

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica

Nayara Aparecida Neres da Silva

**EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE UMA
LIGA Zn-Al HIPOEUTÉTICA COM ADIÇÕES DE Cu E Mg SUBMETIDA A
FORJAMENTO MULTIDIRECIONAL**

Belo Horizonte

2021

Nayara Aparecida Neres da Silva

**EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE UMA
LIGA Zn-Al HIPOEUTÉTICA COM ADIÇÕES DE Cu E Mg SUBMETIDA A
FORJAMENTO MULTIDIRECIONAL**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Engenharia de Manufatura e Materiais.

Orientador(a): Dr(a). Maria Teresa Paulino Aguilar (UFMG)

Coorientador(a): Dr(a). Elaine Carballo S. Corrêa (CEFET-MG)

Coorientador: Dr. Paulo Roberto Cetlin (UFMG)

Belo Horizonte

2021

S586e

Silva, Nayara Aparecida Neres da.

Evolução microestrutural e comportamento mecânico de uma liga Zn-Al hipoeutética com adições de Cu e Mg submetida a forjamento multidirecional [recurso eletrônico] / Nayara Aparecida Neres da Silva. - 2021.

1 recurso online (108 f. : il., color.) : pdf.

Orientadora: Maria Teresa Paulino Aguiar.

Coorientadores: Elaine Carballo S. Corrêa, Paulo Roberto Cetlin.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 96-108.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia mecânica - Teses. 2. Ligas de alumínio - Teses. 3. Ligas de zinco - Teses. 4. Metais - Deformação - Teses. I. Aguiar, Maria Teresa Paulino. II. Corrêa, Elaine Carballo Siqueira. III. Cetlin, Paulo Roberto, 1946-. IV. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. V. Título.

CDU: 621(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

FOLHA DE APROVAÇÃO

*EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE UMA LIGA ZN-AL HIPOEUTÉTICA
COM ADIÇÕES DE Cu E Mg SUBMETIDA A FORJAMENTO MULTIDIRECIONAL*

NAYARA APARECIDA NERES DA SILVA

Tese submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais, constituída pelos Professores: Dra. Maria Teresa Paulino Aguilar (Orientadora - Departamento de Engenharia de Materiais e Construção Civil/UFMG), Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa (Coorientadora - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), Dr. Paulo Roberto Cetlin (Coorientador - Departamento de Engenharia Mecânica/UFMG), Dr. Antonio Eustáquio de Melo Pertence (Universidade Federal de Minas Gerais/UFMG), Dr. Pedro Henrique Rodrigues Pereira (Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais/UFMG), Dr. Geraldo Lúcio de Faria (Universidade Federal de Ouro Preto/UFOP) e Dr. Pedro Paiva Brito (Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais/PUC-Minas), como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de "**Doutora em Engenharia Mecânica**", na área de concentração de "Engenharia de Manufatura e Materiais".

Tese aprovada no dia 26 de outubro de 2021.



Documento assinado eletronicamente por **Maria Teresa Paulino Aguilar, Professora do Magistério Superior**, em 18/11/2021, às 12:24, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Elaine Carballo Siqueira Corrêa, Usuário Externo**, em 18/11/2021, às 16:45, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Paulo Roberto Cetlin, Professor do Magistério Superior**, em 20/11/2021, às 08:16, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Antônio Eustáquio de Melo Pertence, Usuário Externo**, em 22/11/2021, às 21:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).

Documento assinado eletronicamente por **Pedro Henrique Rodrigues Pereira, Professor do**



Magistério Superior, em 23/11/2021, às 13:45, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Geraldo Lúcio de Faria, Usuário Externo**, em 24/11/2021, às 14:21, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Pedro Paiva Brito, Usuário Externo**, em 24/11/2021, às 16:38, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **1065043** e o código CRC **7CDEAC83**.

Ao professor Carlos Alberto Neres (*in
memorian*), primeiro incentivador.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por me fortalecer e permitir que eu chegasse até aqui, razão atemporal e universal, princípio meio e fim de todas as coisas.

À minha orientadora, professora Maria Teresa P. Aguilar, por sempre apoiar, ensinar, acolher e ouvir.

Ao meu coorientador professor Paulo R. Cetlin, pelo privilégio de poder trabalhar em seu grupo de pesquisa, por todo o conhecimento compartilhado, pelos ensinamentos, pela presença e por todo o suporte dado durante a construção desta pesquisa. É motivo de grande orgulho ter tido a oportunidade de trabalhar com o senhor.

À minha coorientadora e amiga, professora Elaine Carballo S. Corrêa, por todo o apoio, pela estrutura disponibilizada dentro do CEFET-MG, pela dedicação, carinho e amizade construída durante todos estes anos de trabalho, parceria que quero levar para a vida.

Ao professor Pedro Henrique R. Pereira, pela amizade, pelo acolhimento, pelas palavras de incentivo e por acreditar em minha capacidade, por ser sempre humano e gentil, por inspirar!

Ao professor Wellington Lopes pelas contribuições durante a qualificação e por todo apoio de sempre.

Ao técnico Leonardo Meyer Reis do Departamento de Materiais e Construção da UFMG por me auxiliar na realização dos ensaios, por toda solicitude e amizade.

Aos técnicos do CEFET-MG Geraldo Oliveira, Carlos Alberto Cosme, Geovane Almeida, Jorge Wanderson Barbosa por toda assistência e pela gentileza de sempre.

Ao técnico Breno Barbosa do Centro de Microscopia da UFMG por toda a presteza e auxílio na condução das análises por MEV.

Às amigas Paula, Luana e Maria Elisa pela amizade e companheirismo durante esta jornada, certamente a presença de vocês tornou a travessia mais leve.

Aos colegas de laboratório Natanael, Cléber, Olavo, Victor, Getúlio, Bruno, Pedro Martins pelo auxílio na realização de inúmeros ensaios e pelos bons momentos que passamos juntos.

