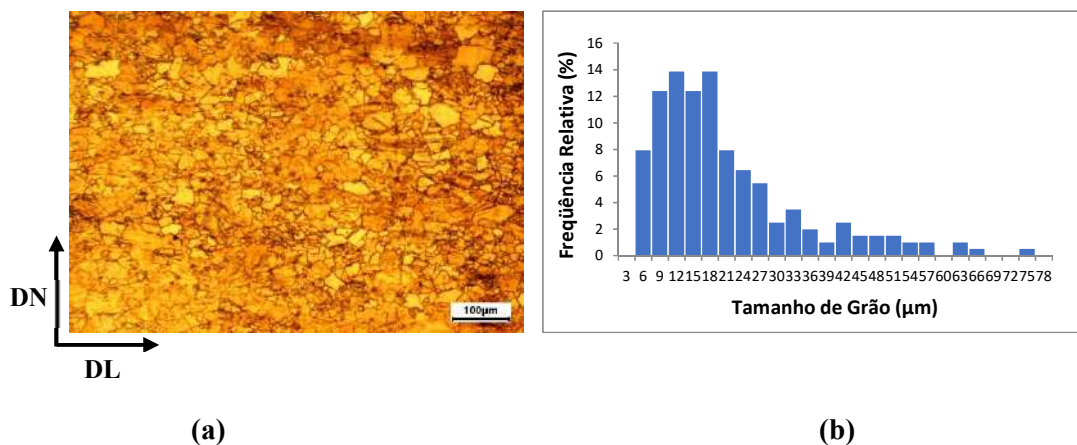


Figura 59 – (a) Microestrutura e (b) distribuição do tamanho de grão da chapa A no estado inicial tomados ao meio da DN.

Micrografias ópticas obtidas em regiões próximas ao meio da espessura das chapas

laminadas estão apresentadas nas Figuras 60 e 61.

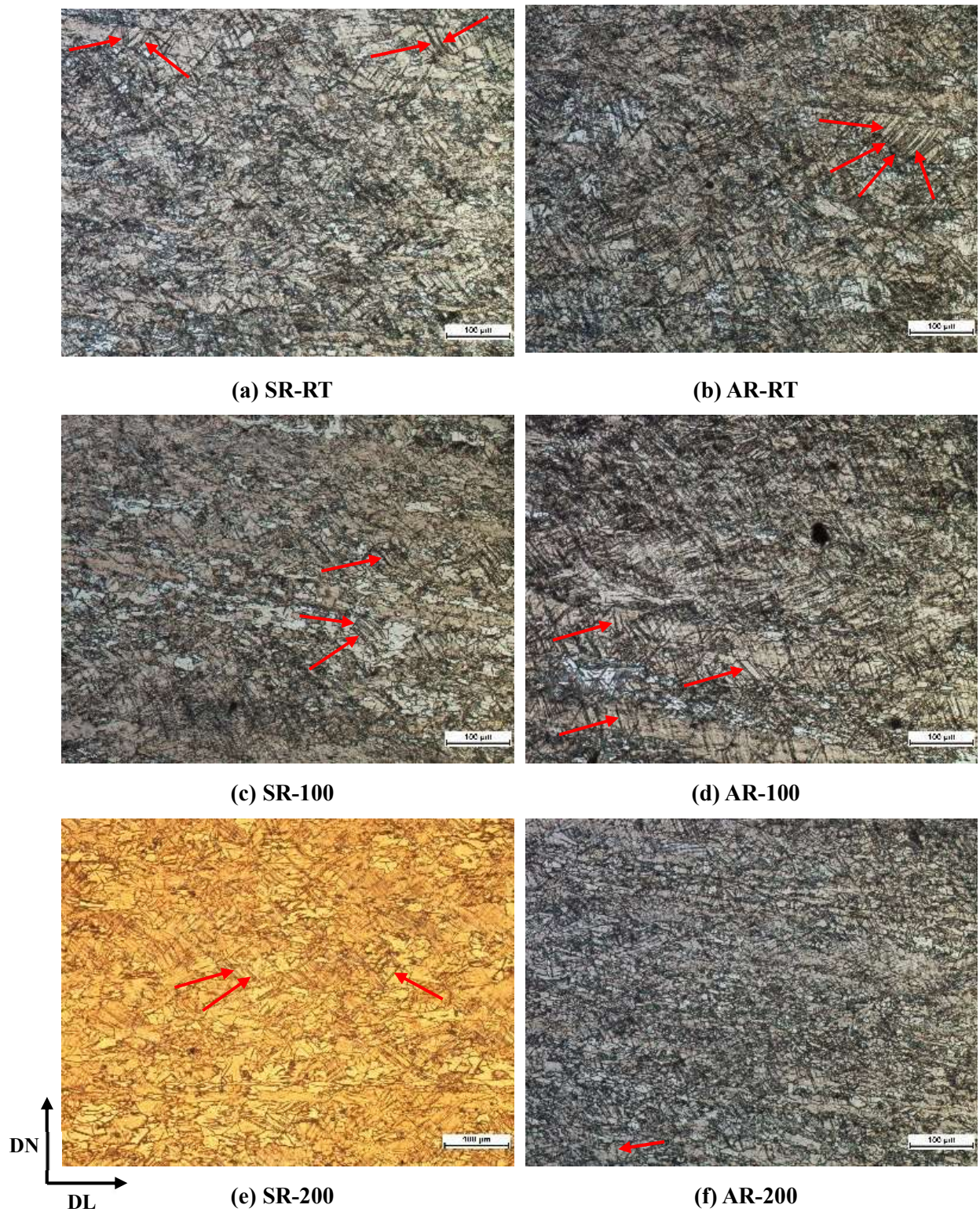


Figura 60 – Micrografias ópticas das amostras processadas por laminação simétrica (SR) e laminação assimétrica (AR) nas condições de temperatura ambiente, 100 °C e 200 °C.

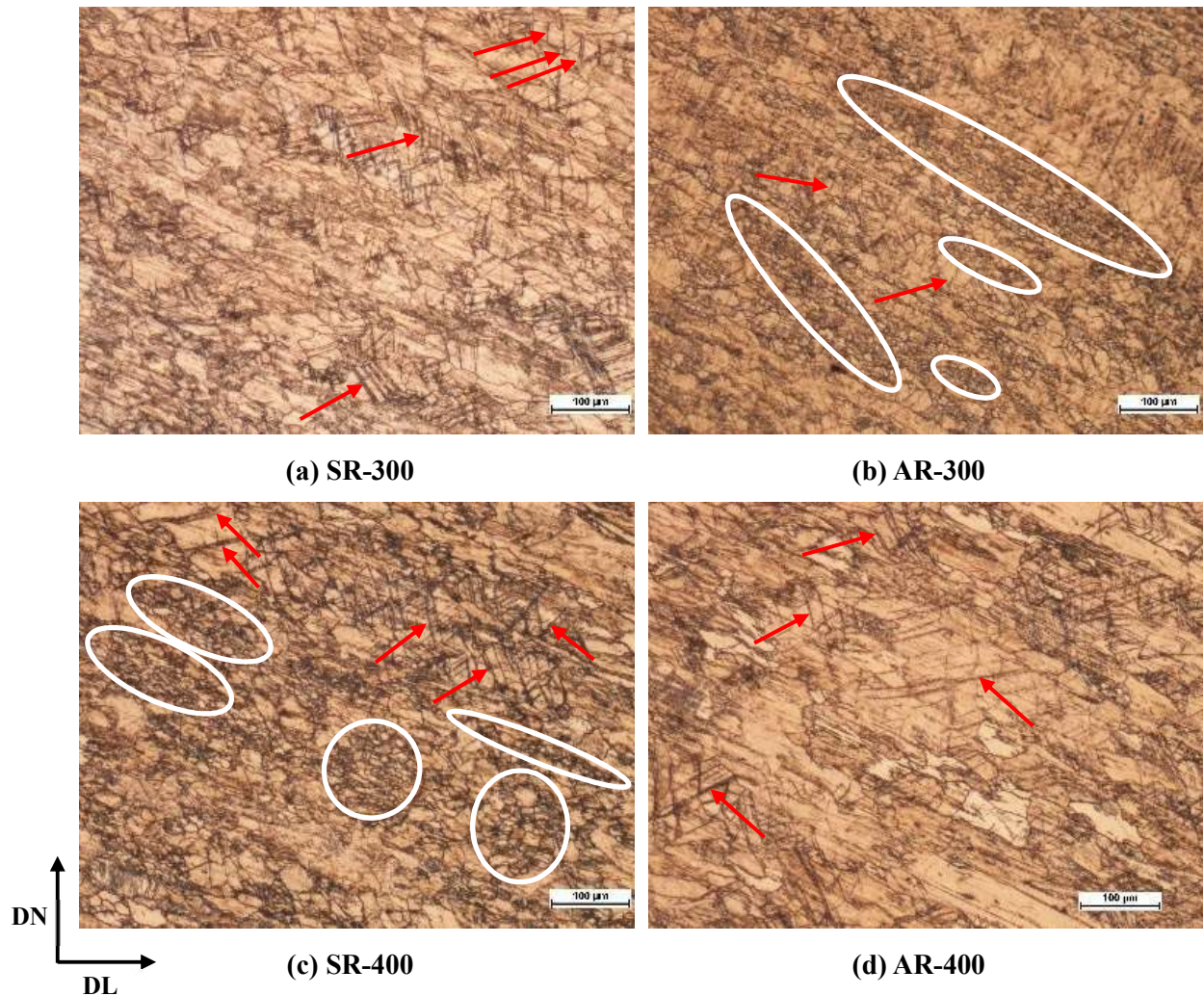


Figura 61 - Micrografias ópticas das amostras processadas por laminação simétrica (SR) e laminação assimétrica (AR) nas condições de temperatura de 300 °C e 400 °C.

Maclas de deformação, algumas delas indicadas pelas setas vermelhas nas Figuras 60 e 61, são observadas em todas as microestruturas laminadas, demonstrando que ao menos um sistema de maclação atuou durante a deformação. Isto é perfeitamente compreensível para as ligas de magnésio, já que para elas a maclação é um mecanismo de deformação extremamente importante.

Para ambos os processos (simétrico e assimétrico), é possível notar de forma visual e qualitativa nas Figuras 60 e 61 que aparentemente a densidade de maclas de deformação diminui com o aumento da temperatura. Este fato é coerente uma vez que mecanismos de restauração da microestrutura como a recuperação e recristalização tendem a ocorrer com o aumento da temperatura facilitando a continuação da deformação por deslizamento de planos. Adicionalmente, o aumento de temperatura pode ativar planos de deslizamento não-basais pela

diminuição da tensão de cisalhamento crítica resolvida destes planos. Portanto, com o aumento da disponibilidade de sistemas de deslizamento, a necessidade de ativação de sistemas de maclação diminui.

Para as temperaturas RT, 100 °C e 200 °C, as amostras laminadas assimetricamente, vide Figuras 60 (b), (d) e (f), aparentemente apresentam maior densidade de maclas mecânicas e/ou grãos mais deformados quando comparadas às amostras simetricamente laminadas, vide Figuras 60 (a), (c) e (e). Isto pode ser explicado pelo fato de que, apesar de apresentarem reduções de espessura praticamente iguais, a deformação efetiva total nas amostras laminadas assimetricamente em tese foi maior devido à componente de deformação cisalhante consequente da assimetria do processo.

À 300 °C para a amostra laminada assimetricamente é possível observar regiões bastante refinadas, algumas destas indicadas pelas elipses brancas na Figura 61 (b), o que pode ser um indicativo de recristalização. Para o processo simétrico regiões de grãos refinados também são observadas, algumas delimitadas pelas elipses brancas na Figura 61 (c), porém apenas para a temperatura de 400 °C. De fato, a hipótese destas regiões tratar-se de regiões recristalizadas é bastante coerente, pois confirmaria a capacidade do processo de laminação assimétrica em introduzir um maior nível de deformação comparado ao processo convencional. Com maior deformação acumulada, a amostra laminada assimetricamente teria uma temperatura de recristalização abaixo daquela laminada simetricamente. Contudo, vale destacar que, apesar de um indicativo visual, a confirmação da ocorrência do fenômeno de recristalização depende de técnicas mais avançadas de microscopia eletrônica, por exemplo, que estão fora do escopo desta análise.

A seguir, na Figura 62, estão apresentados os valores de microdureza Vickers encontrados para as amostras laminadas em função da temperatura de laminação. Vale ressaltar que o material em condição inicial apresentou dureza média igual a 60 HV. Os valores de dureza alcançados após laminação podem ser entendidos como resultado da concorrência entre os fenômenos de encruamento (com efeito endurecedor) e de restauração (com efeito amolecedor). Para ambos os casos, simétrico e assimétrico, as amostras laminadas à temperatura ambiente experimentam substancial elevação da dureza em relação ao valor de dureza inicial. À medida em que a temperatura de laminação aumenta, o menor grau de encruamento, podendo estar aliado a fenômenos de restauração da microestrutura (como recuperação e/ou recristalização), faz com que os valores de dureza alcançados passem a ser menores.

Na Figura 62 é possível ainda observar que, apesar dos valores de dureza das amostras laminadas simétrica e assimetricamente em cada temperatura serem bastante próximos se considerarmos o intervalo do desvio padrão, há uma tendência dos valores médios de dureza das amostras assimetricamente laminadas estarem sempre acima daqueles valores médios observados para as amostras laminadas convencionalmente, indicando que o processo assimétrico gera maior grau de encruamento no material.

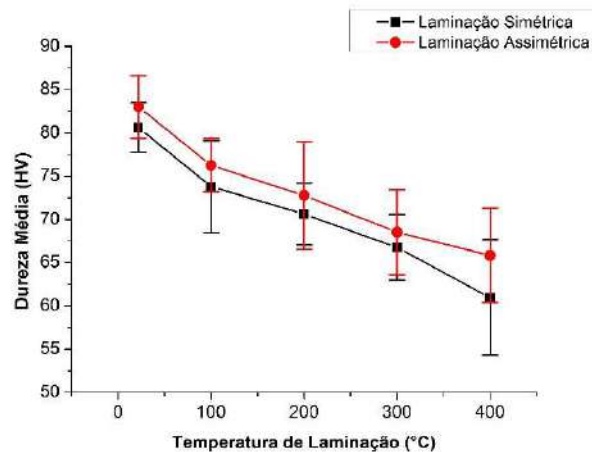


Figura 62 - Dureza em função da temperatura de laminação para as amostras laminadas em único passe.

As figuras de polo para o plano basal (0002), planos prismáticos ($10\bar{1}0$) e ($11\bar{2}0$) e planos piramidais ($10\bar{1}1$) e ($10\bar{1}2$) do material como recebido (chapa A) estão apresentadas na Figura 63. A componente de textura basal (0002) para o material como recebido apresenta um duplo pico inclinado da direção normal (DN) em direção a direção de laminação (DL) com uma máxima intensidade de 4,80. Esses picos apresentam uma forma alongada, espalhada ao longo da direção de laminação entre $\sim\pm 60^\circ$ e $\sim\pm 90^\circ$ a partir da direção normal (DN). Essa componente de textura (0002) não é completamente desfavorável ao escorregamento de planos basais pela compressão na direção normal, uma vez que os planos basais não se encontram completamente inclinados a 90° da direção de compressão durante a laminação. Desta forma, a tensão de cisalhamento resolvida para muitos planos basais é diferente de zero. O material como recebido apresenta uma forte componente de textura ($10\bar{1}0$) com duplo pico de máxima intensidade de 8,98, inclinado 90° de DN à direção transversal (DT). Ou seja, os planos prismáticos ($10\bar{1}0$) estão preferencialmente alinhados paralelamente à superfície DL-DN. É importante observar

que o sistema de deslizamento prismático é o segundo sistema de deslizamento preferencialmente ativado [80] e pode ser encarado como um sistema de deslizamento importante para a continuação da deformação plástica quando os sistemas basais de deslizamento e os sistemas de maclação são exauridos.