A secretária do PPGMEC, representada pela técnica administrativa Marina, por sempre estar pronta a ajudar.

À amiga Eng. Cintia Braga por todo incentivo desde o princípio de minha trajetória acadêmica e todos os amigos que compreenderam a minha ausência durante a construção deste sonho.

Ao meu namorado Tiago, por me apoiar, dar forças e suportar meus momentos de fraqueza.

Por fim, agradeço aos meus pais Luiz e Elenir, sem vocês nada disso seria possível. Obrigada pelo amor incondicional e por acreditarem em mim sempre.

“Ninguém caminha sem aprender a caminhar, sem aprender a fazer o caminho caminhando, refazendo e retocando o sonho pelo qual se pôs a caminhar.” (Paulo Freire)

RESUMO

Ligas Zn-Al com grãos ultrafinos têm sido produzidas por diferentes técnicas de deformação plástica severa (*severe plastic deformation* – SPD) com o objetivo de melhorar suas propriedades superplásticas, que são favorecidas pelo refino de grão e aumento da porcentagem de contornos de alto ângulo de desorientação. Neste contexto, a presente pesquisa propôs avaliar a evolução microestrutural e o comportamento mecânico de uma liga hipoeutética Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg, comercialmente conhecida como Zamac 8, processada por até 23 ciclos de forjamento multidirecional (MDF), à temperatura ambiente, com amplitude de deformação de ~30% por passe. O MDF é uma técnica de SPD simples e que apresenta diversas vantagens quando comparada a outros métodos. A evolução microestrutural foi avaliada por análises de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX) para diferentes ciclos de MDF, enquanto o comportamento mecânico foi avaliado por ensaios de dureza, compressão com mudanças de velocidade de deformação e microtração. Após uma deformação total (ϵ) de ~20,7 os tamanhos de grão nos componentes η -Zn primário, eutético e eutetóide foram reduzidos para ~0,25, 0,4 e 0,3 μm , respectivamente, partindo-se de tamanho de grão inicial de até 53 μm . O metal apresentou bandas de cisalhamento, maclas profundas e encruamento no primeiro ciclo de MDF, além disso, deformação adicional até $\epsilon \approx 7$ promoveu um refinamento significativo do grão da fase η -Zn, juntamente com a redução da tensão de fluxo devido a ocorrência de deslizamento de contornos de grão. Posteriormente, o fluxo plástico ocorreu sob tensão constante e o amaciamento tornou-se novamente prevalente para $\epsilon > 12$. Os componentes individuais da liga Zn-Al hipoeutética apresentaram diferentes cinéticas de endurecimento e refinamento de grãos, de modo que as mudanças microestruturais são observadas pela primeira vez nas áreas do η -Zn primário e, sucessivamente, nos domínios eutetóide e eutético. Com base na dureza média de cada um dos componentes, a regra das misturas foi usada para estimar a resistência global do material após MDF. Apesar de os resultados mostrarem tendências semelhantes, é revelado que a regra das misturas superestima as tensões de fluxo em comparação a curva tensão-deformação *in-situ*. Isso enfraquece a hipótese de isodeformação e sugere que a deformação se concentra e nas áreas de menor resistência nos estágios de amaciamento do processo de MDF.

Palavras-chave: Deformação plástica severa. Forjamento multidirecional (MDF). Fluxo de amaciamento. Refino de grão. Liga Zn-Al.

ABSTRACT

Ultrafine-grained Zn-Al alloys have been produced by different severe plastic deformation (SPD) techniques to improve its superplastic properties, which are favored by grain refinement and the increase in the percentage of high angle grain boundaries. In this context, the present research evaluated of microstructural evolution and mechanical behavior of a hypoeutectic Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg alloy, commercially known as Zamak 8, processed by up to 23 cycles of room-temperature multi-directional forging (MDF) with strain amplitude of ~30%; MDF is a simple SPD technique and has several advantages when compared to other techniques. The microstructural characterization was conducted by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) analysis, while the mechanical behavior was evaluated by hardness test, compression tests with changes in strain rate and microtensile tests. Experiments were performed to examine the flow behavior and microstructural evolution in a Zn-Al-Cu-Mg alloy processed by up to 23 cycles of multi-directional forging (MDF). After a total strain (ϵ) of ~20.7 the grain sizes in the primary η -Zn, eutectic and eutectoid components were reduced to ~0.25, 0.4 and 0.3 μm , respectively, starting from the initial grain size of up to 53 μm . The metal exhibits profuse shear banding and twinning and undergoes work hardening in the 1st MDF cycle. Further straining up to $\epsilon \approx 7$ promotes significant grain refinement in η -Zn phase together with strain softening due to occurrence of grain boundary sliding. Afterwards, the plastic flow occurs under a constant stress and flow softening is again prevalent for $\epsilon > 12$. The individual components in the Zn-Al hypoeutectic alloy display different hardening kinetics and grain refinement such that the microstructural changes are first observed in the primary η -Zn areas and subsequently in the eutectoid and eutectic domains. Based on the average hardness in each component, the rule of mixtures was used to estimate the overall material strength after MDF. Although the results show similar trends to those obtained experimentally, it is observed that the rule of mixtures overestimates the flow stresses compared with the in-situ stress-strain curve. This undermines the hypothesis of iso-strain and suggests that deformation concentrates in the weaker areas in the flow softening stages of MDF processing.