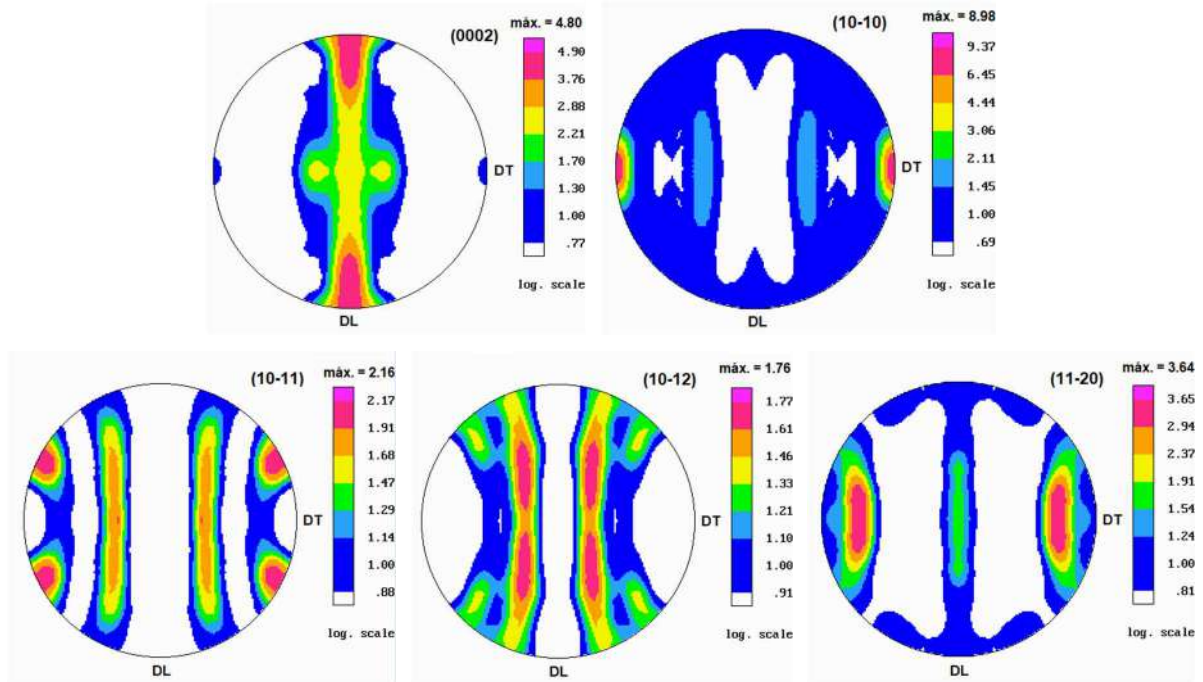


Figura 63 – Figuras de polo (0002), (10 $\bar{1}0$), (10 $\bar{1}1$), (10 $\bar{1}2$) e (11 $\bar{2}0$) da chapa A da liga AZ31 no estado como recebido.

Tanto para a laminação simétrica quanto assimétrica os menores valores de intensidade da componente de textura basal (0002) foram alcançados à temperatura ambiente, vide Figura 64, e à medida em que a temperatura aumentou para 100 °C e depois 200 °C a intensidade da componente (0002) também foi incrementada gradativamente. Nota-se na Figura 60 que para estas menores temperaturas (RT, 100 °C e 200 °C) o mecanismo de maclação é extremamente importante, visto que a densidade de maclas para estas microestruturas é muito acentuada. É possível observar na Figura 60 que a fração destas maclas decresce no sentido inverso da intensidade da textura basal. Ou seja, à medida em que a temperatura aumenta de RT→100 °C→200 °C, a fração de maclas decresce e a intensidade da componente basal aumenta.

De fato, as maclas parecem ter forte influência sobre a intensidade da componente de

textura (0002). Guo e Fujita [81] laminaram a liga AZ31 em diferentes temperaturas e observaram que a maior fração de maclas de tração do tipo $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ em determinada amostra era uma razão para a reduzida intensidade da componente (0002). Este tipo de macla é facilmente formado nas ligas de magnésio, sobretudo nas temperaturas utilizadas neste trabalho (entre RT e 200 °C), devido ao seu baixo valor de tensão de cisalhamento crítico comparado ao de sistemas adicionais de deslizamento não-basais ou outros sistemas de maclação nessas temperaturas. Portanto, a provável presença destas maclas nas amostras aqui laminadas a RT, 100 °C e 200 °C pode explicar a tendência de redução da intensidade basal com a redução da temperatura. Comparando os efeitos das diferentes rotas de processamento, a amostra laminada assimetricamente à temperatura ambiente (AR-RT) apresentou intensidade da componente (0002) ligeiramente maior que a amostra simetricamente laminada. Por outro lado, para as laminações a 100 °C e 200 °C a intensidade da componente de textura basal é menor para as amostras laminadas assimetricamente.

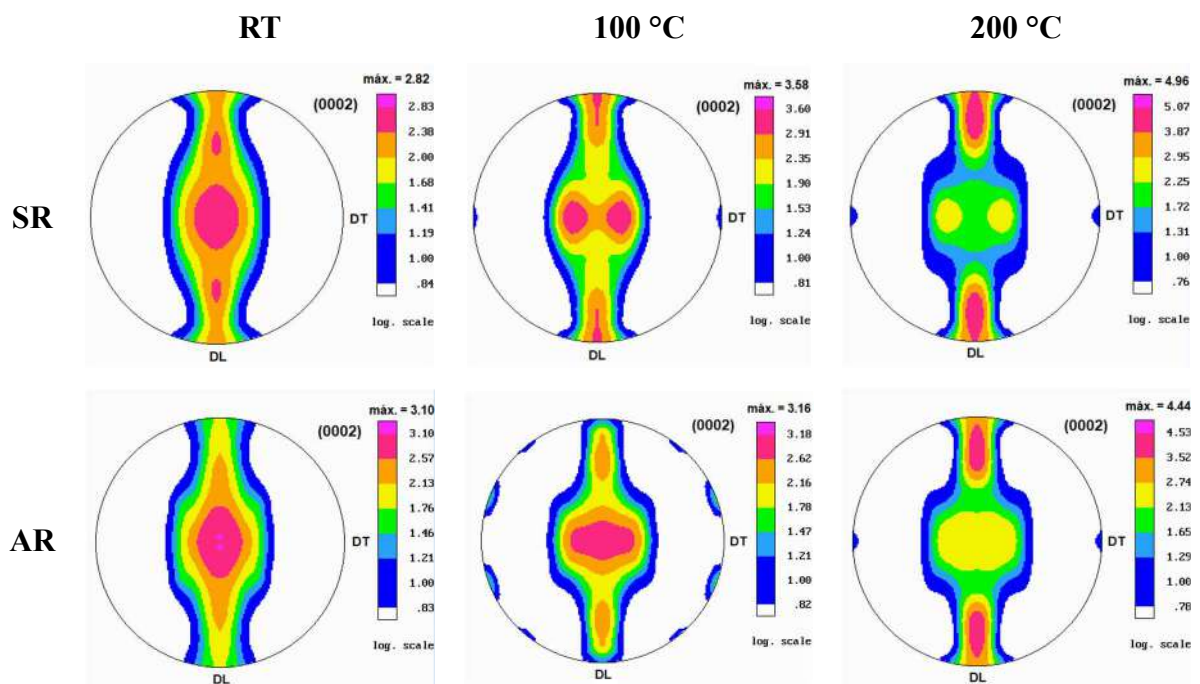


Figura 64 – Figuras de polo (0002) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) a RT, 100 °C e 200 °C.

Para as temperaturas maiores, 300 °C e 400 °C, parece que o efeito das maclas sobre a intensidade da componente de textura basal (Figura 65) não é mais dominante como observado

nas temperaturas mais baixas e a tendência anterior de aumento da intensidade (0002) com o aumento da temperatura não é mais evidenciada. Provavelmente, outros sistemas de deformação e/ou outros fenômenos presentes, como recuperação e recristalização, passam estar presentes e exercer influência sobre a intensidade da componente basal. De fato, as amostras que apresentaram regiões refinadas, SR-400 e AR-300, apresentaram componente de textura (0002) com picos distribuídos de forma similar à condição inicial do material, porém com intensidade bastante acentuada. Isto pode ser indicativo de recristalização descontínua, em que novos grãos recristalizados assumiram a orientação dos grãos originais [82].

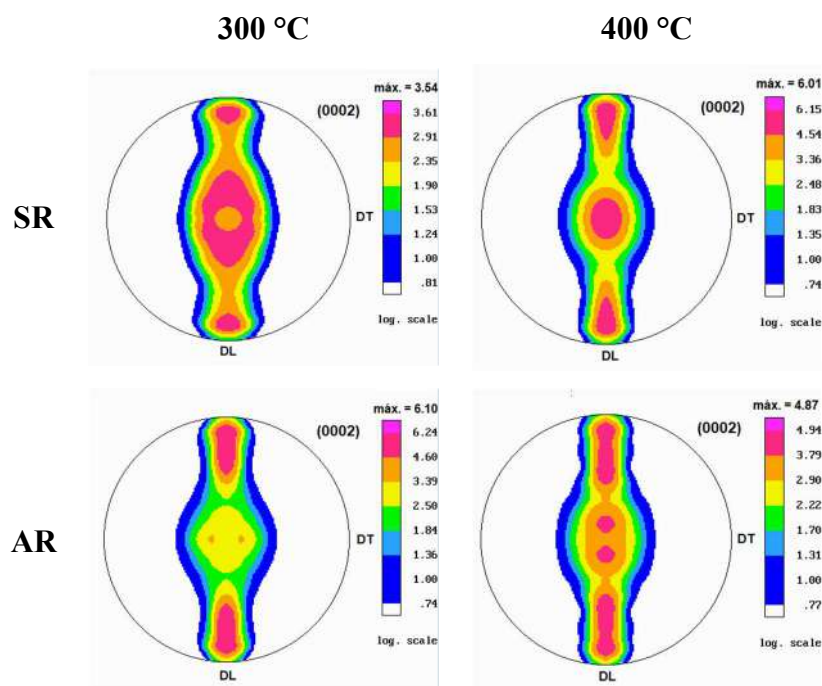


Figura 65 – Figuras de polo (0002) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) a 300 °C e 400 °C.

Nas Figuras 64 e 65 é possível ainda observar que a laminação causou não somente variação na intensidade da componente de textura basal (0002) mas também alteração da forma desta componente em relação àquela do estado como recebido foi observada para algumas condições. Um forte efeito da temperatura sobre a forma da componente de textura (0002) foi observado, o que pode ser justificado pela ativação de diferentes sistemas de deformação para cada temperatura.

À temperatura ambiente, vide Figura 64, significativa reorientação dos picos basais em

direção à DN (Direção Normal) é observado para ambos os processos. De acordo com Wang e Huang [29], o alinhamento da componente (0002) com a DN durante laminação pode ser entendido pela operação de sistemas de deslizamentos em planos basais. Como visto na Figura 63, a amostra laminada assimetricamente (AR-RT) experimentou uma reorientação dos planos basais um pouco mais pronunciada, exibindo um único pico de intensidade de 3,10 com o eixo c dos cristais preferencialmente alinhados à DN.

No caso simétrico (SR-RT), além do pico alinhado à DN, dois pequenos picos inclinados em direção à DL (Direção de Laminação) permanecem. A amostra laminada assimetricamente a 100 °C (AR-100) tem uma componente (0002) com um único pico alinhado a DN e espalhada ao longo da DT (Direção Transversal) até $\sim\pm 30^\circ$. Para a amostra SR-100 a componente (002) é similar àquela da amostra AR-100. No entanto, o pico se encontra dividido em duas partes inclinadas a $\sim\pm 30^\circ$ de DN a DT.

Jia *et al.* [83] também observaram polos basais ligeiramente espalhados ao longo de DT após laminação para a liga AZ31 e associou este fenômeno à ação de sistemas de deslizamento prismáticos. A 200 °C, 300 °C e 400 °C pouca ou nenhuma modificação ocorreu na forma da componente (0002) em comparação com a condição do material como recebido, que permaneceu com picos espalhados ao longo da direção de laminação.

Quanto à influência da assimetria sobre a forma da componente (002), de uma forma geral, pouca diferença foi observada entre os processos simétrico e assimétrico, indicando que provavelmente houve pouca diferença nos mecanismos de deformação atuantes entre um processo e outro.

Alguns autores [13,84] têm observado diferenças mais pronunciadas, principalmente em relação à intensidade, entre as componentes de textura basal para condições simétrica e assimétrica de laminação quando comparado com as diferenças aqui observadas, o que pode estar relacionado à textura inicial do material. Li e Qi [85] observaram que a orientação relativa entre a direção de compressão da laminação e os planos basais tem considerável influência não somente na ativação de sistemas de deslizamento, mas também na ativação dos diferentes tipos de sistemas de maclação. Durante a laminação assimétrica de um material com componente basal orientada de forma completamente desfavorável com respeito ao eixo de compressão, é esperada a ativação de alguns sistemas de deslizamento/maclação que não são ativados durante a laminação simétrica por causa do baixo fator de Schmid. Por outro lado, quando o material não apresenta uma componente basal completamente desfavorável em relação ao eixo de compressão, a probabilidade de que os mesmos sistemas de deslizamento/maclação sejam

ativados em ambos os processos é muito maior.

Para a componente de textura $(10\bar{1}0)$, vide Figura 66, nenhuma reorientação dos picos é observada, no entanto um considerável enfraquecimento desta componente é verificado para as amostras SR-RT, AR-RT e SR-300, onde a menor intensidade (3,55) foi observada para a condição assimétrica à temperatura ambiente. As demais componentes de textura não apresentaram modificações significativas após laminações, como pode ser notado nas Figuras 67-69.

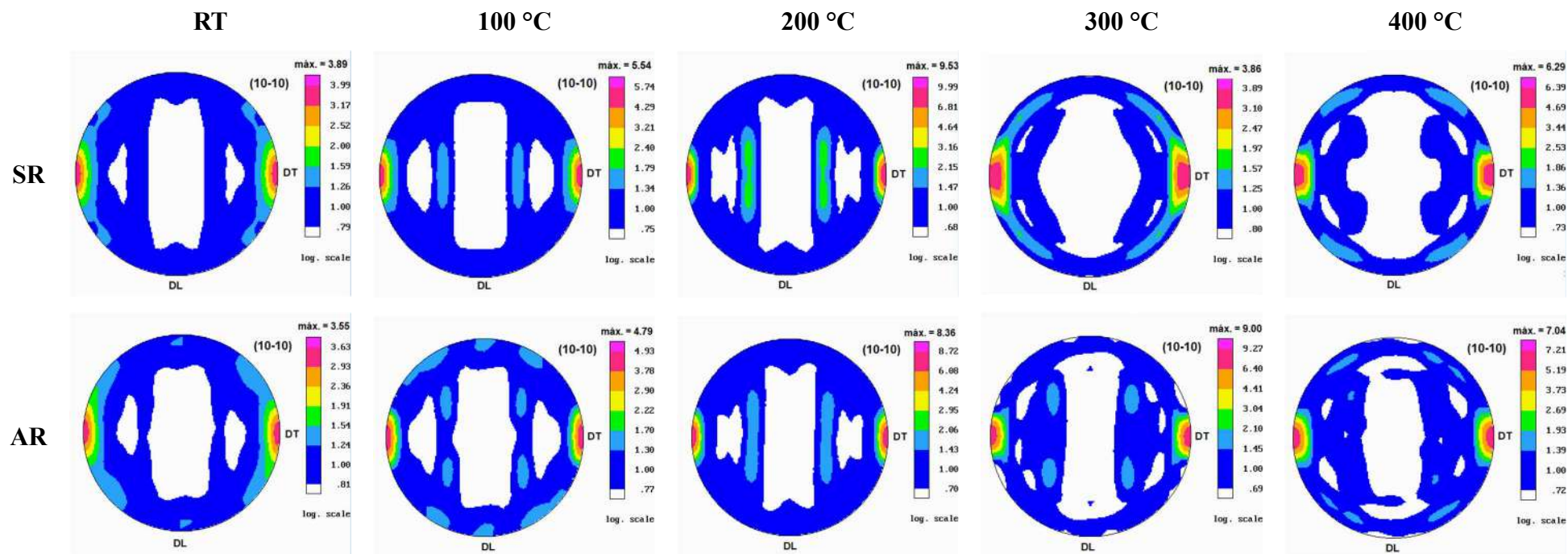


Figura 66 – Figuras de polo $(10\bar{1}0)$ das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) em diferentes temperaturas.

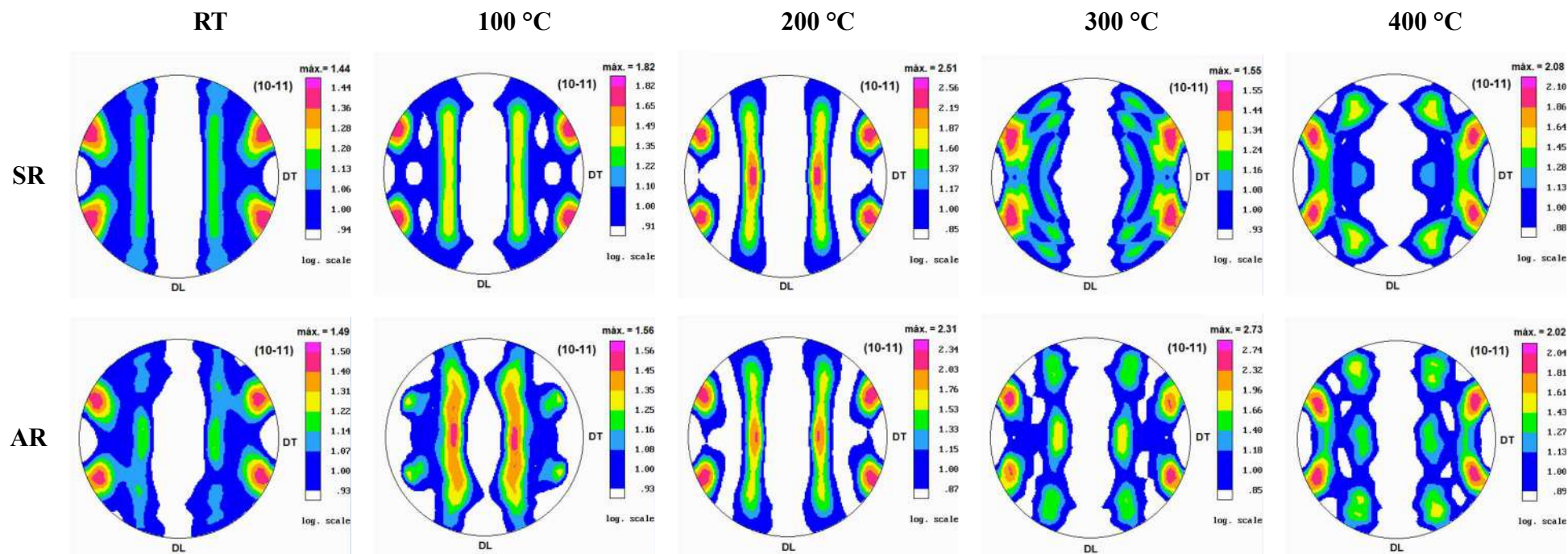


Figura 67 – Figuras de polo $(10\bar{1}1)$ das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) em diferentes temperaturas.