Keywords: Severe plastic deformation. Multi-directional forging. Flow softening. Grain refinement. Zn-Al alloy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema de um processamento em ECAP mostrando (a) os três planos ortogonais x, y e z; (b) rotas de processamento por ECAP indicando as diferentes formas de rotação para a amostra.	27
Figura 2. Representação esquemática de (a) tensão de cisalhamento atuando no plano de cisalhamento e (b) ângulos entre os canais no processo ECAP.	28
Figura 3. Microestrutura de Al puro submetida a 4 passes de ECAP a partir de diferentes rotas: (a) Rota A; (b) Rota B e (c) Rota C. Tamanho médio de grãos e subgrãos (d) Rota A, (e) Rota B e (f) Rota C.	29
Figura 4. Representação esquemática do processamento por HPT: (a) componentes do processo; (b) em condições não restritas; (c) restritas e (d) quase restritas.	30
Figura 5. MEV e estatística de distribuição de tamanho de grão de amostras (a) e (b) de ECAP no plano Y e (c) e (d) da seção transversal do disco de HPT a uma distância de $\pm 3,5$ mm do centro: dw é a largura média das faixas de grãos.	31
Figura 6. Representação esquemática do processo de MDF livre (a) e o procedimento de rotação das amostras (b).	32
Figura 7. Representação esquemática do processo de MDF em matriz confinada (a) CCDC, (b) procedimento de rotação das amostras, (c) CCDP e (d) MDCF.	34
Figura 8. Microestrutura da região central de amostras da liga (Mg-3%Al-1%Zn) processada por MDF. (a) 3 compressões; (b) 9 compressões; (c) 27 compressões; (d) 36 compressões. .	35
Figura 9. Macroestruturas de corpos de prova de alumínio submetidos a diferentes passes de MDF: (a) 2 passes; (b) 3 passes; (c) 6 passes; (d) 12 passes; (e) 15 passes e (f) 24 passes.	35
Figura 10. Diagrama de fases binário Zn-Al.	38
Figura 11. Diagrama ternário isotérmico Zn-Al-Cu a 20°C.	39
Figura 12. Microestrutura típica de liga Zn-7%Al-3%Cu: (a) em estado bruto de fusão e (b) mapeamento químico por raio X - Zn (c) Al e (d) Cu.	40
Figura 13. Diagrama de equilíbrio de fases para ligas (a) Zn-4%Al-0,03%Mg-xCu e (b) Zn-4,3%Al-0,6%Cu-xMg.	41
Figura 14. Microestrutura de ligas Zn-4,3%Al-0,6%Cu-xMg: (a) $x = 0,04\%$ Mg; (b) $x = 0,21\%$ Mg; (c) $x = 0,31\%$ Mg e (d) MEV da estrutura eutetóide da liga com 0,31% Mg.	42

Figura 15. Microestrutura de ligas contendo Cu e Mg em sua composição e as diferentes fases formadas: (a) Zn-4%Al-3%Cu; (b) Zn-4%Al-3%Cu-0,5%Mg e (c) Zn-4%Al-2,6%Cu-0,5%Mg.....	42
Figura 16. Formação de precipitados: (a) descontínuos na região de contorno de grão formados em liga Zn-2,5%Cu envelhecida por 150 h a 100°C; (b) de Widmannstätten formados em liga Zn-2,0%Cu envelhecida por 150 h a 250°C e (c) de Widmannstätten e esferoidizados em liga Zn-2,0%Cu tratada por 150 h a 300°C.....	43
Figura 17. Curva TTT para a liga Zn-2,0%Cu de tamanho de grão médio 90 μm, mostrando o início (i) e fim (f) dos precipitados descontínuos (D), de Widmannstätten (W) e esferoidizados (E) e o efeito da cinética de transformação no crescimento do tamanho de grão.....	44
Figura 18. Microestrutura de liga comercial Zamac 8 com adição de cobre apresentando precipitado ε em região interdendrítica em diferentes amplitudes.....	45
Figura 19. (a) Microestrutura da liga Zn-21,2%Al-1,9%Cu extrudada e (d) após TT a 350°C por 1 h e têmpera; (b) liga Zn-4,0%Al-2,6%Cu-0,5%Mg em EBF e (e) após TT a 300°C por 24 h; (c) liga Zn-21%Al-2%Cu em EBF e (f) após TT a 350°C por 24 h e resfriada ao ar. η: fase rica em Zn (HC); η + α: estrutura eutetóide lamelar; τ': fase estável (Al ₄ Cu ₃ Zn) precipitado; α = β's: estrutura eutética (CFC) saturada rica em Al.	45
Figura 20. Efeito do teor de Al (a) no limite de resistência e (b) no alongamento.	47
Figura 21. Maclas de deformação na liga Zn-4,3%Al-0,59%Cu-0,31%Mg deformada com ε = 6 x 10 ⁻⁶ s ⁻¹	48
Figura 22. Curva tensão verdadeira – deformação verdadeira da liga Zn-4,3%Al-0,59%Cu-0,31%Mg a temperatura ambiente e a 85°C, com taxa de deformação de 5x10 ⁻⁴ s ⁻¹	48
Figura 23. Comportamento do Zn deformado a 20, 40 e 60°C: a) Relação entre a velocidade de deformação e a tensão; b) Energia de ativação para a deformação e c) Relação entre o estado estacionário de tensão e a velocidade de deformação normalizada para o intervalo de temperatura 20-60°C.	49
Figura 24. (a) Contribuição relativa na deformação por deslizamento de contornos de grão total para as diferentes interfaces (Zn-Zn, Zn-Al, Al-Al) em função da taxa de deformação após 30% de alongamento a 473 K; (b) microestrutura típica apresentada pela liga deformada para a taxa de deformação 1,0x10 ⁻³ , (c) 1,0x10 ⁻² e (d) 1,0x10 ⁻¹	50
Figura 25. Micrografias MEV e mapas AFM de indentação nas estruturas eutetóides (η + α) e fase primária de Zn, η, as indentações foram realizadas a 25 ° C a uma taxa de deformação de 0,1 s ⁻¹ (a) - (c), 85 ° C a uma taxa de deformação de 0,1 s ⁻¹ (d) - (f), 85 ° C a uma taxa de	