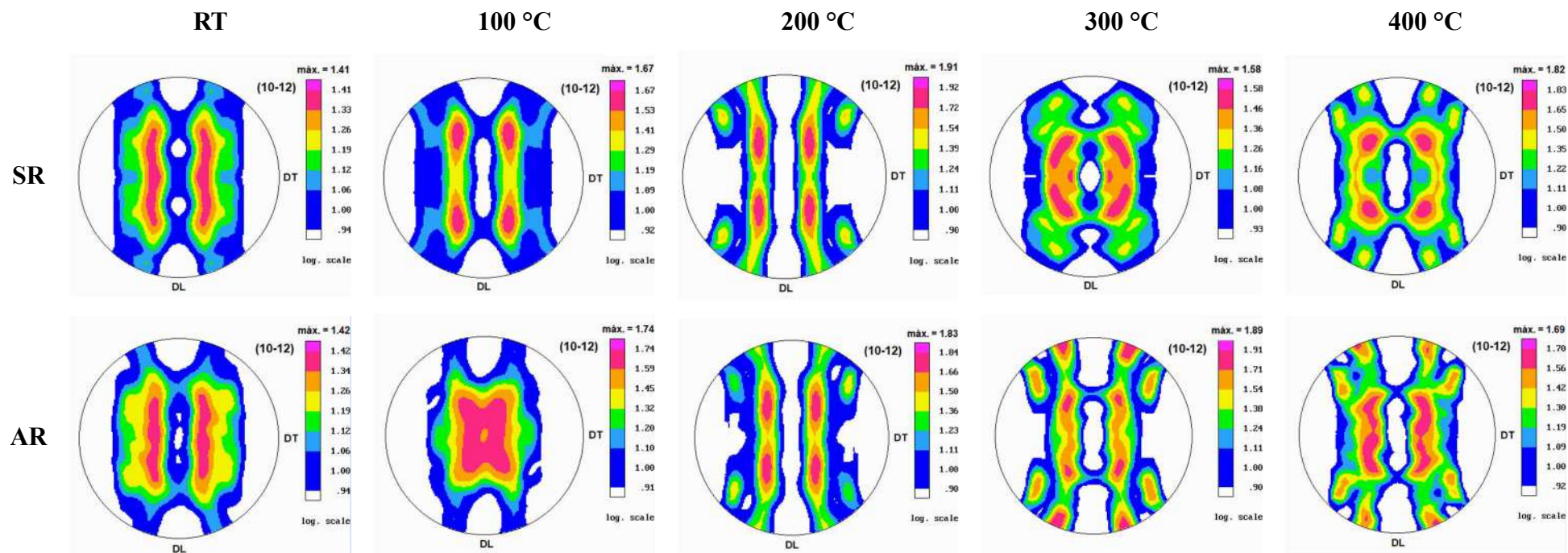


Figura 68 – Figuras de polo (10 $\bar{1}2$) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) em diferentes temperaturas.

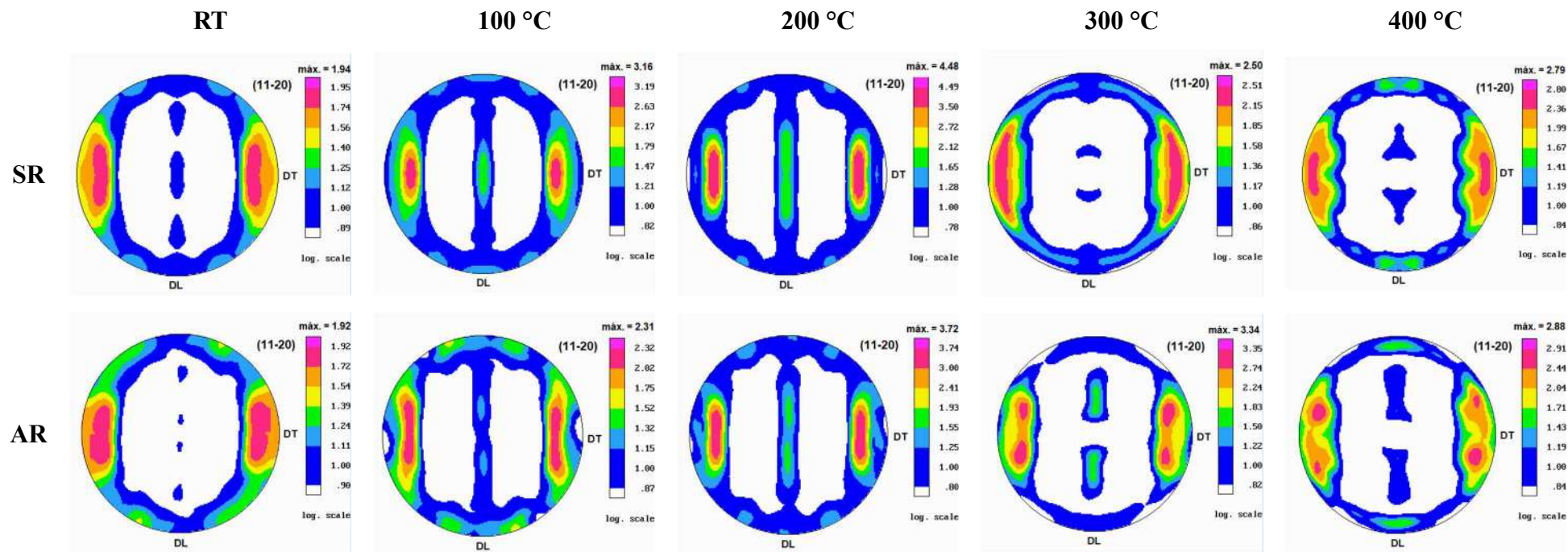


Figura 69 – Figuras de polo (11 $\bar{2}$ 0) das amostras laminadas simétrica (SR) e assimetricamente (AR) em diferentes temperaturas.

5.4 Simulações Experimentais - Laminações em Múltiplos Passes

As amostras laminadas em múltiplos passes foram retiradas da chapa B, cuja microestrutura e distribuição do tamanho de grão na região central da espessura estão apresentadas na Figura 70. A microestrutura é constituída majoritariamente por grãos equiaxiais, contendo alguns grãos alongados. Devido a esta heterogeneidade na microestrutura, o tamanho de grão foi tomado separadamente para os grãos equiaxiais (4-70 μm) e para os grãos alongados (17-83 μm).

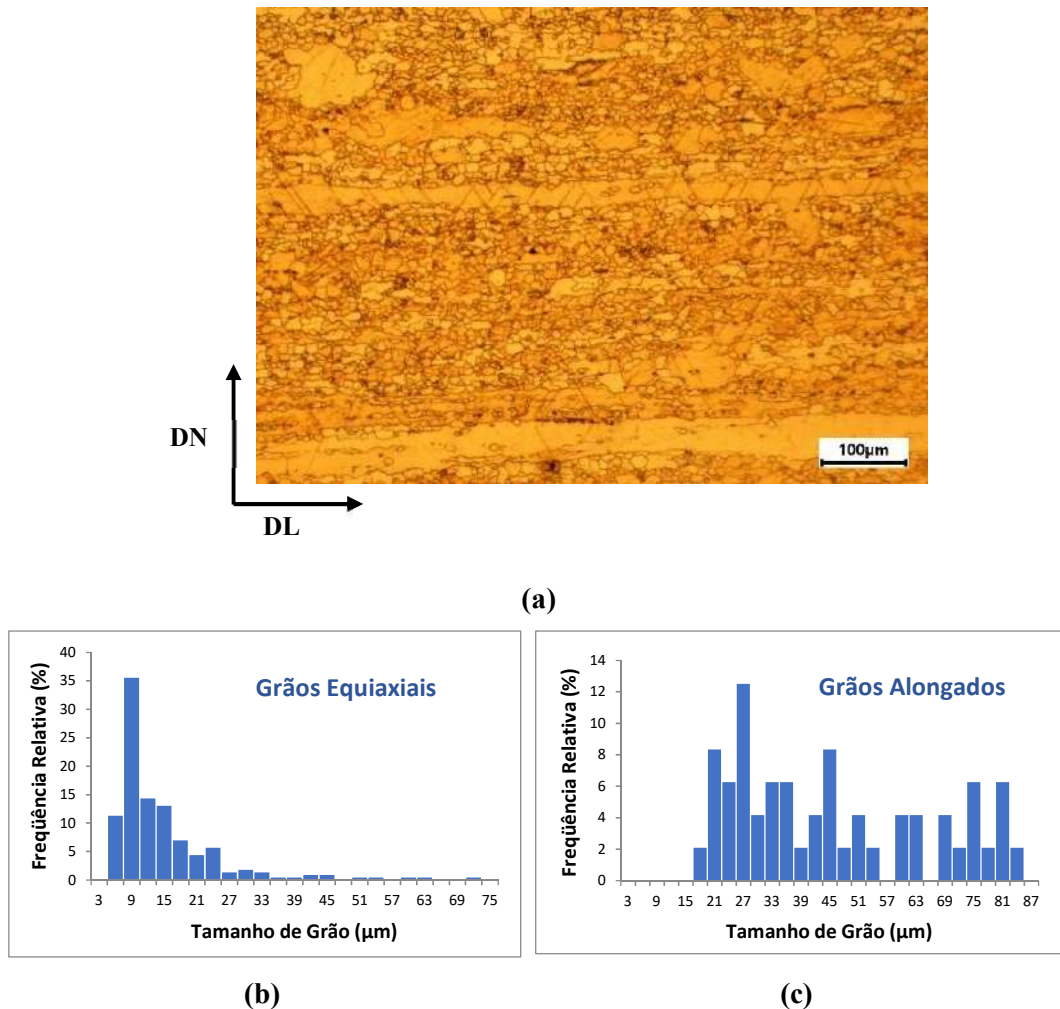


Figura 70 – (a) Microestrutura e distribuição do tamanho dos grãos (b) equiaxiais e (c) alongados, tomados ao meio da DN da chapa B da liga AZ31 no estado como recebido.

Na Figura 71 é apresentada a figura de polo (0002) para a chapa B no estado inicial, na qual observam-se dois picos alinhados a $\sim 90^\circ$ de DN em direção a DL, forma similar àquela

observada para a chapa A. Contudo, foi observado um alto valor de intensidade máxima (10,38) para a chapa B.

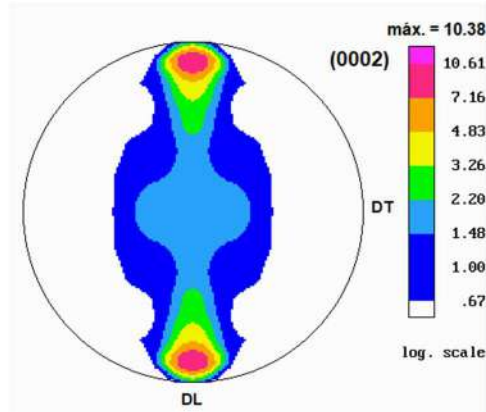


Figura 71 – Figura de polo (0002) para a chapa B da liga AZ31 no estado como recebido.

Na Figura 72 é apresentada a curva de engenharia tensão-deformação obtida do ensaio de tração uniaxial a 90° em relação à DL para a chapa B no estado como recebido, enquanto na Tabela 22 são resumidas as propriedades mecânicas obtidas em tração uniaxial, a saber, limite de escoamento (σ_y), limite de resistência (σ_{LR}) e alongamento. É possível observar na curva tensão-deformação que a região plástica parece estar dividida em dois estágios, até 5% de deformação e após 5%. Isto se deve à interpolação entre os dados obtidos pelo extensômetro até 5% de deformação e os dados de deslocamento do travessão da máquina após esse ponto.

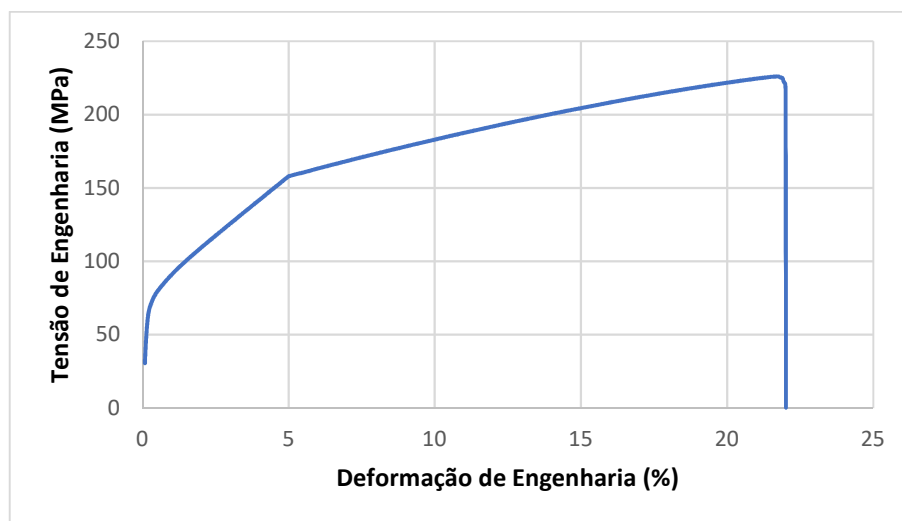


Figura 72 – Curva tensão-deformação de engenharia: chapa B da liga AZ31 no estado como recebido.

Tabela 22 – Propriedades mecânicas a tração da chapa B da liga AZ31 no estado como recebido.

σ_y (MPa)	σ_{LR} (MPa)	Alongamento (%)
77	226	22%

Na Figura 73 são mostradas as amostras laminadas em múltiplos passes, para as quais as setas marcadas na superfície superior das amostras indicam a direção e sentido de entrada das mesmas no laminador. Nota-se que nenhuma das amostras apresentou defeitos aparentes.



Figura 73 – Amostras laminadas em múltiplos passes conforme planejamento estatístico de experimentos.

A redução de espessura planejada para todas as amostras foi de 50%, ou seja, uma redução de 4,2 mm para 2,1 mm de espessura. No entanto, as reduções alcançadas foram inferiores, variando entre uma amostra e outra a depender principalmente da temperatura de laminação, assim como foi observado para a laminação em único passe. Na Tabela 23 estão listadas as reduções de espessura alcançadas para cada experimento. É importante notar que os experimentos D15 a D20 tratam-se de repetições nos valores centrais dos parâmetros. Entretanto, as amostras D19 e D20 sofreram redução de espessura substancialmente menores em comparação às reduções de espessura dos demais experimentos no ponto central. Portanto,

optou-se por excluir as amostras D19 e D20 e seguir, então, as análises utilizando um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) com apenas 4 repetições no ponto central.

Tabela 23 - Espessuras finais e redução de espessura reais alcançadas pelas chapas laminadas em múltiplos passes.

Experimento	Temperatura (°C)	Razão de Assimetria	Nº Passes	Espessura Final (mm)	Redução Alcançada (%)
D1	150	1,17	5	2,85	33
D2	350	1,17	5	2,55	40
D3	150	1,67	5	2,85	33
D4	350	1,67	5	2,65	37
D5	150	1,17	9	2,65	37
D6	350	1,17	9	2,30	45
D7	150	1,67	9	2,70	36
D8	350	1,67	9	2,30	45
D9	82	1,4	7	2,65	37
D10	418	1,4	7	2,4	43
D11	250	1	7	2,55	40
D12	250	1,82	7	2,65	37
D13	250	1,4	4	2,75	35
D14	250	1,4	10	2,6	38
D15	250	1,4	7	2,6	38
D16	250	1,4	7	2,6	38
D17	250	1,4	7	2,5	40
D18	250	1,4	7	2,55	40
D19	250	1,4	7	2,8	33
D20	250	1,4	7	2,7	36

Nos subtópicos a seguir são discutidas as análises de influência dos parâmetros de laminação, a saber, temperatura, razão de assimetria (w_1/w_2) e número de passes sobre a microestrutura, textura e propriedades mecânicas finais para as amostras da liga AZ31.

O software STATISTICA, com o qual foram realizadas as análises, disponibiliza quatro modelos para ajuste dos dados experimentais. Estes modelos são: termos lineares com efeitos principais (L1), termos lineares e quadráticos com efeitos principais (LQ1), termos lineares com efeitos principais e interações de segunda ordem (L1+2) e termos lineares e quadráticos com efeitos principais e interações de segunda ordem (LQ1+2). Para cada variável dependente, foram testados os quatro modelos e, em seguida, a qualidade do ajuste foi analisada pelos

valores do coeficiente de determinação (R^2) e da soma dos quadrados dos erros (SS).

5.4.1 Influência dos parâmetros sobre a microestrutura

A microestrutura das amostras laminadas em múltiplos passes foram basicamente analisadas em termos da distribuição do tamanho de grão. Para isso foram utilizados dois parâmetros: tamanho médio de grão e porcentagem de grãos finos. A análise deste último parâmetro foi realizada com intuito de avaliar os parâmetros que gerem melhores condições de refinamento em conjunto com a homogeneidade microestrutural na amostra. Este procedimento foi adotado, mesmo que de forma limitada já que não foram utilizadas técnicas para determinação de fração recristalizada e/ou contornos de alto ângulo, admitindo-se como grãos finos aqueles que possuem diâmetro médio de até 10 μm .

Vale destacar que durante a caracterização microestrutural das amostras via MEV-BSD, foram observados, para praticamente todas as amostras, possíveis precipitados, destacados na Figura 74. No entanto, durante uma análise realizada via EDS detectou-se que as proporções dos elementos Mg, Al, Zn e Mn eram similares à composição química nominal da liga AZ31. Isto pode ser indicativo de que não se trata de precipitados, no entanto tal confirmação dependeria de análises mais precisas. Como a análise de precipitados não faz parte do escopo do trabalho, investigações mais detalhadas neste sentido não foram realizadas.

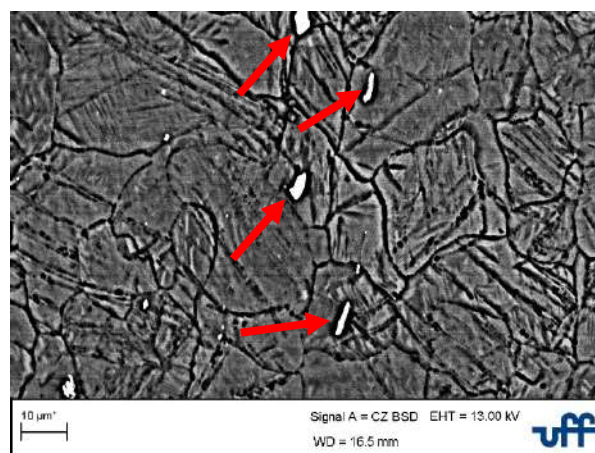


Figura 74 – Micrografia da amostra D4 obtida via MEV-BSD destacando possíveis precipitados.

5.4.1.1 Influência dos parâmetros sobre o tamanho de grão

Na Tab. 24 estão listados os resultados obtidos na análise de variância para a variável tamanho médio de grão utilizando os quatro modelos de ajuste disponíveis.

Tabela 24 – Resultados da análise de variância para o tamanho médio de grão.

	Modelos de Ajuste para DCCR			
	L1	LQ1	L1+2	LQ1+2
R²	0,562	0,654	0,616	0,707
SS	110	87	97	74

O modelo que melhor se ajustou foi aquele contendo termos lineares e quadráticos com efeitos principais e interações de segunda ordem, podendo explicar 70,7 % da variável tamanho médio de grão. No entanto, analisando o gráfico de pareto na Figura 75, observa-se que apenas o efeito principal da temperatura é significativo ($p < 0,05$), através do termo linear.

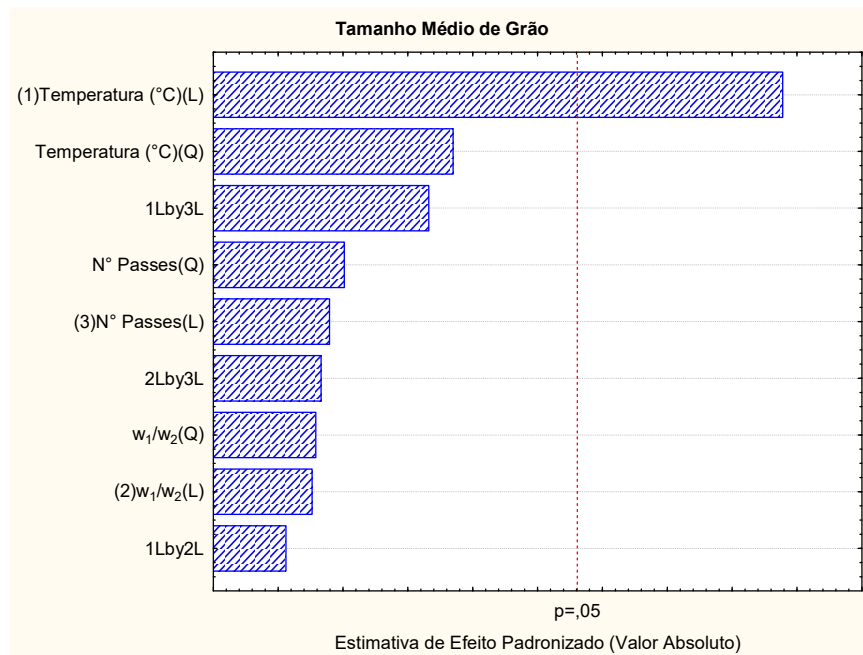


Figura 75 – Gráfico de Pareto para o ajuste do tamanho médio de grão utilizando o modelo LQ1+2.

Nas Figuras 76 e 77 são apresentados os gráficos de contorno para análise dos valores ótimos dos parâmetros de laminação sobre o tamanho de grão, utilizando-se o modelo LQ1+2. A distribuição apresentada na Figura 76 confirma a informação já obtida do gráfico de pareto de que a temperatura tem influência significativa sobre o tamanho de grão, porém, o valor da razão de assimetria não exerce influência. Pode-se considerar que os menores valores de tamanho de grão, $<16 \mu\text{m}$, indicados pelos tons verdes no gráfico da Figura 76, estão relacionados a temperaturas baixas limitadas a valores próximos ao ponto central, ou seja temperaturas até aproximadamente 250°C . Uma região ótima com tamanho de grão $<12 \mu\text{m}$ está, no entanto, compreendida em temperaturas abaixo de 200°C para uma ampla faixa de valores de razão de assimetria. Apesar da pouca ou quase nenhuma influência da razão de assimetria em si, é interessante observar que a condição de laminação simétrica ($w_1/w_2 = 1$) encontra-se fora da região ótima para o tamanho de grão, indicando que a presença de assimetria no processo de laminação contribui para o refinamento do tamanho de grão.

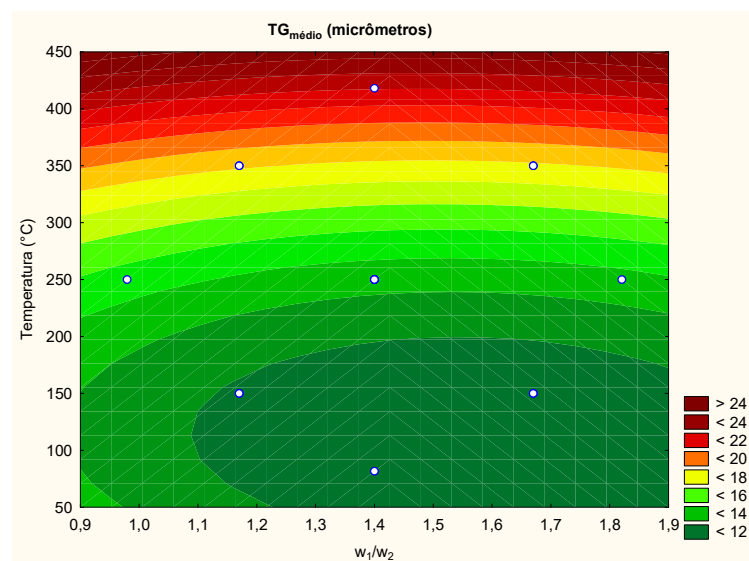


Figura 76 – Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria (w_1/w_2) para o tamanho médio de grão. Número de passes fixado no ponto central.

Na Figura 77 é possível confirmar novamente a alta sensibilidade do tamanho de grão em relação à temperatura, assim como baixa sensibilidade quanto ao número de passes. Ao variar o número de passes de 3 a 11 em qualquer temperatura abaixo de 250°C uma pequena variação no tamanho de grão é notada (entre <6 e $<14 \mu\text{m}$), sendo os menores valores relacionados a um número de passes igual a 3. Por outro lado, a variação de temperatura no

eixo número de passes igual a 3 pode causar uma ampla variação no tamanho de grão (entre <6 e >26 μm). É importante ainda notar que para altas temperaturas a influência do número de passes torna-se ainda menos significativa.

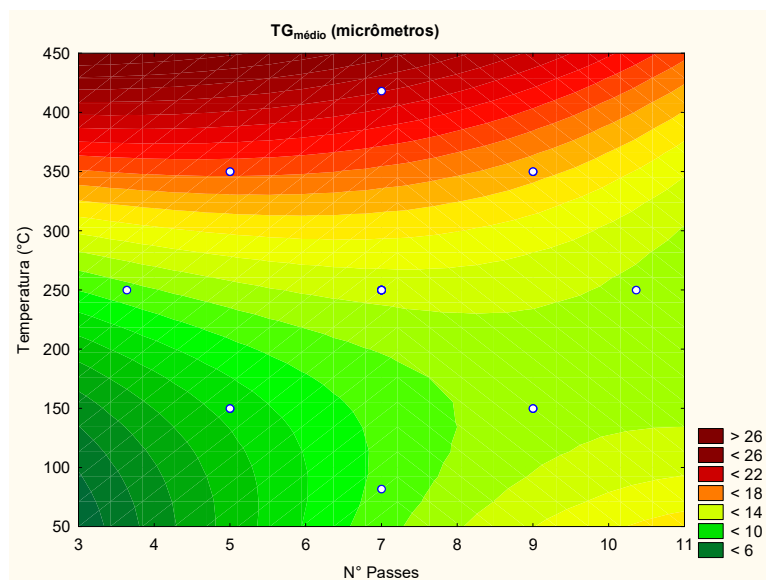


Figura 77 - Gráfico de contorno temperatura em função do número de passes para o tamanho médio de grão. Razão de assimetria fixada no ponto central.

Como a razão de assimetria e o número de passes mostraram ter influência insignificante, entendeu-se desnecessária a discussão do gráfico de contorno razão de assimetria em função do número de passes.

5.4.1.2 Influência dos parâmetros sobre a porcentagem de grãos finos

A seguir, na Tabela 25, estão listados os resultados obtidos na análise de variância para a variável porcentagem de grãos finos utilizando os quatro modelos de ajuste disponíveis.

Tabela 25 – Resultados da análise de variância para a porcentagem de grãos finos.

	Modelos de Ajuste para DCCR			
	L1	LQ1	L1+2	LQ1+2
R²	0,667	0,696	0,703	0,732
SS	1778	1625	1586	1432

Novamente o modelo que melhor se ajustou à influência dos parâmetros de laminação sobre a porcentagem de grãos finos na microestrutura da liga AZ31 foi o modelo com termos lineares e quadrático com efeitos principais e interações de segunda ordem, com um R^2 igual a 0,732. Portanto, o modelo LQ1+2 foi utilizado para gerar as curvas de contorno. Neste caso também apenas a temperatura apresentou influência significativa, conforme pode ser observado no gráfico de pareto na Figura 78.

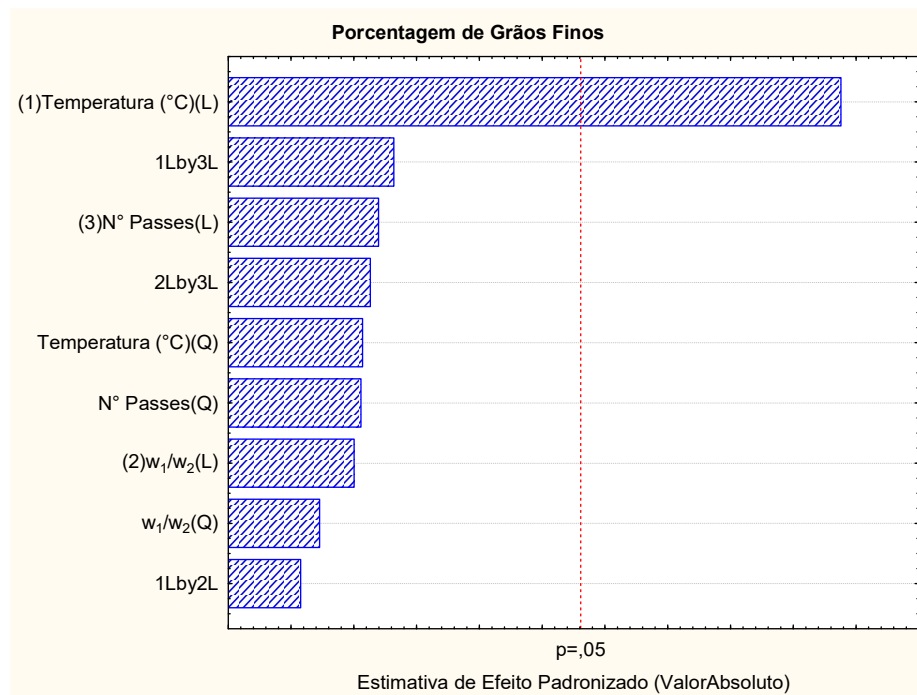


Figura 78 - Gráfico de Pareto para o ajuste da porcentagem de grãos finos utilizando o modelo LQ1+2.

Na Figura 79 é apresentada a curva de contorno temperatura versus razão de assimetria para a porcentagem de grãos finos, com número de passes fixado no ponto central igual a 7. Como era esperado, a temperatura apresenta significativa influência sobre a porcentagem de grãos finos, sendo esta última maior quanto menor é a temperatura. Assim como observado para os menores valores de tamanho de grão, as maiores porcentagens de grãos refinados, identificadas com tons vermelhos no gráfico da Figura 79, estão relacionadas a baixas temperaturas, limitadas em torno de 200-250°C. Nota-se que é possível alcançar mais de 50% de grãos refinados com temperaturas inferiores a 200°C. Por outro lado, a sensibilidade da fração de grãos finos em relação à razão de assimetria é praticamente nula.

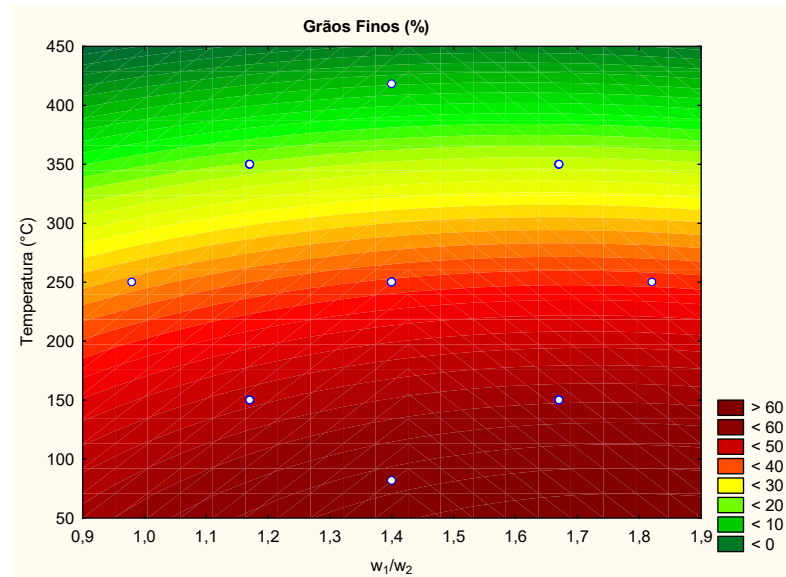
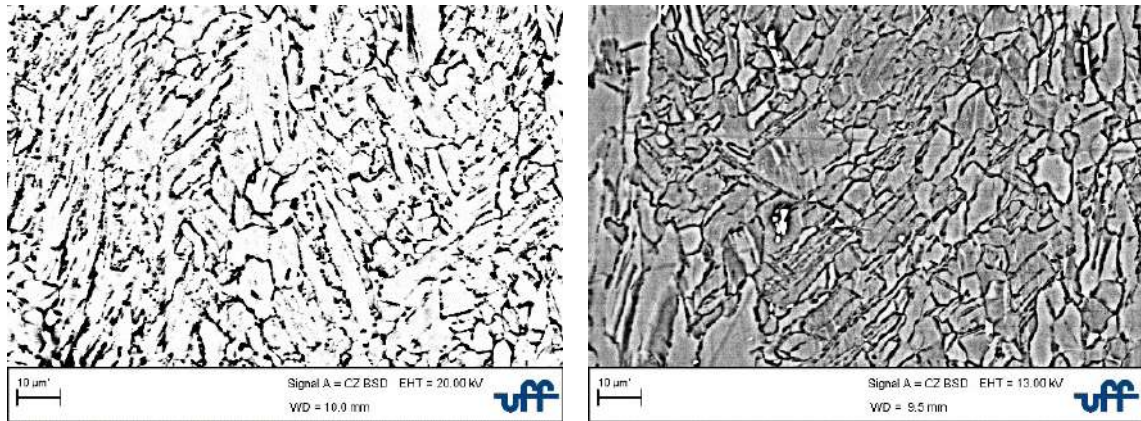


Figura 79 - Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria para a porcentagem de grãos finos. Número de passes fixado no ponto central.