deformação de $0,01 \text{ s}^{-1}$ (g) - (h) e uma carga máxima de 25 mN. (a), (d), (g) são imagens MEV com vestígios de deformação impostos; (b), (e) e (h) são as imagens AFM correspondentes com setas vermelhas apontando para os traços da superfície; (c) e (f) são o mapa IPF correspondentes.....	51
Figura 26. Liga Zn-24Al-2Cu após processamento por MDF (a) a temperatura ambiente, (b) a 100°C e três passes e (c) a 200°C e seis passes.	54
Figura 27. Fluxo térmico exotérmico da liga eutetóide (Zn-22%Al-2%Cu) submetida ao aquecimento a 350°C durante 4 dias (a) envelhecimento a 50°C e (b) a 200°C	55
Figura 28. Curva DSC da liga Zn-22%Al-2%Cu tratada termicamente a 380°C durante 24 horas.	56
Figura 29. Mudanças na microdureza de ligas Zn-Al: (a) com diferentes composições químicas e (b) de amostras laminadas a frio durante envelhecimento à temperatura ambiente.....	56
Figura 30. Relação entre a dureza e o tamanho de grão de (a) uma liga Zn-22%Al e (b) Zn-22%Al-0,3%Cu.	57
Figura 31. Variação da dureza de acordo com a quantidade de deformação aplicada: (a) para amostras no estado bruto de fusão (EBF) e homogeneizada da liga Zn-22%Al-2%Cu e (b) para amostras homogeneizadas das ligas Zn-22%Al e Zn-22%Al-0,3%Cu.....	58
Figura 32. Representação esquemática das etapas da pesquisa.	59
Figura 33. Esquema de corte dos corpos de prova (a) lingote adquirido comercialmente e (b) corpo de prova de MDF extraído do lingote.	60
Figura 34. Esquema de corte dos corpos de prova para caracterização microestrutural e mecânica.....	61
Figura 35.(a) Corpo de prova de tração retirado de corpo de prova de MDF e (b) corpo de prova de tração retirado da região central do material processado.	61
Figura 36. (a) Matriz de MDF com base e punção e (b) máquina universal de ensaios.	62
Figura 37. Representação esquemática do processo de forjamento multidirecional.	63
Figura 38. Posições das medidas de dureza representadas esquematicamente por círculos preenchidos para a distribuição de dureza (a) ao longo da linha central e (b) um quarto do plano X.....	65
Figura 39. Curvas tensão x deformação individuais e cumulativa para amostras de Zn-3,8Al-2,3Cu-0,4 Mg processadas por 23 ciclos de MDF com $\Delta\epsilon \approx 0,3$	69
Figura 40. Sensibilidade a velocidade de deformação, m, em função da deformação verdadeira cumulativa para amostras em estado bruto de fusão e após processada por MDF da liga Zn-	

3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg submetidas ao teste de salto de velocidade a temperatura ambiente usando as velocidades de deformação $\sim 4 \times 10^{-4}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	70
Figura 41. Curvas tensão em função da deformação verdadeira da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 1, 8 e 23 ciclos de MDF tracionado até a fratura a (a), (c) e (e) 25°C e (b), (d) e (f) 200°C.	71
Figura 42. Corpos de prova da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 1 ciclo de MDF a temperatura ambiente e tracionada até a ruptura a (a) 25°C e (b) 200°C.	73
Figura 43. Corpos de prova da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 8 ciclos de MDF a temperatura ambiente e tracionada até a ruptura a (a) 25°C e (b) 200°C.	73
Figura 44. Corpos de prova da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 23 ciclos de MDF a temperatura ambiente e tracionada até a ruptura a (a) 25°C e (b) 200°C.	74
Figura 45. Distribuição de dureza Vickers medidas na seção média das amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por 1, 2, 4, 8, 12 e 23 ciclos de MDF a temperatura ambiente.	74
Figura 46. Mapas de contornos codificados por cores da distribuição de dureza ao longo de um quadrante da seção média do plano de amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 1, 2, 4, 8, 12 e 23 ciclos de MDF a temperatura ambiente.	75
Figura 47. Variação das médias de dureza para cada um dos componentes da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg imediatamente antes e após o processamento por 1, 2, 4, 8, 12 e 23 ciclos de MDF.	76
Figura 48. Imagens de MO e MEV mostrando os diferentes (a) (b) e (c) componentes e (d) fases dentro da microestrutura da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg em estado bruto de fusão.	77
Figura 49. Imagens de MO exibindo a distribuição geral das fases e constituintes na região de borda das amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por até 23 ciclos de MDF.	78
Figura 50. Imagens de MO exibindo a distribuição geral das fases e constituintes na região central das amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por até 23 ciclos de MDF.	79
Figura 51. Imagens de MEV mostrando a distribuição geral das fases e constituintes no centro das amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por até 23 ciclos de MDF.	80
Figura 52. Imagens de MEV mostrando a morfologia e o tamanho das fases e constituintes dentro dos constituintes eutético e eutetóide no centro de amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por até 23 ciclos de MDF.	81

Figura 53. Difratoograma da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg em estado bruto de fusão.	82
Figura 54. Difratoograma da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por até 23 ciclos de MDF.	83
Figura 55. Esquema dos tipos de <i>strain broadening</i> em pico de difração (a) antes de sofrer alteração; (b) causado por defeitos unidimensionais e (c) causado por defeitos planares, tais como maclas.	84
Figura 56. (a) Imagens de microscopia óptica da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg no estado bruto de fusão e tratada termicamente a 350°C e (b) curvas $\sigma_{\text{máx}}$ do metal tratado até o início do trincamento após duas compressões de MDF.	86
Figura 57. Comparação entre a tensão de fluxo estimada com base na regra das misturas usando os valores médios de dureza dos componentes isoladamente e a curva de fluxo cumulativa para a liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada em até 23 ciclos de MDF.	88
Figura 58. Representação esquemática da evolução microestrutural da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg submetida a 23 ciclos de MDF em que: (a) estado bruto de fusão; (b) 1 MDF; (c) 2 MDF; (d) 8 MDF e (e) após 23 MDF.	89

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Dureza Brinell de ligas hipoeutéticas Zn-4%Al.....	47
Tabela 2. Resultados obtidos para diferentes processamentos de SPD e métodos convencionais de deformação disponíveis na literatura.....	53
Tabela 3. Dados para a energia de ativação da reação exotérmica na liga eutetóide Zn-Al envelhecida após têmpera.	55
Tabela 4. Composição química (% em peso) da liga estudada.	60
Tabela 5. Tamanho de grão e fração das interfaces Zn-Zn, Zn-Al e Al-Al para os diferentes constituintes na liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 23 ciclos de MDF.	82
Tabela 6. Dados reportados na literatura para deformação acumulada (ϵ), tamanho de grão (d) e dureza Vickers (HV) para ligas Zn-Al processadas por diferentes técnicas SPD.....	92

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

AFM – Microscopia de Força Atômica

ARB – *Accumulative Roll Bonding* – União por Laminação Cumulativa

CCDC – *Cyclic Channel Die Compression* – Compressão Multiaxial Cíclica em Matriz Confinada (estado plano de deformação)

CCDP – *Confined Channel Die Pressing* – Compressão Multiaxial Cíclica em Matriz Confinada (estado plano de deformação)

CP – Corpo de Prova

DRX – Difração de Raios X

EBF – Estado Bruto de Fusão

ECAP – *Equal Channel Angular Pressing* – Extrusão Angular em Canais Iguais

HC – Hexagonal Compacta

HPT – *High Pressure Torsion* – Torção sob Elevada Pressão

m – Sensibilidade à taxa de Deformação

MAC – *Multi-axial Compression* – Compressão Multiaxial

MDF – *Multi-Directional Forging* – Forjamento Multidirecional

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MO – Microscópio Óptico

SPD – *Severe Plastic Deformation* – Deformação Plástica Severa

TA – Temperatura ambiente

T_H – Temperatura homóloga

$\dot{\epsilon}$ – Taxa de deformação

ϵ_{ECAP} – Deformação efetiva imposta no ECAP

ϵ_{HPT} – Deformação efetiva imposta no HPT

ϵ_{MDF} – Deformação efetiva média imposta no MDF

$\Delta\epsilon$ – Amplitude de deformação plástica

α -Al – Fase rica em Al

β – Fase rica em Al (acima de 277°C – diagrama de equilíbrio)

ε – Precipitado metaestável (CuZn₄)

η -Zn – Fase primária rica em Zn

τ' – Precipitado estável (Al₄Cu₃Zn)

Φ – Ângulo interno de interseção entre canais na matriz de ECAP

Ψ – Ângulo associado ao arco externo de curvatura no ponto onde os canais se interceptam na matriz de ECAP

ρ – Densidade de discordâncias

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	21
2 OBJETIVOS	23
2.1 Objetivo geral	23
2.2 Objetivos específicos	23
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	24
3.1 Deformação plástica severa	24
<i>3.1.1 Considerações gerais</i>	24
<i>3.1.2 Extrusão angular por canais iguais</i>	26
<i>3.1.3 Torção sob elevada pressão</i>	30
<i>3.1.4 Forjamento multidirecional</i>	32
3.2 Ligas de zinco	36
<i>3.2.1 Microestrutura de ligas Zn-Al</i>	37
<i>3.2.2 Cinética de precipitação Cu-Zn</i>	43
<i>3.2.3 Propriedades mecânicas e mecanismos de deformação plástica de ligas Zn-Al</i>	46
<i>3.2.4 Deformação plástica severa de ligas Zn-Al</i>	52
3.3 Estabilidade térmica de ligas Zn-Al	54
4 MATERIAIS E MÉTODOS	59
4.1 Descrição geral do trabalho	59
4.2 Material	59
4.3 Confeção dos corpos de prova	60
4.4 Forjamento multidirecional	62
4.5 Caracterização microestrutural	63
<i>4.5.1 Microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	63
<i>4.5.2 Difração de raios X (DRX)</i>	64
4.6 Caracterização mecânica	64

4.6.1 Ensaio de microdureza e ultramicrodureza.....	64
4.6.2 Teste de compressão com mudança de velocidade	65
4.6.3 Microtração.....	66
5 RESULTADOS.....	69
5.1 Comportamento mecânico	69
5.2 Evolução microestrutural	77
6 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	85
6.1 Evolução da curva de fluxo $\sigma\epsilon$ e dureza	85
6.2 Propriedades mecânicas do material e dos componentes individualmente.....	87
6.3 Microestrutura e mecanismos de deformação	88
7 CONCLUSÕES	95
7.1 Sugestões para trabalhos futuros	96
REFERÊNCIAS	97

1 INTRODUÇÃO

O estudo de ligas Zn-Al vem sendo desenvolvido há décadas com o objetivo de avaliar a influência da composição e distribuição das fases, do tamanho e da forma dos grãos, bem como as características dos contornos de alto ângulo na deformação plástica destes materiais (DA COSTA *et al.*, 2009; DEMIRTAS *et al.*, 2015c). Especial importância tem sido dada à obtenção dessas ligas com microestrutura de grãos ultrafinos, diante do potencial apresentado por algumas delas em desenvolver comportamento superplástico a elevadas taxas de deformação, mesmo à temperatura ambiente (DEMIRTAS *et al.*, 2015b; TANAKA, T. *et al.*, 2003; XIA *et al.*, 2008).