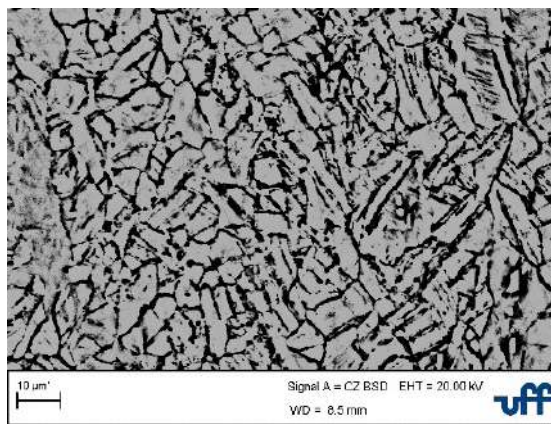
A dependência linear inversa observada entre a temperatura e a porcentagem de grãos refinados conduz ao entendimento que o mecanismo de encruamento teve maior relevância nos experimentos e, por conseguinte, é este que está influenciando esta relação já que a fração de grãos finos provavelmente engloba grãos que sofreram refino via recristalização, mas também aqueles puramente encruados e que podem inclusive ser maioria. Deste modo, não faz sentido analisar o gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria com objetivo de encontrar parâmetros ótimos, já que estes provavelmente levarão a uma condição de obtenção de uma microestrutura severamente encruada. De fato, nota-se que as amostras que apresentaram maior fração de grãos finos aparentam estar severamente encruadas, conforme pode ser observado na Figura 80.

Ademais, uma certa sensibilidade à razão de assimetria pode ser notada com a variação do número de passes adotado. Nas Figuras 81 e 82 são apresentadas curvas de contorno temperatura em função da razão de assimetria determinadas para dois valores fixados de números de passes, 12 e 4, respectivamente. Para um elevado número de passes (Figura 81), que significa menor valor de deformação por passe, a maior fração de grãos finos é obtida em condições próximas à simetria e para um amplo intervalo de temperatura 50-180 °C.



(a) D3: 70% grãos < 10 μm

(b) D7: 64% grãos < 10 μm



(c) D13: 60% grãos < 10 μm

Figura 80 – Amostras laminadas que apresentaram maior porcentagem de grãos finos.

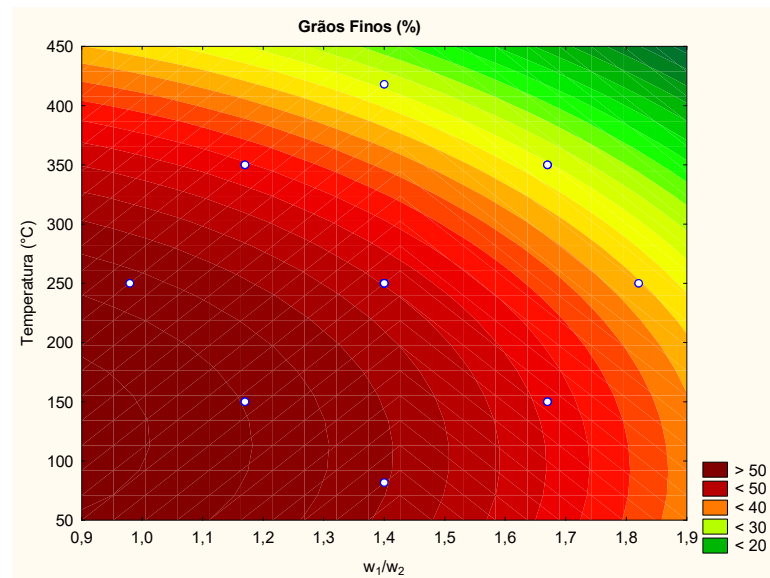


Figura 81 - Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria para a porcentagem de grãos finos. Número de passes fixado em 12.

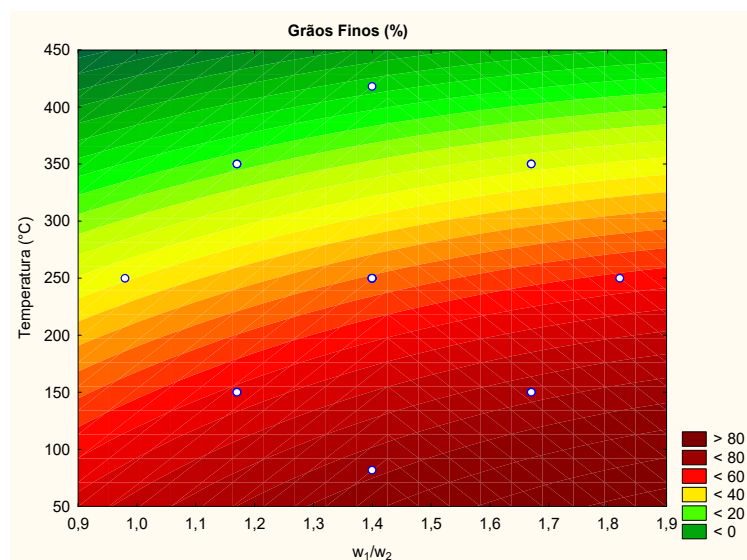


Figura 82 - Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria para a porcentagem de grãos finos; número de passes fixado em 4.

Por outro lado, para um número de passes inferior (Figura 82), o que se traduz em maior redução por passe, a maior fração de grãos finos é alcançada em condições de alta razão de assimetria para um intervalo de temperatura reduzido 50-80 °C. Assumindo que a fração de grãos finos seja majoritariamente composta por grãos extremamente deformados, conforme discutido anteriormente, estes parâmetros críticos seriam aqueles que gerariam o maior nível de encruamento no material.

5.4.2 Influência dos parâmetros sobre a textura

Relembrando que os sistemas de deslizamento atuantes no plano basal (0002) são os mais importantes para a deformação plástica das ligas de magnésio e sabendo-se que a componente de textura basal (0002) é a componente de textura que mais sofre modificações durante o processo de deformação a depender dos mecanismos atuantes, a influência dos parâmetros de laminação assimétrica sobre a textura da liga AZ31 foi discutida apenas para esta componente. Vale ainda lembrar que forte textura basal com planos (0002) alinhados à direção normal é uma condição desfavorável para a continuação da deformação plástica durante laminação nas ligas de magnésio.

Inicialmente buscou-se avaliar a influência dos parâmetros de laminação sobre a

intensidade da componente (0002). Na Tabela 26 são listados os valores de R^2 e da soma dos quadrados dos erros para cada um dos quatro modelos disponíveis para ajuste. Mesmo o modelo LQ1+2, que apresentou o maior valor para o coeficiente de determinação, não é capaz de explicar nem ao menos 50% da intensidade de textura basal. A relação dos parâmetros de laminação com a intensidade da componente basal de textura pode ser relações mais complexa, envolvendo termos mais complexos do que os lineares e quadráticos e ainda ter interações de terceira ordem envolvidas, o que não é contemplado pelos modelos testados. Além disso, notou-se que as componentes de textura (0002) formadas em cada condição possuem formas diferentes, não sendo coerente comparar isoladamente apenas os valores de intensidade. Portanto, não foram gerados gráficos de contorno e a influência dos parâmetros sobre a componente (0002) foi discutida caso a caso a seguir.

Tabela 26 – Resultado da análise de variância para a intensidade da componente de textura basal (0002).

	Modelos de Ajuste para DCCR			
	L1	LQ1	L1+2	LQ1+2
R^2	0,369	0,430	0,424	0,485
SS	9,43	8,52	8,61	7,70

A temperatura apresentou grande influência sobre a forma da componente de textura basal. Isto pode ser observado nas figuras de polo (0002) dos pares de experimentos apresentados nas Figuras 83 a 86.

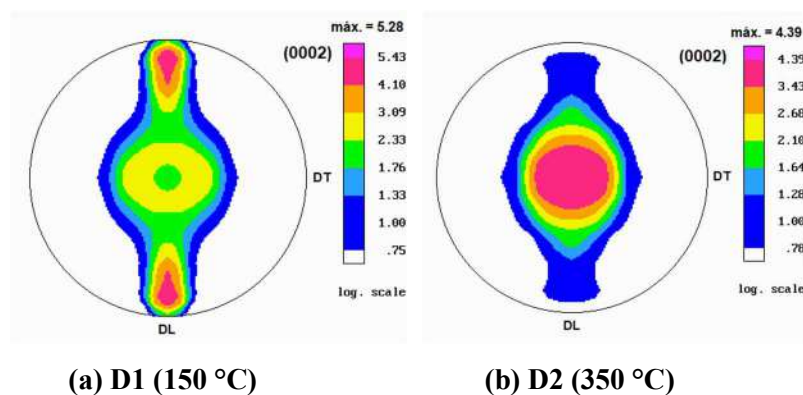
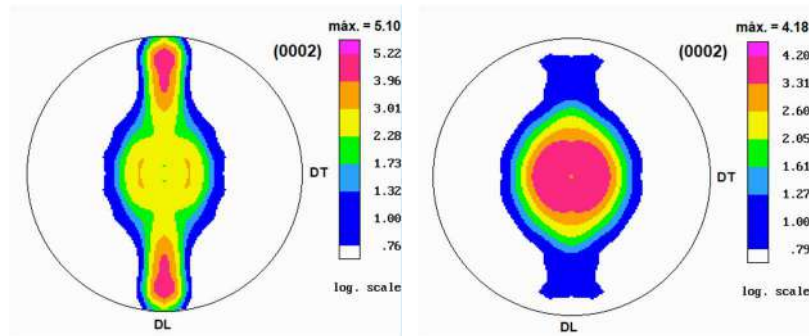


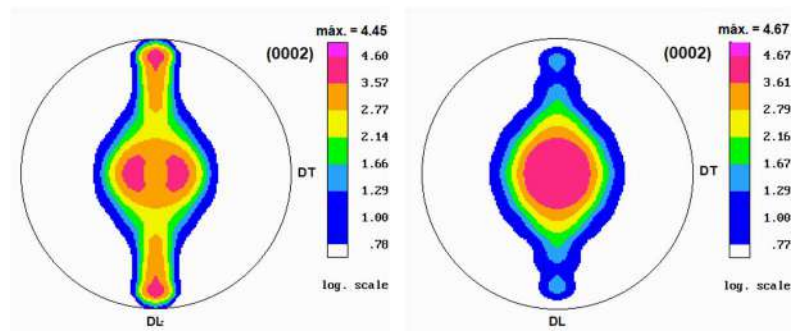
Figura 83 - Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 5, razão de assimetria de 1,17 e diferentes temperaturas.



(a) D3 (150 °C)

(b) D4 (350 °C)

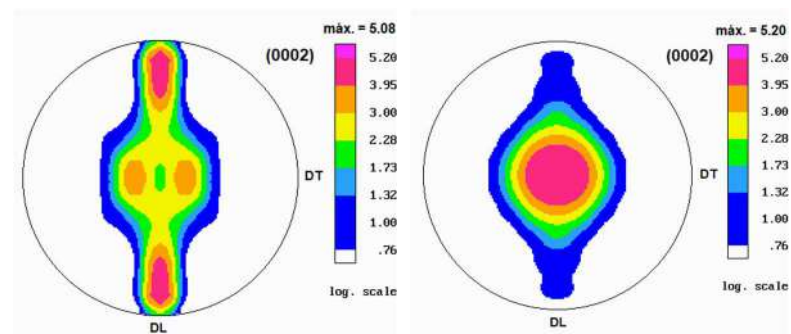
Figura 84 - Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 5, razão de assimetria de 1,67 e diferentes temperaturas.



(a) D5 (150 °C)

(b) D6 (350 °C)

Figura 85 - Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 9, razão de assimetria de 1,17 e diferentes temperaturas.



(a) D7 (150 °C)

(b) D8 (350 °C)

Figura 86 - Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 9, razão de assimetria de 1,67 e diferentes temperaturas.

Independentemente dos valores de razão de assimetria e do número de passes nas

laminações realizadas a 350 °C, um único pico de intensidade alinhado à DN é observado. Não obstante, para a temperatura de 150 °C o pico é dividido ou espalhado rumo à DL.

O experimento realizado à maior temperatura, 418 °C na Figura 87 (b), acompanhou a tendência observada para os experimentos de 350 °C, apresentando um único pico alinhado à DN. Já o experimento realizado à menor temperatura, 82 °C na Figura 87 (a), apresentou dois picos alinhados à DL, acompanhando o comportamento apresentado à temperatura de 150 °C.

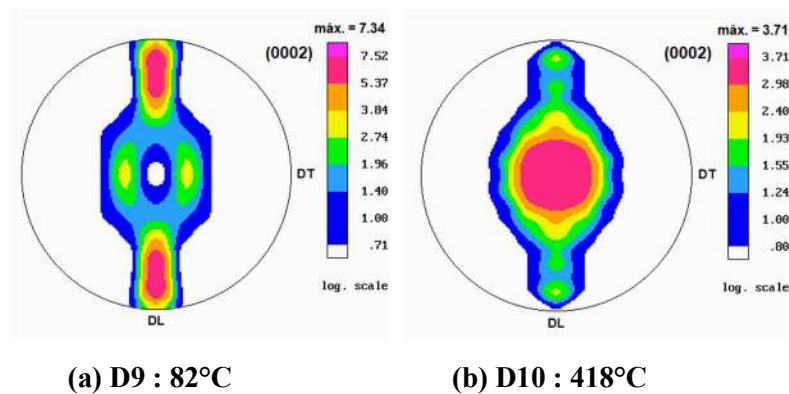


Figura 87 – Figuras de polo (0002) para as amostras laminadas com número de passes igual a 7, razão de assimetria de 1,4 e diferentes temperaturas.

Para o valor intermediário de temperatura, 250 °C, todas as amostras apresentaram um único pico para a componente (0002) que encontra-se alinhado à DN (Figura 88), assim como observado para os valores mais altos de temperatura. Portanto, esta observação em conjunto com as análises já realizadas acima indica que mudanças significativas nos mecanismos de deformação levando à alteração da forma da componente (0002) ocorrem entre 150 °C e 250 °C independentemente dos outros parâmetros adotados.

Um significativo espalhamento na Figura 88 (c), ao longo da DT, tendendo a uma divisão do pico de intensidade da componente (0002), é observado para o experimento D13 com baixo número de passes. De acordo com as observações de Jia e colaboradores [83], este efeito estaria relacionado à ativação de sistemas de deslizamento prismáticos.

Buscando inclinação do pico da componente basal em relação à DN para facilitar a ativação dos sistemas de deslizamento basal, temperaturas baixas até 150 °C são mais favoráveis.

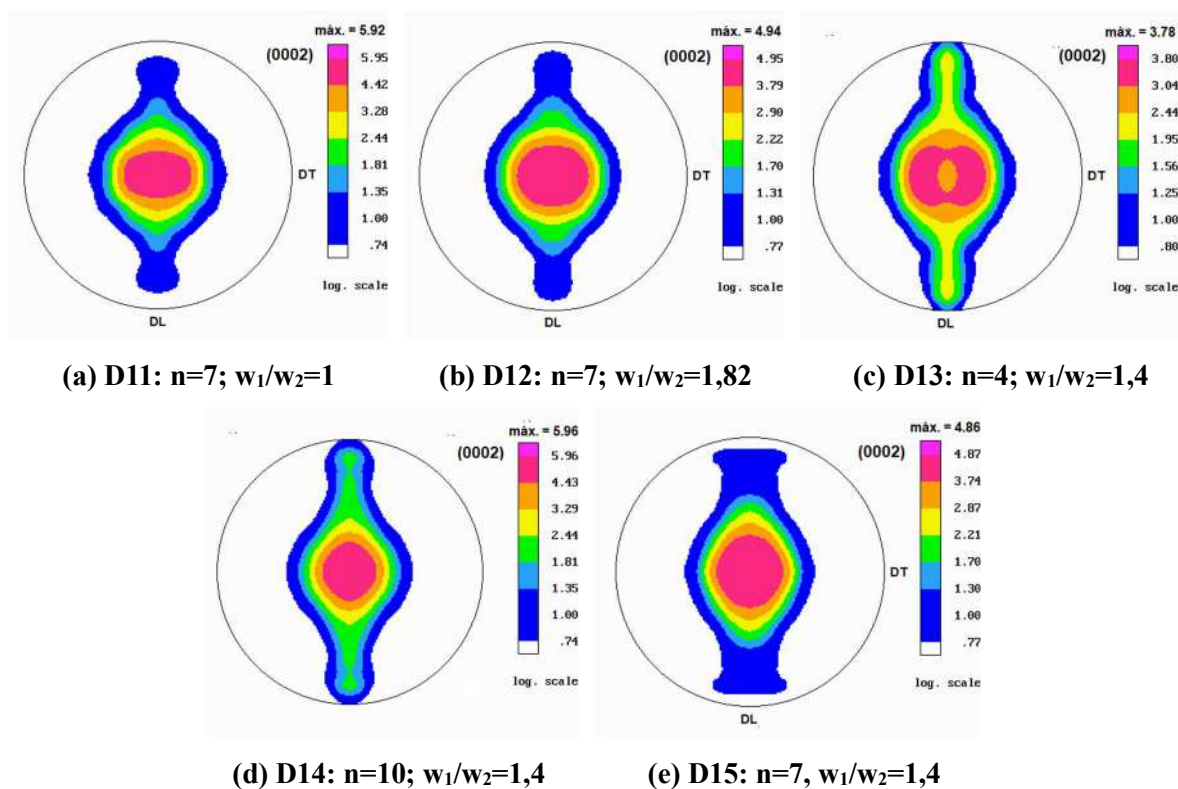


Figura 88 - Figuras de polo (0002) para amostras laminadas a temperatura de 250 °C.

5.4.3 Influência dos parâmetros sobre as propriedades mecânicas

Os quatro possíveis modelos de ajuste foram testados para os resultados de limite de escoamento, limite de resistência e alongamento. As informações obtidas a partir das análises de variância para cada caso estão listadas nas Tabelas 27 a 29. Para todas as propriedades mecânicas analisadas, o modelo mais capaz de explicar a influência dos parâmetros de laminação foi o modelo com termos lineares e quadráticos com efeitos principais e interações de segunda ordem (LQ1+2).

Tabela 27 – Resultado da análise de variância para o limite de escoamento.

	Modelos de Ajuste para DCCR			
	L1	LQ1	L1+2	LQ1+2
R ²	0,043	0,591	0,077	0,625
SS	5941	2541	5729	2329

Tabela 28 – Resultado da análise de variância para o limite de resistência.

	Modelos de Ajuste para DCCR			
	L1	LQ1	L1+2	LQ1+2
R ²	0,239	0,704	0,271	0,737
SS	1665	647	1595	576

Tabela 29 – Resultado da análise de variância para o alongamento.

	Modelos de Ajuste para DCCR			
	L1	LQ1	L1+2	LQ1+2
R ²	0,099	0,616	0,305	0,823
SS	61	26	47	12

Para o limite de escoamento, utilizando-se o modelo LQ1+2, nenhum dos parâmetros ou interações entre os parâmetros apresentou significativo efeito. Como pode ser observado no gráfico de pareto da Figura 89, nenhum dos termos do modelo teve probabilidade de significância menor que 0,05. Portanto, não tem significado avaliar os gráficos de contorno para este modelo.

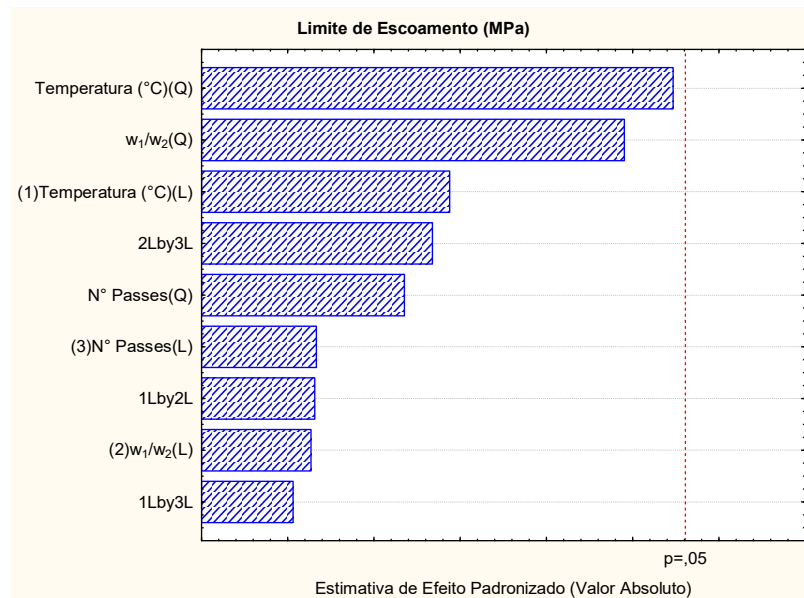


Figura 89 – Gráfico de Pareto para o ajuste do limite de escoamento utilizando o modelo LQ1+2.

No caso do limite de resistência, a razão de assimetria apresentou influência

significativa para o modelo LQ1+2, como pode ser visto no gráfico de Pareto apresentado na Figura 90. Desta forma, gráficos de contorno são apresentados nas Figuras 91 e 92, onde é possível observar que um valor de razão de assimetria próximo a 1,9, comum entre os dois gráficos, gera o maior valor de limite de resistência. Por exemplo, um limite de resistência acima de 340 MPa pode ser alcançado com razão de assimetria igual a 1,9, temperatura de 250°C e número de passes igual a 3, como pode ser visto na Figura 92.

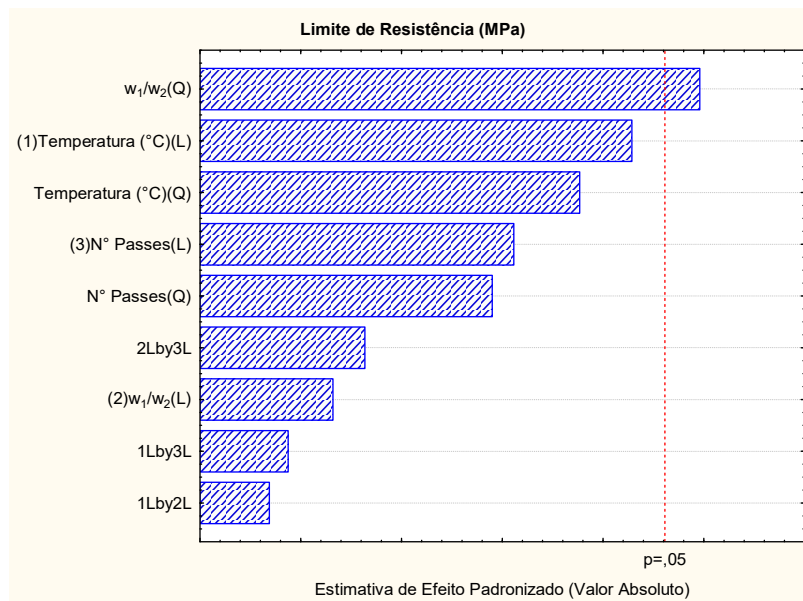


Figura 90 – Gráfico de Pareto para o ajuste do limite de resistência utilizando o modelo LQ1+2.

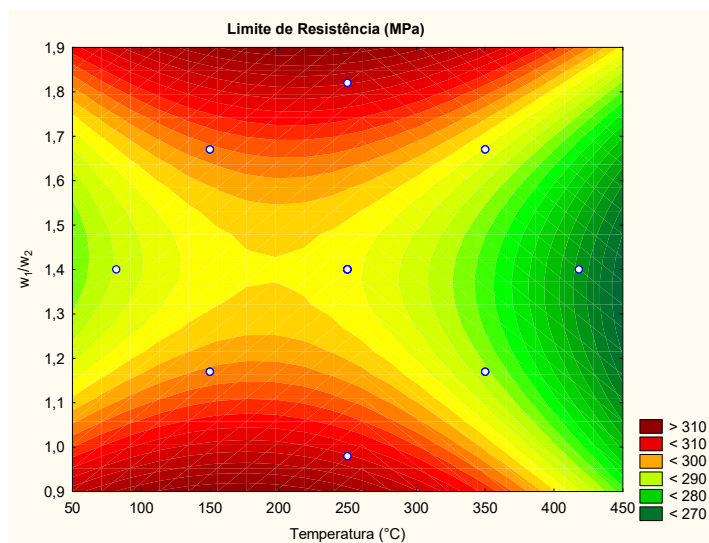


Figura 91 – Gráfico de contorno razão de assimetria (w_1/w_2) em função da temperatura para o limite de resistência. Número de passes fixado no ponto central.

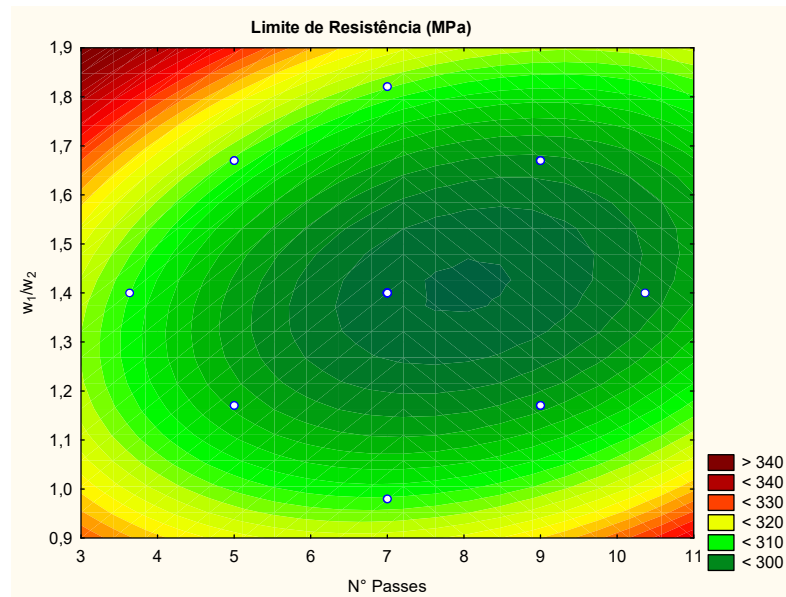


Figura 92 – Gráfico de contorno razão de assimetria (w_1/w_2) em função do número de passes para o limite de resistência. Temperatura fixada no ponto central.

Os resultados para o alongamento foram os que apresentaram maior aderência ao modelo LQ1+2, com um R^2 igual a 0,823. Ou seja, 82,3% do alongamento pode ser explicado através desse modelo. A temperatura e a razão de assimetria apresentaram significativa influência sobre o alongamento, tanto de forma direta como pela interação entre esses dois parâmetros, como pode ser observado no gráfico de Pareto da Figura 93.

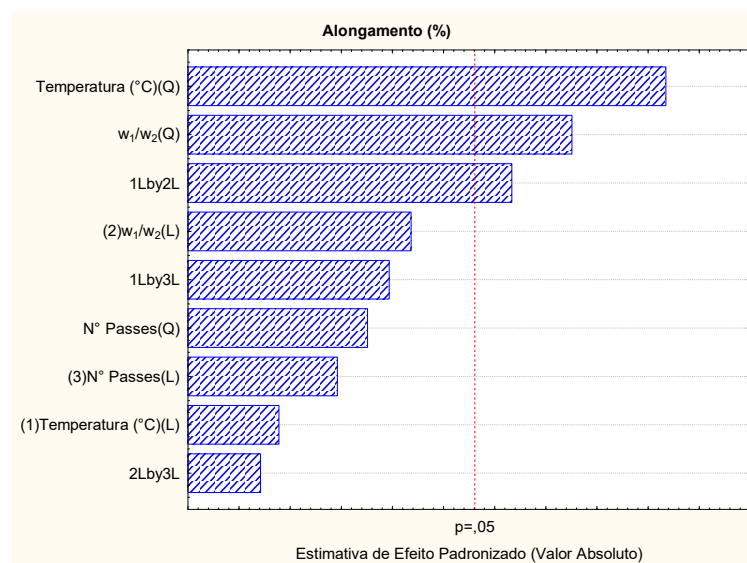


Figura 93 – Gráfico de Pareto para o ajuste do alongamento utilizando o modelo LQ1+2.

No gráfico de contorno apresentado na Figura 94 é possível observar duas regiões onde se atinge condição de alto valor de alongamento, a saber, uma a temperaturas entre 50 e 100 °C com razão de assimetria próxima de 0,9 e outra em temperatura de 450 °C com alta razão de assimetria, igual a 1,9.

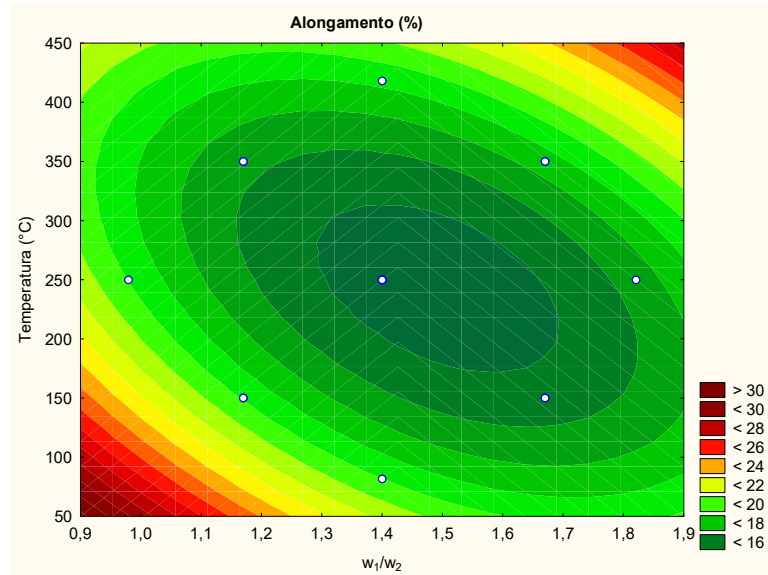
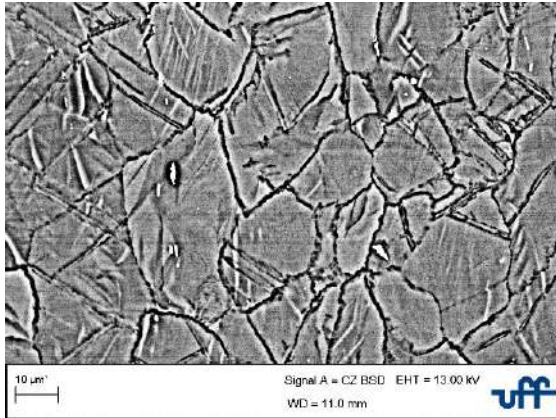


Figura 94 - Gráfico de contorno temperatura em função da razão de assimetria (w_1/w_2) para o alongamento. Número de passes fixado no ponto central.

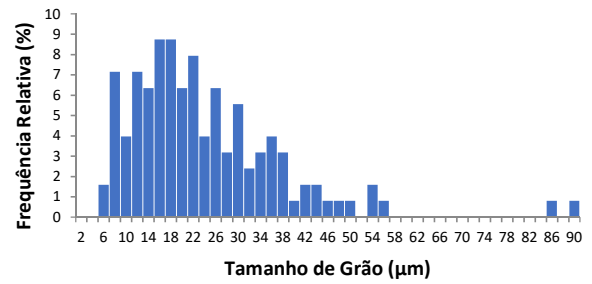
5.4.4 Influência da rota de laminação

A seguir, nas Figuras 95 e 96, estão apresentadas as microestruturas e distribuições do tamanho de grão para as amostras D10 e D10D, laminadas respectivamente via rota A e rota D, a 418 °C em 7 passes e com razão de assimetria igual a 1,40. Vale destacar que as rotas de laminação A e D foram apresentadas na seção 3.2, Figura 13.

A amostra laminada via rota D apresentou tamanho de grão médio de $\sim 16 \mu\text{m}$, valor consideravelmente menor do que o observado para a amostra laminada via rota A, a saber, $\sim 23 \mu\text{m}$. Além disso, a fração de grãos finos para a rota D foi de 23%, enquanto para a rota A foi de 13%.