Diferentes técnicas de deformação plástica severa (*severe plastic deformation – SPD*) têm sido utilizadas para a produção de ligas Zn-Al com o objetivo de melhorar suas propriedades superplásticas, as quais são favorecidas pelo refino de grão e aumento da porcentagem de contornos de alto ângulo de desorientação (DEMIRTAS *et al.*, 2018). Dentre os diversos métodos de SPD, dois tipos de processamento são mais comumente utilizados para esses materiais: a extrusão angular em canais iguais (*equal channel angular pressing – ECAP*) e a torção sob elevada pressão (*high pressure torsion – HPT*) (FURUKAWA *et al.*, 1998; VALIEV; LANGDON, 2006). Em geral, essas técnicas diferem tanto nos aspectos físicos das deformações quanto no tamanho dos corpos de prova (FARAJI; KIM; KASHI, 2018).

Outra técnica conhecida de deformação plástica severa é o forjamento multidirecional (*multi-directional forging – MDF*) também intitulado compressão multiaxial (*multi-axial compression – MAC*). Em relação aos demais tipos de processamento, o MDF é um método relativamente simples e o único que permite a obtenção das curvas tensão-deformação verdadeiras para cada passe de compressão (SAKAI, TAKU *et al.*, 2014). Além disso, a menor severidade do processo seria responsável por produzir microestruturas mais estáveis termicamente quando comparadas àquelas processadas por ECAP (GUBICZA *et al.*, 2011; HECZEL *et al.*, 2018).

Considerando o diagrama de fases binário Zn-Al, é possível notar a presença de três regiões principais resultantes de reações eutética, eutetóide e monotetóide. As ligas mais estudadas têm sido a eutética (Zn-5%Al) e a eutetóide (Zn-22%Al), por apresentarem uma microestrutura bifásica que dificulta o crescimento excessivo dos grãos em elevadas temperaturas (DEMIRTAS *et al.*, 2018). Existem ainda as ligas formadas na região eutética ou pró-eutética contendo cobre e magnésio em sua composição, conhecidas como Zamac, que, devido às suas boas combinações de propriedades, apresentam grande aplicabilidade na

fabricação de componentes mecânicos e dispositivos elétricos/eletrônicos como, por exemplo, sistemas de travamento, carcaças de motor limpador, travas de cilindro, ajustadores de molas em bicicletas, engrenagens, componentes de relógios etc (POLA; TOCCI; GOODWIN, 2020).

Poucos estudos cobrindo o processamento por MDF de ligas Zn-Al são encontrados na literatura. Além disso, dificuldades vêm sendo relatadas no processamento desses materiais por SPD à temperatura ambiente, principalmente naqueles contendo outros elementos de liga em sua composição (SHARATH; UDUPA; KUMAR, 2017). O processamento de ligas Zamac pela técnica de MDF apresenta-se como sendo de interesse técnico e científico pela facilidade de processamento sem aquecimento e a possibilidade de fornecer melhor compreensão sobre o fluxo plástico dessas ligas complexas por meio da inspeção das curvas tensão-deformação ($\sigma \times \epsilon$) e suas correlações com as microestruturas geradas. Ademais, sabe-se que ligas Zamac com teor de cobre acima de 1% já teriam este elemento na forma de precipitados e acredita-se que esta microestrutura apresente partículas suficientemente pequenas para dificultar o crescimento de grão e promover maior estabilidade térmica (HERNÁNDEZ-RIVERA *et al.*, 2017).

Neste contexto, esta investigação foi iniciada para examinar a evolução microestrutural e o comportamento mecânico durante a deformação de uma liga Zn-Al-Cu-Mg hipoeutética processada através de MDF à temperatura ambiente usando uma amplitude de deformação ($\Delta\epsilon$) de 0,3 até 23 ciclos. A cinética de refinamento e a resistência mecânica de cada constituinte foram medidos e discutidos em detalhes, bem como os mecanismos de deformação em diferentes estágios de processamento. Ressalta-se que parte dos resultados apresentados nesta tese foram publicados no artigo:

NERES DA SILVA, N. A.; PEREIRA, P. H. R.; CORRÊA, E. C. S.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Microstructural evolution and mechanical properties in a Zn – Al – Cu – Mg hypoeutectic alloy processed by multi-directional forging at room temperature. *Materials Science & Engineering A*, v. 801, p. 140420, 2021.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Estudar a evolução microestrutural e o comportamento mecânico da liga hipoeutética Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg após processamento por forjamento multidirecional (MDF) à temperatura ambiente com amplitude de deformação ($\Delta\varepsilon \sim 0,30$) por passe.

2.2 Objetivos específicos

Com o propósito de se atingir o objetivo geral, os seguintes objetivos específicos foram estabelecidos:

- (i) Analisar influência do MDF no comportamento mecânico da liga processada;
- (ii) Identificar o efeito do processamento por MDF nas alterações microestruturais provocadas na liga;
- (iii) Estudar a participação individual dos componentes microestruturais no desempenho mecânico da liga.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Deformação plástica severa

Técnicas de deformação plástica severa (SPD) vêm sendo exploradas por diversos pesquisadores ao redor do mundo há pelo menos 30 anos, e têm sido aplicadas aos mais diferentes materiais com o objetivo de obter um notável refino de grão em sólidos cristalinos (FIGUEIREDO; LANGDON, 2012; GOLOUJEH; SOLTANPOUR, 2021; LANGDON, 2013; TOTH; GU, 2014; VALIEV *et al.*, 2006; VALIEV; ALEXANDROV, 2000). De acordo com Langdon (2011), o início do desenvolvimento científico do SPD foi marcado pelo trabalho de Bridgman (1937), que combinou a compressão e a deformação por cisalhamento para investigar os efeitos de elevadas pressões no volume do material, método atualmente conhecido como HPT (*High Pressure Torsion*). Neste artigo, Bridgman descreveu o refinamento microestrutural após processamento e identificou o que ele chamou de refino de grão extremo, conhecido hoje por tamanho de grão nanométrico. Posteriormente, nas décadas de 1970 e 1980, Segal e seus colaboradores introduziram um novo método de conformação mecânica severa, denominado ECAP (*Equal Channel Angular Pressing*), o qual consiste em impor elevadas deformações em tarugos de metais por cisalhamento simples (SEGAL, 1974; SEGAL *et al.*, 1981). Segundo Segal (2018), o número total de técnicas SPD excedem 60 e o desenvolvimento de novos métodos é esperado para o futuro.