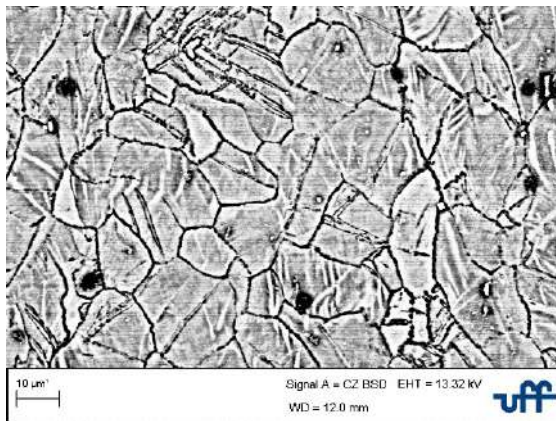


(a)

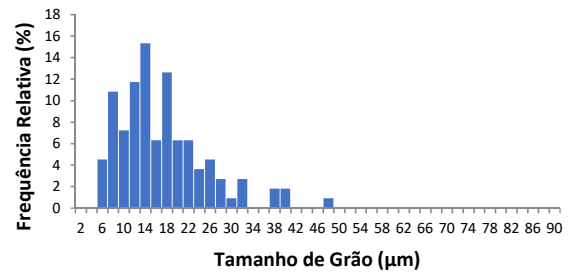


(b)

Figura 95 – (a) Microestrutura e (b) distribuição do tamanho de grão da amostra D10, laminada assimetricamente via rota A, a 418 °C, com 7 passes e razão de assimetria de 1,40.



(a)



(b)

Figura 96 – (a) Microestrutura e (b) distribuição do tamanho de grão da amostra D10, laminada assimetricamente via rota D, a 418 °C, com 7 passes e razão de assimetria de 1,40.

Quanto à macrotextura, as componentes basais (0002), representadas pelas figuras de polo apresentadas na Figura 97, são praticamente idênticas para as amostras laminadas pelas distintas rotas.

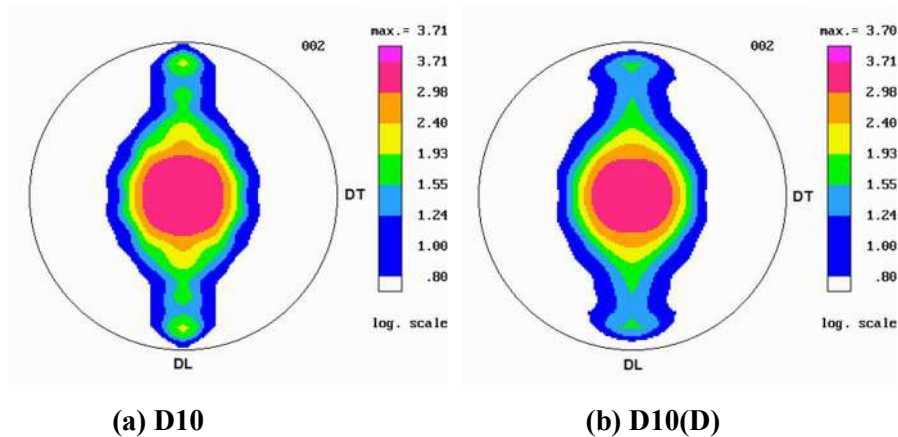


Figura 97 – Figura de polo (0002) para as amostras laminadas via (a) rota A e via (b) rota D.

Em coerência com os melhores resultados microestruturais apresentados pela amostra laminada via rota D, essa também foi a amostra que apresentou as melhores propriedades mecânicas, que podem ser observadas nos gráficos tensão-deformação de engenharia apresentados na Figura 98. Enquanto a amostra laminada por meio da rota A apresentou um limite de resistência de 268 MPa e um alongamento de aproximadamente 18%, a amostra laminada via rota D apresentou um limite de resistência de 278 MPa e um alongamento consideravelmente maior, de aproximadamente 23%.

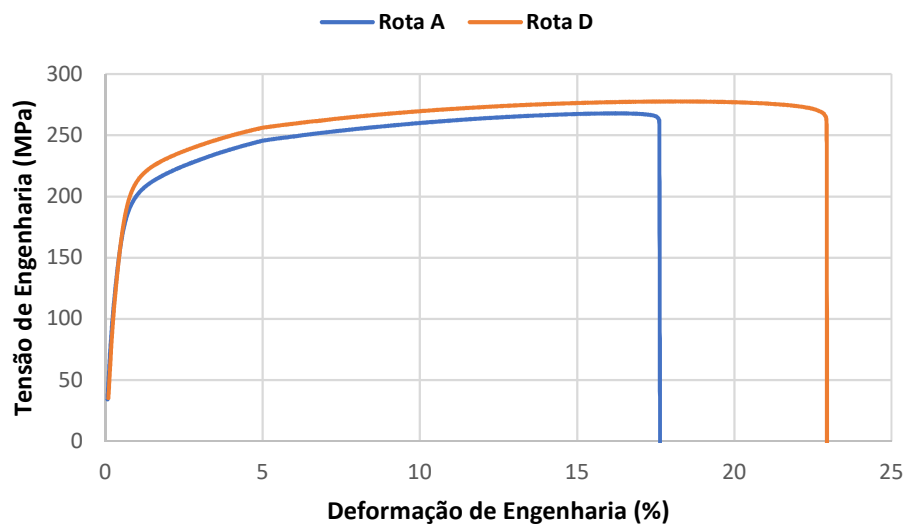


Figura 98 – Curvas tensão-deformação de engenharia das amostras laminadas assimetricamente via rota A e rota D.

6. CONCLUSÕES

Três amostras da liga AZ31 foram expostas ao ar durante 10, 50 e 60 minutos, enquanto outras quatro amostras da mesma liga foram imersas em solução de Na_2SO_4 durante 3, 5, 15 e 30 minutos. Em ambos os casos, excelentes ajustes foram alcançados entre os parâmetros ópticos calculados por meio dos modelos elipsométricos desenvolvidos e os parâmetros ópticos medidos para cada amostra. A partir destes ajustes foi possível obter informações sobre a composição e espessura dos filmes superficiais desenvolvidos:

- i. O filme inicialmente formado na superfície da liga exposta ao ar por 10 minutos é composto por duas camadas, sendo uma destas fina e densa composta majoritariamente de MgO , além de outro(s) óxido(s)/hidróxido(s) não identificados e outra camada mais externa de mesma composição, porém porosa. Esta configuração de 2 camadas é mantida até os 60 minutos, sendo que entre 10 e 50 minutos a espessura total do filme aumenta de 49 nm para 64,1 nm devido exclusivamente ao engrossamento da camada porosa, elevando assim a rugosidade média da amostra de 0,64 μm para 0,82 μm . Entre 50 e 60 minutos o filme experimenta uma densificação com espessamento da camada densa e afinamento da camada porosa, reduzindo sua espessura total para 36,9 nm e, como consequência, a rugosidade média da superfície decresce para 0,32 μm ;
- ii. Quando a liga é imersa na solução de Na_2SO_4 , imediatamente após 3 minutos, é formado um filme de três camadas com 291,1 nm de espessura, sendo $\text{MgO} + \text{Al}_2\text{O}_3$ a provável composição da camada imediatamente acima da superfície da liga. Acima desta, formou-se uma camada densa de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ e mais externamente uma camada de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ porosa. Ao longo do tempo de imersão a configuração de três camadas é mantida e a espessura do filme aumenta gradativamente, atingindo 386,1 nm imediatamente após 30 minutos. No entanto, após 5 minutos de imersão, a

composição da camada posicionada imediatamente acima do substrato da liga AZ31 é alterada, não contendo mais MgO.

Dois modelos geométricos bidimensionais foram propostos via método de elementos finitos e utilizados para simular os processos de laminação simétrica e assimétrica em chapas da liga AZ31. A partir das previsões de tensões e deformações obtidas com os modelos, foi possível observar que a chapa laminada pelo processo assimétrico apresentou níveis superiores de tensão residual equivalente e deformação equivalente, como consequência da significativa deformação cisalhante no plano x-y observada na linha central da chapa neste caso.

Dez chapas foram laminadas com sucesso em um único passe de redução de 20% de espessura, a uma taxa de deformação de $2,6 \text{ s}^{-1}$. As laminações foram realizadas em temperatura ambiente, 100°C , 200°C , 300°C e 400°C , sendo cinco chapas laminadas em condição simétrica e outras cinco laminadas em condição assimétrica. A partir dos resultados microestruturais e de textura das chapas laminadas foi possível concluir:

- i. A temperatura apresentou forte influência sobre os mecanismos de deformação tanto para o processo simétrico quanto assimétrico. As deformações em menores temperaturas tiveram maior contribuição dos mecanismos de maclação. Além disso, observou-se algumas modificações na forma da componente de textura basal (0002) que, para a temperatura ambiente, tendeu a um alinhamento à DN, indicando forte atuação de sistemas de deslizamento nos planos basais. Por outro lado, em 100°C , a componente (0002) sofreu inclinação em direção à DT, o que pode indicar a ação de sistemas de deslizamento prismáticos;
- ii. Apesar da pouca diferença notada entre as formas das componentes de textura simétrica e assimétrica nas laminações em único passe, maior grau de encruamento (ou deformação acumulada) foi observado para as amostras laminadas assimetricamente; evidenciado pela maior quantidade de maclas e/ou deformação dos grãos e pelos maiores valores médios de dureza comparado às amostras simetricamente laminadas. Além disso, regiões de grãos refinados observadas via microscopia óptica indicaram que recristalização dinâmica pode ter ocorrido a 300°C na laminação assimétrica e somente a 400°C na laminação simétrica.

O método de Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) foi utilizado para planejar laminações experimentais de chapas da liga AZ31 com redução de espessura em torno de 40% e variações nos valores de razão de assimetria, temperatura e número de passes. Baseando-se no planejamento, vinte chapas foram laminadas via rota A e, a partir da análise

dos resultados microestruturais, de textura e de propriedades mecânicas em tração uniaxial, foi possível identificar os parâmetros que geraram as melhores condições de refinamento e homogeneidade microestrutural, inclinação da componente de textura basal e propriedades mecânicas, a saber:

- i. A temperatura foi a única variável que mostrou significativa influência sobre o tamanho de grão e a homogeneidade microestrutural. Tamanho de grão $<12 \mu\text{m}$ e mais de 50% de grãos finos podem ser obtidos com temperaturas abaixo de $200 \text{ }^\circ\text{C}$;
- ii. Apesar da insignificante influência exercida pelo valor da razão de assimetria sobre a microestrutura, tamanho de grão abaixo de $12 \mu\text{m}$ não pode ser alcançado quando a razão de assimetria é próxima de 1, ou seja, quando se aproxima da condição de laminação simétrica;
- iii. Foi notória a influência da temperatura sobre a textura cristalográfica. Para temperaturas elevadas houve uma tendência de alinhamento dos planos basais (0002) à DN, enquanto para baixas temperaturas, até $150 \text{ }^\circ\text{C}$, a componente de textura basal apresentou picos inclinados em relação à DN;
- iv. Sobre o limite de resistência à tração, a razão de assimetria foi o único parâmetro com significativa influência. O valor ótimo para este parâmetro é de aproximadamente 1,9, com o qual é possível alcançar, por exemplo, um limite de resistência $> 340 \text{ MPa}$ utilizando uma temperatura de $250 \text{ }^\circ\text{C}$ e número de passes igual a 3;
- v. O alongamento em tração foi significativamente influenciado pela temperatura e pela razão de assimetria, alcançando seu maior valor, em torno de 30%, para duas condições: temperatura entre $50\text{-}100 \text{ }^\circ\text{C}$ e razão de assimetria próxima a 0,9 ou temperatura de $450 \text{ }^\circ\text{C}$ e razão de assimetria igual a 1,9.

O experimento de laminação em temperatura de 418°C , razão de assimetria igual a 1,4 e 7 passes, realizado via rota A dentro do planejamento DCCR, foi repetido utilizando-se a rota D. A partir da comparação dos resultados microestruturais, de textura e de propriedades mecânicas, pode-se concluir:

- i. A amostra laminada via rota D apresentou melhores características microestruturais com tamanho médio de grão igual a $16 \mu\text{m}$ e fração de grãos finos igual a 23%, contra um tamanho de grão de $23 \mu\text{m}$ e fração de grãos finos de 13% para a rota A;
- ii. A rota D também gerou melhores propriedades mecânicas em tração uniaxial, com um limite de resistência de 278 MPa e alongamento máximo de 23% contra 268 MPa e 18% para a rota A.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Investigar de forma mais aprofundada os mecanismos de deformação e mecanismos de recristalização atuantes durante laminação simétrica e assimétrica da liga de magnésio AZ31 utilizando técnicas de caracterização mais avançadas, como por exemplo difração de elétrons retroespalhados em microscopia eletrônica;
- Buscar modelos mais complexos que tenham capacidade de descrever a relação entre os parâmetros de laminação e aquelas características/propriedades para as quais os modelos disponíveis no software STATISTICA não foram adequados;
- Investigar a influência dos parâmetros de laminação assimétrica sobre a dinâmica de crescimento e características dos filmes formados sobre a liga AZ31 e sobre as propriedades eletroquímicas da liga AZ31.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] K. Wong, C. Rudd, S. Pickering, X.L. Liu, Composites recycling solutions for the aviation industry, *Sci. China Technol. Sci.* 60 (2017) 1291–1300. doi:10.1007/s11431-016-9028-7.
- [2] M.C. Rezende, *Fractografia de Compósitos Estruturais*, *Polímeros Ciência E Tecnol.* 7 (2007) 4–11. doi:10.1590/s0104-14282007000300003.
- [3] X. Zhang, Y. Chen, J. Hu, Recent advances in the development of aerospace materials, *Prog. Aerosp. Sci.* 97 (2018) 22–34. doi:10.1016/j.paerosci.2018.01.001.
- [4] T. Dursun, C. Soutis, Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys, *Mater. Des.* 56 (2014) 862–871. doi:10.1016/j.matdes.2013.12.002.
- [5] A.A. Luo, Magnesium casting technology for structural applications, *J. Magnes. Alloy.* 1 (2013) 2–22. doi:10.1016/j.jma.2013.02.002.
- [6] F. Czerwinski, Controlling the ignition and flammability of magnesium for aerospace applications, *Corros. Sci.* 86 (2014) 1–16. doi:10.1016/j.corsci.2014.04.047.
- [7] S. Khani, M.R. Aboutalebi, M.T. Salehi, H.R. Samim, H. Palkowski, Microstructural development during equal channel angular pressing of as-cast AZ91 alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 678 (2016) 44–56. doi:10.1016/j.msea.2016.09.066.
- [8] M. Ghambari, S.M. Fatemi, M. Moghaddam, A. Zarei-Hanzaki, A. Salandari-Rabori, Microstructure and superior mechanical properties of a multi-axially forged WE magnesium alloy, *J. Alloys Compd.* 693 (2016) 406–413. doi:10.1016/j.jallcom.2016.09.198.
- [9] K. Bryła, J. Morgiel, M. Faryna, K. Edalati, Z. Horita, Effect of high-pressure torsion on grain refinement, strength enhancement and uniform ductility of EZ magnesium alloy, *Mater. Lett.* 212 (2018) 323–326. doi:10.1016/j.matlet.2017.10.113.
- [10] Y. Jin, K. Wang, W. Wang, P. Peng, S. Zhou, L. Huang, T. Yang, K. Qiao, B. Zhang, J. Cai, HailiangYu, Microstructure and mechanical properties of AE42 rare earth-

- containing magnesium alloy prepared by friction stir processing, *Mater. Charact.* 150 (2019) 52–61. doi:10.1016/j.matchar.2019.02.008.
- [11] H.G. Jeong, Y.G. Jeong, W.J. Kim, Microstructure and superplasticity of AZ31 sheet fabricated by differential speed rolling, 483 (2009) 279–282. doi:10.1016/j.jallcom.2008.08.130.
- [12] S. Suwas, S. Biswas, D.I. Kim, Analysis of microstructure and texture evolution in pure magnesium during symmetric and asymmetric rolling, 57 (2009) 5061–5077. doi:10.1016/j.actamat.2009.07.008.
- [13] S. Biswas, D.I. Kim, S. Suwas, Asymmetric and symmetric rolling of magnesium: Evolution of microstructure, texture and mechanical properties, *Mater. Sci. Eng. A.* 550 (2012) 19–30. doi:10.1016/j.msea.2012.03.099.
- [14] J.H. Cho, S.S. Jeong, H.W. Kim, S.B. Kang, Texture and microstructure evolution during the symmetric and asymmetric rolling of AZ31B magnesium alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 566 (2013) 40–46. doi:10.1016/j.msea.2012.12.066.
- [15] M. Kaseem, B.K. Chung, H.W. Yang, K. Hamad, Y.G. Ko, Effect of Deformation Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of AZ31 Mg Alloy Processed by Differential-Speed Rolling, *J. Mater. Sci. Technol.* 31 (2015) 498–503. doi:10.1016/j.jmst.2014.08.016.
- [16] D. Luo, H. Wang, L. Zhao, C. Wang, G. Liu, Y. Liu, Q. Jiang, Effect of differential speed rolling on the room and elevated temperature tensile properties of rolled AZ31 Mg alloy sheets, *Mater. Charact.* 124 (2017) 223–228. doi:10.1016/j.matchar.2016.12.007.
- [17] Y.G. Ko, K. Hamad, Structural features and mechanical properties of AZ31 Mg alloy warm-deformed by differential speed rolling, *J. Alloys Compd.* 744 (2018) 96–103. doi:10.1016/j.jallcom.2018.02.095.
- [18] M. Esmaily, J.E. Svensson, S. Fajardo, N. Birbilis, G.S. Frankel, S. Virtanen, R. Arrabal, S. Thomas, L.G. Johansson, Fundamentals and advances in magnesium alloy corrosion, *Prog. Mater. Sci.* 89 (2017) 92–193. doi:10.1016/j.pmatsci.2017.04.011.
- [19] J.A. Yuwono, N. Birbilis, C.D. Taylor, K.S. Williams, A.J. Samin, N. V. Medhekar, Aqueous electrochemistry of the magnesium surface: Thermodynamic and kinetic profiles, *Corros. Sci.* 147 (2018) 53–68. doi:10.1016/j.corsci.2018.10.014.
- [20] M. Avedesian, H. Baker, Magnesium and Magnesium Alloy, in: *ASM Int.*, 1999: p. 194.
- [21] T.B. Abbot, M.A. Easton, C.H. Cáceres, Designing with Magnesium, *Handb. Mech. Alloy Des.* (2004) 487–538. doi:10.1201/9780203913307.ch10.