As diferenças relevantes entre os métodos de deformação severa são em relação à tensão imposta, à geometria da peça de trabalho, à deformação aplicada por passe e à carga de processamento necessária. Sob o ponto de vista da forma do material, os processos SPD são adequados para a conformação de chapas, componentes tubulares e tarugos (FARAJI; KIM, 2017). Dentre os métodos mais comuns de deformação plástica severa estão: extrusão angular por canais iguais (*Equal Channel Angular Pressing* - ECAP) (VALIEV; LANGDON, 2006), torção sob elevada pressão (*High Pressure Torsion* - HPT) (ZHILYAEV; LANGDON, 2008), compressão multiaxial – (*Multi-axial Compression* - MAC), também conhecida como MDF (*Multi-directional Forging*) (KAPOOR *et al.*, 2013; SAKAI, TAKU *et al.*, 2014), e a união por laminação cumulativa (*Accumulative Roll Bonding* – ARB) (KAMIKAWA; SAKAI; TSUJI, 2007).

3.1.1 Considerações gerais

Sabe-se que dentre os diversos fatores que influenciam as propriedades físicas e mecânicas de policristais, o tamanho médio dos grãos é importante. A relação entre a resistência mecânica de materiais policristalinos, representada pelo limite de escoamento (σ_y), e o tamanho de grão (d) é regida pela equação de Hall-Petch (Equação 1):

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (1)$$

em que σ_0 é a tensão de atrito e k_y uma constante. A equação indica o aumento da resistência mecânica com a redução do tamanho de grão (HALL, 1951; PETCH, 1953).

Para regimes a alta temperatura, é conveniente expressar a taxa de deformação sob condições de estado estacionário a partir da relação apresentada na Equação 2 (LANGDON, T. G., 1994, 2002, 2005):

$$\dot{\varepsilon} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (2)$$

em que D é o coeficiente de difusão [$= D_0 \exp(-Q/RT)$], D_0 refere-se ao fator pré-exponencial independente da temperatura, Q a energia de ativação para a difusão, R a constante real dos gases, T a temperatura absoluta, G o módulo de cisalhamento, b o vetor de Burgers, k a constante de Boltzmann, σ a tensão aplicada, ρ e n são constantes definidas como expoente do inverso do tamanho de grão e expoente da tensão, respectivamente, e A uma constante adimensional. De acordo com a Equação 2, tamanhos de grãos menores resultam em elevadas taxas de deformação para uma mesma tensão aplicada, podendo propiciar ao material a capacidade de se comportar superplasticamente, tornando-o interessante para aplicação em operações de conformação industrial (VALIEV *et al.*, 1997).

Processos de deformação plástica severa surgiram como uma alternativa para a melhoria das propriedades mecânicas de metais a partir da formação de uma estrutura de grãos ultrafinos sem que ocorram quaisquer alterações substanciais da forma e dimensões da peça deformada, o que no passado era conseguido apenas com adição de elementos de liga e/ou aplicação de complexos tratamentos termomecânicos (ROSOCHOWSKI, 2017). A fragmentação dos grãos ocorre como resposta à tensão cisalhante aplicada e a interseção mútua entre as subestruturas formadas no material (DIETER, 1981; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Processamentos por SPD permitem a obtenção de uma microestrutura homogênea e com maior grau de

refinamento final com a aplicação de diferentes rotas e geometrias da matriz. Destaca-se ainda que os métodos são relativamente simples e de baixo custo operacional (FARAJI; KIM; KASHI, 2018).

Contudo, se por um lado a engenharia de SPD envolve a prática de novas técnicas de conformação que resultam em descobertas de oportunidades pouco usuais no controle de estrutura e propriedades dos materiais, vários conceitos de deformação plástica severa estão associados a métodos específicos de deformação. Por outro lado, os efeitos do SPD aplicado dependem fortemente da mecânica do processamento e sabe-se que alterações nas condições de contorno das diferentes técnicas de deformação plástica severa e no projeto da ferramenta podem levar a resultados diversos (ROSOCHOWSKI, 2017).

De maneira geral, processamentos por deformação plástica severa apresentam fortes limitações em termos de aplicabilidade industrial; grande parte das pesquisas e desenvolvimento em SPD são realizadas em escala laboratorial, com amostras de tamanho reduzido e maquinário relativamente simples. Em razão disso, esforços significativos são necessários para a expansão e comercialização da engenharia de SPD com viabilidade para aplicações industriais (BAGHERPOUR *et al.*, 2018; ROSOCHOWSKI, 2017).

A seguir, serão discutidos três importantes processos de SPD: o ECAP, o HPT e o MDF, sendo o último o foco de desenvolvimento do presente estudo.

3.1.2 *Extrusão angular por canais iguais*

A extrusão angular em canais iguais (ECAP) é o método mais popular de deformação plástica severa. Apesar de ter sido introduzida há pelo menos 40 anos, apenas a partir dos anos 1990 a técnica recebeu atenção fora do meio científico (FERRASSE *et al.*, 2008; SEGAL, 2005). O ECAP tem motivado o interesse de aplicação do processo em escala industrial, pois apresenta potencial para produzir metais com granulação ultrafina e submicrométrica, com propriedades únicas (FARAJI; KIM; KASHI, 2018).