- [22] H.E. Friedrich, B.L. Mordike, *Magnesium Technology Metallurgy, Design Data, Applications*, in: Springer, 2006: pp. 80–124.
- [23] F. Zarandi, R. Verma, S. Yue, E. Essadiqi, Microstructure evolution during rolling of AZ31 magnesium alloy under decreasing temperature., in: *Miner. Met. Mater. Soc.*, 2007: pp. 75–80.
- [24] S. Housh, B. Mikucki, *Properties of magnesium alloys (Alloy AZ31B, AZ31C), properties and selection; nonferrous alloys and special-purpose materials*, 1990.
- [25] R. von Mises, *Z. Angew. Math. Mech.*, 8 (1928) 161.
- [26] D. Guan, W.M. Rainforth, L. Ma, B. Wynne, J. Gao, Twin recrystallization mechanisms and exceptional contribution to texture evolution during annealing in a magnesium alloy, *Acta Mater.* 126 (2017) 132–144. doi:10.1016/j.actamat.2016.12.058.
- [27] X. Liu, J.J. Jonas, L.X. Li, B.W. Zhu, Flow softening, twinning and dynamic recrystallization in AZ31 magnesium, *Mater. Sci. Eng. A.* 583 (2013) 242–253. doi:10.1016/j.msea.2013.06.074.
- [28] S.R. Agnew, *Deformation mechanisms of magnesium alloys*, Woodhead Publishing Limited, 2012. doi:10.1016/B978-1-84569-968-0.50002-8.
- [29] Y.N. Wang, J.C. Huang, Texture analysis in hexagonal materials, *Mater. Chem. Phys.* 81 (2003) 11–26. doi:10.1016/S0254-0584(03)00168-8.
- [30] E. Tolouie, R. Jamaati, Asymmetric cold rolling: A technique for achieving non-basal textures in AZ91 alloy, *Mater. Lett.* 249 (2019) 143–146. doi:10.1016/j.matlet.2019.04.087.
- [31] A.F. Padilha, F. Siciliano Jr., *Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura*, 3rd ed., Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.
- [32] K.K. Alaneme, E.A. Okotete, Recrystallization mechanisms and microstructure development in emerging metallic materials: A review, *J. Sci. Adv. Mater. Devices.* 4 (2019) 19–33. doi:10.1016/j.jsamd.2018.12.007.
- [33] J.E. Burke, D. Turnbull, Recrystallization and grain growth, *Prog. Met. Phys.* 3 (1952) 220–292. doi:10.1016/0502-8205(52)90009-9.
- [34] W.Y. Kim, W.J. Kim, Fabrication of ultrafine-grained Mg-3Al-1Zn magnesium alloy sheets using a continuous high-ratio differential speed rolling technique, *Mater. Sci. Eng. A.* 594 (2014) 189–192. doi:10.1016/j.msea.2013.11.066.
- [35] R. MA, Y. LU, L. WANG, Y. nong WANG, Influence of rolling route on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy during asymmetric reduction

- rolling, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.* 28 (2018) 902–911. doi:10.1016/S1003-6326(18)64724-7.
- [36] I. Basu, T. Al-Samman, G. Gottstein, Shear band-related recrystallization and grain growth in two rolled magnesium-rare earth alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 579 (2013) 50–56. doi:10.1016/j.msea.2013.04.076.
- [37] D. Guan, W.M. Rainforth, J. Gao, L. Ma, B. Wynne, Individual effect of recrystallisation nucleation sites on texture weakening in a magnesium alloy: Part 2- shear bands, *Acta Mater.* 145 (2018) 399–412. doi:10.1016/j.actamat.2017.12.019.
- [38] X. Yang, Y. Okabe, H. Miura, T. Sakai, Effect of prior strain on continuous recrystallization in AZ31 magnesium alloy after hot deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 535 (2012) 209–215. doi:10.1016/j.msea.2011.12.066.
- [39] G. Zhou, Z. Li, D. Li, Y. Peng, H. Wang, P. Wu, Misorientation development in continuous dynamic recrystallization of AZ31B alloy sheet and polycrystal plasticity simulation, *Mater. Sci. Eng. A.* 730 (2018) 438–456. doi:10.1016/j.msea.2018.05.095.
- [40] S.M. Fatemi, A. Zarei-Hanzaki, Microband/twin recrystallization during back extrusion of AZ31 magnesium, *Mater. Sci. Eng. A.* 708 (2017) 230–236. doi:10.1016/j.msea.2017.09.134.
- [41] D. Guan, W.M. Rainforth, J. Gao, J. Sharp, B. Wynne, L. Ma, Individual effect of recrystallisation nucleation sites on texture weakening in a magnesium alloy: Part 1- double twins, *Acta Mater.* 135 (2017) 14–24. doi:10.1016/j.actamat.2017.06.015.
- [42] J. Peng, Z. Zhang, Y. Li, W. Zhou, Y. Wu, Twinning-induced dynamic recrystallization and micro-plastic mechanism during hot-rolling process of a magnesium alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 699 (2017) 99–105. doi:10.1016/j.msea.2017.05.037.
- [43] J.H. Kim, B.-C. Suh, T.T.T. Trang, J.H. Hwang, N.J. Kim, Orientations of dynamically recrystallized grains nucleated at double twins in Mg-4Zn-1Sn alloy, *Scr. Mater.* 170 (2019) 11–15. doi:10.1016/j.scriptamat.2019.05.029.
- [44] G.L. Song, A. Atrens, Corrosion mechanisms of magnesium alloys, *Adv. Eng. Mater.* 1 (1999) 11–33. doi:10.1002/(SICI)1527-2648(199909)1:1<11::AID-ADEM11>3.0.CO;2-N.
- [45] J.P.E. Caldeira, *Estudo da Resistência à Corrosão de Ligas de Magnésio para a Indústria Automóvel*, Instituto Superior de Engenharia de Lisboa, 2011.
- [46] G. Song, Recent progress in corrosion and protection of magnesium alloys, *Adv. Eng. Mater.* 7 (2005) 563–586. doi:10.1002/adem.200500013.

- [47] M. Pourbaix, Atlas D'Equilibres Electrochimiques, in: Paris, 1963: pp. 139–145.
- [48] F. jun LIU, Q. sen MENG, Z. sheng LI, Microstructure and properties of alloying coating on AZ31B magnesium alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.* 26 (2016) 2347–2354. doi:10.1016/S1003-6326(16)64353-4.
- [49] Y. Gao, L. Zhao, X. Yao, R. Hang, X. Zhang, B. Tang, Corrosion behavior of porous ZrO₂ ceramic coating on AZ31B magnesium alloy, *Surf. Coatings Technol.* 349 (2018) 434–441. doi:10.1016/j.surfcoat.2018.06.018.
- [50] X. Liu, D. Shan, Y. Song, E. hou Han, Influence of yttrium element on the corrosion behaviors of Mg–Y binary magnesium alloy, *J. Magnes. Alloy.* 5 (2017) 26–34. doi:10.1016/j.jma.2016.12.002.
- [51] S.M. Baek, H.J. Kim, H.Y. Jeong, S.D. Sohn, H.J. Shin, K.J. Choi, K.S. Lee, J.G. Lee, C.D. Yim, B.S. You, H.Y. Ha, S.S. Park, Effect of alloyed Ca on the microstructure and corrosion properties of extruded AZ61 Mg alloy, *Corros. Sci.* 112 (2016) 44–53. doi:10.1016/j.corsci.2016.07.011.
- [52] R. Ma, L. Wang, Y.N. Wang, D.Z. Zhou, Microstructure and mechanical properties of the AZ31 magnesium alloy sheets processed by asymmetric reduction rolling, *Mater. Sci. Eng. A.* 638 (2015) 190–196. doi:10.1016/j.msea.2015.03.093.
- [53] M. Forget, Laminage asymétrique de l'alliage de magnésium AZ31, Université de Grenoble, 2006.
- [54] L.L. Chang, S.B. Kang, J.H. Cho, Influence of strain path on the microstructure evolution and mechanical properties in AM31 magnesium alloy sheets processed by differential speed rolling, *Mater. Des.* 44 (2013) 144–148. doi:10.1016/j.matdes.2012.07.052.
- [55] A. Halloumi, C. Desrayaud, B. Bacroix, E. Rauch, F. Montheillet, A simple analytical model of asymmetric rolling, *Arch. Metall. Mater.* 57 (2012) 425–435. doi:10.2478/v10172-012-0042-3.
- [56] S.H. Zhang, D.W. Zhao, C.R. Gao, G.D. Wang, Analysis of asymmetrical sheet rolling by slab method, *Int. J. Mech. Sci.* 65 (2012) 168–176. doi:10.1016/j.ijmecsci.2012.09.015.
- [57] J.J. Minton, C.J. Cawthorn, E.J. Brambley, Asymptotic analysis of asymmetric thin sheet rolling, *Int. J. Mech. Sci.* 113 (2016) 36–48. doi:10.1016/j.ijmecsci.2016.03.024.
- [58] Y.H. Ji, J.J. Park, Development of severe plastic deformation by various asymmetric rolling processes, *Mater. Sci. Eng. A.* 499 (2009) 14–17. doi:10.1016/j.msea.2007.11.099.

- [59] J.J. Park, Finite-element analysis of severe plastic deformation in differential-speed rolling, *Comput. Mater. Sci.* 100 (2015) 61–66. doi:10.1016/j.commatsci.2014.09.010.
- [60] F.R. Gatto, PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM ELIPSÔMETRO AUTOMATIZADO, UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA, 2008.
- [61] L.L. Fregosi, Medidas de Caracterização para Microeletrônica, (n.d.) 1–14. <http://www.dsif.fee.unicamp.br/~furio/IE607A/Elipsome.pdf> (accessed May 27, 2015).
- [62] L. Li, J. Lei, S. Yu, D. He, W. Qu, F. Pan, In situ ellipsometric studies of formation kinetics of rare earth metal conversion coatings on magnesium alloy, *Phys. Status Solidi Curr. Top. Solid State Phys.* 5 (2008) 1308–1311. doi:10.1002/pssc.200777890.
- [63] L. Li, J. Lei, F. Pan, In Situ Ellipsometric Study on Corrosion of Magnesium Alloys, *Magnes. Alloy. - Corros. Surf. Treat.* (2011) 29–46. doi:10.5772/13668.
- [64] D.C. Montgomery, *Design and Analysis of Experiments*, 8th ed., John Wiley & Sons, Inc., Arizona, 2008.
- [65] I. Hibbitt, Karlsson & Sorensen, *ABAQUS/CAE User's Manual*, Hibbitt, Karlsson Sorensen, Inc. (2000) 1–847.
- [66] Y.H. Ji, J.J. Park, Analysis of thermo-mechanical process occurred in magnesium alloy AZ31 sheet during differential speed rolling, 485 (2008) 299–304. doi:10.1016/j.msea.2007.07.089.
- [67] J. Liu, Z. Cui, C. Li, Modelling of flow stress characterizing dynamic recrystallization for magnesium alloy AZ31B, *Comput. Mater. Sci.* 41 (2008) 375–382. doi:10.1016/j.commatsci.2007.04.024.
- [68] G.C. Barbosa, *Simulação por Elementos Finitos do Processo de Laminação de Tiras a Quente de Aços C-Mn*, Universidade Federal Fluminense, 2014.
- [69] S. Lee, H.J. Ham, S.Y. Kwon, S.W. Kim, C.M. Suh, Thermal conductivity of magnesium alloys in the temperature range from -125 C to 400 C, *Int. J. Thermophys.* 34 (2013) 2343–2350. doi:10.1007/s10765-011-1145-1.
- [70] J.H. Nordlien, S. Ono, N. Masuko, Morphology and Structure of Oxide Films Formed on Magnesium by Exposure to Air and Water, *J. Electrochem. Soc.* 142 (1995) 3320–3322. doi:10.1149/1.2049981.
- [71] D. Zhang, Y. Gou, Y. Liu, X. Guo, A composite anodizing coating containing superfine Al₂O₃ particles on AZ31 magnesium alloy, *Surf. Coatings Technol.* 236 (2013) 52–57. doi:10.1016/j.surfcoat.2013.04.059.
- [72] G. Baiocco, G. Rubino, V. Tagliaferri, N. Ucciardello, Al₂O₃ coatings on magnesium

- alloy deposited by the fluidized bed (FB) technique, *Materials (Basel)*. 11 (2018) 1–15. doi:10.3390/ma11010094.
- [73] J.S. Lu, O.K. Harrer, W. Schwenzfeier, F.D. Fischer, Analysis of the bending of the rolling material in asymmetrical sheet rolling, *Int. J. Mech. Sci.* 42 (2000) 49–61. doi:10.1016/S0020-7403(98)00112-X.
- [74] L. Hao, H. shuang Di, D. yao Gong, Analysis of Sheet Curvature in Asymmetrical Cold Rolling, *J. Iron Steel Res. Int.* 20 (2013) 34–37. doi:10.1016/S1006-706X(13)60094-1.
- [75] S. Wroński, K. Wierzbanowski, M. Wroński, B. Bacroix, Three Dimensional Analysis of Asymmetric Rolling with Flat and Inclined Entry, *Arch. Metall. Mater.* 59 (2014) 585–591. doi:10.2478/amm-2014-0097.
- [76] A. Aboutorabi, A. Assempour, H. Afrasiab, Analytical approach for calculating the sheet output curvature in asymmetrical rolling: In the case of roll axis displacement as a new asymmetry factor, *Int. J. Mech. Sci.* 105 (2016) 11–22. doi:10.1016/j.ijmecsci.2015.10.016.
- [77] Y. TIAN, Y. hui GUO, Z. dong WANG, G. dong WANG, Analysis of Rolling Pressure in Asymmetrical Rolling Process by Slab Method, *J. Iron Steel Res. Int.* 16 (2009) 22–26. doi:10.1016/S1006-706X(09)60055-8.
- [78] J. Liu, R. Kawalla, Influence of asymmetric hot rolling on microstructure and rolling force with austenitic steel, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* 22 (2012) s504–s511. doi:10.1016/S1003-6326(12)61753-1.
- [79] F. Afrouz, A. Parvizi, An analytical model of asymmetric rolling of unbounded clad sheets with shear effects, *J. Manuf. Process.* 20 (2015) 162–171. doi:10.1016/j.jmapro.2015.08.007.
- [80] J. Koike, R. Ohyama, Geometrical criterion for the activation of prismatic slip in AZ61 Mg alloy sheets deformed at room temperature, *Acta Mater.* 53 (2005) 1963–1972. doi:10.1016/j.actamat.2005.01.008.
- [81] L. li GUO, F. FUJITA, Effect of deformation mode, dynamic recrystallization and twinning on rolling texture evolution of AZ31 magnesium alloys, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* 28 (2018) 1094–1102. doi:10.1016/S1003-6326(18)64745-4.
- [82] tienne Martin, R. K., J. J., Deformation Structures and Recrystallization in Magnesium Alloys, *Magnes. Alloy. - Des. Process. Prop.* (2012). doi:10.5772/13023.
- [83] W.P. Jia, X.D. Hu, H.Y. Zhao, D.Y. Ju, D.L. Chen, Texture evolution of AZ31 magnesium alloy sheets during warm rolling, *J. Alloys Compd.* 645 (2015) 70–77.

doi:10.1016/j.jallcom.2015.04.121.

- [84] B. Beausir, S. Biswas, D.I. Kim, L.S. Tóth, S. Suwas, Analysis of microstructure and texture evolution in pure magnesium during symmetric and asymmetric rolling, *Acta Mater.* 57 (2009) 5061–5077. doi:10.1016/j.actamat.2009.07.008.
- [85] X. Li, W. Qi, Effect of initial texture on texture and microstructure evolution of ME20 Mg alloy subjected to hot rolling, *Mater. Sci. Eng. A.* 560 (2013) 321–331. doi:10.1016/j.msea.2012.09.074.