A técnica consiste basicamente em pressionar, com o auxílio de um punção, uma amostra de seção usualmente quadrada ou circular, em uma matriz contendo dois canais de seção transversal igual dispostos em um ângulo $\phi \geq 90^\circ$. A amostra, cujas dimensões são pouco menores que as dos canais, é cisalhada ao passar pela interseção entre os canais, conforme esquematizado na Figura 1a. Ao ser retirado da matriz, o material pode ser reintroduzido no canal sem rotação, caracterizando a rota A, ser girado em 180° , rota C, girado em 90° na mesma

direção, sendo chamada de rota B_C, ou ainda, girado em 90° em sentido diferente, denominada como rota B_A (Figura 1b) (KAPOOR, 2017).

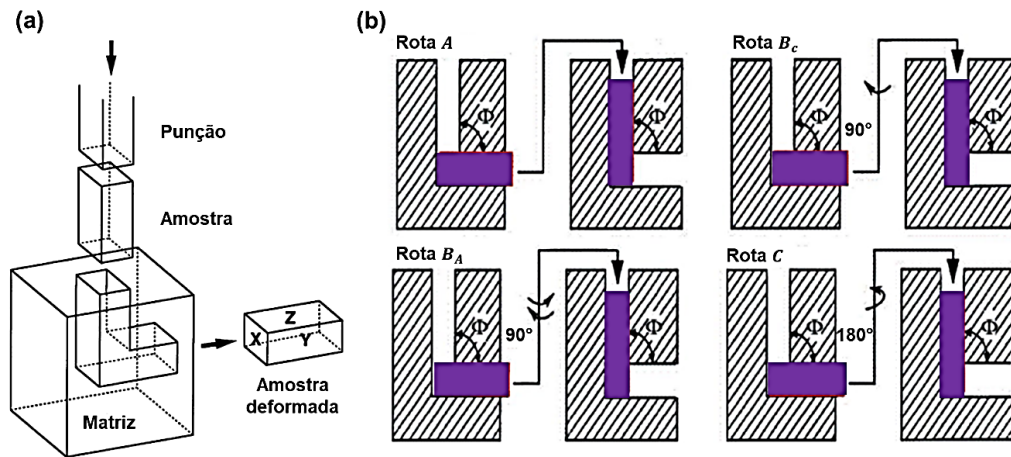


Figura 1. Esquema de um processamento em ECAP mostrando (a) os três planos ortogonais x, y e z; (b) rotas de processamento por ECAP indicando as diferentes formas de rotação para a amostra.

Fonte: NAKASHIMA *et al.*, 2000; SKLENICKA *et al.*, 2013 (Adaptado).

Amostras submetidas ao processamento por ECAP experimentam uma deformação por cisalhamento simples, ao passar pela interseção dos canais, conforme representado esquematicamente na Figura 2a. A partir da geometria dos canais da matriz, Iwahashi *et al.* (1996) calculou a deformação experimentada pelo elemento em um passe de ECAP a partir da Equação 3:

$$\varepsilon_{ECAP} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi + \Psi}{2} \right) + \Psi \csc \left(\frac{\Phi + \Psi}{2} \right) \right] \quad (3)$$

em que Φ e Ψ são os ângulos entre os canais e podem ser identificados na Figura 2b. Nota-se que para $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ $\varepsilon_{ECAP} = 1,15$.

A microestrutura de metais obtida após ECAP apresenta considerável grau de refinamento após o primeiro passe. Além disso, a redução do tamanho dos grãos aparenta ser independente da velocidade de processamento aplicada. Contudo, a microestrutura resultante depende da rota escolhida (FURUKAWA; NEMOTO; LANGDON, 2001). Oh-ishi *et al.* (1998) observaram que a evolução de uma microestrutura mais homogênea, composta de grãos equiaxiais circundados por contornos de alto ângulo, é obtida mais rapidamente quando a rota B_C é empregada. As diferenças apresentadas como consequência da rota de processamento

escolhida são justificadas pelo plano e tensão de cisalhamento, a textura induzida por deformação e a estrutura cristalina do material (ZHU; LOWE, 2000).

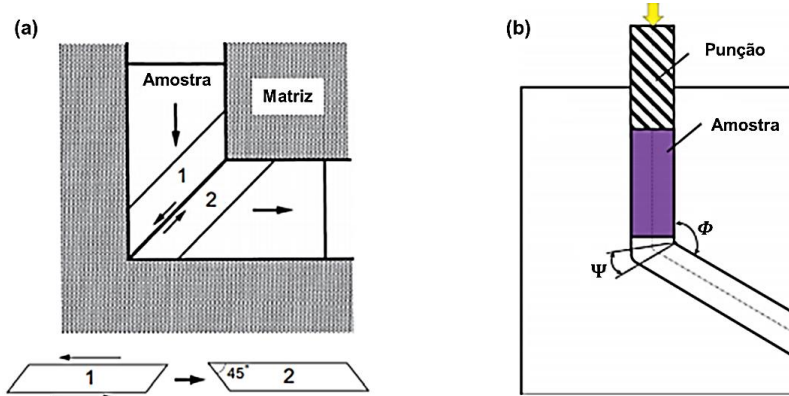


Figura 2. Representação esquemática de (a) tensão de cisalhamento atuando no plano de cisalhamento e (b) ângulos entre os canais no processo ECAP.

Fonte: FARAJI; KIM; KASHI, 2018; NAKASHIMA *et al.*, 2000 (Adaptado).

A microestrutura final de amostras de Al puro submetidas a diferentes rotas de ECAP obtida por Iwahashi *et al.* (1998) é apresentada, como exemplo, nas Figuras 3a, 3b e 3c. A estrutura mais homogênea alcançada pela rota B pode ser claramente observada. Os tamanhos médios dos grãos resultante do processamento por 1, 2, 3 e 4 passes de ECAP em rotas distintas para o mesmo material são exibidas nas Figuras 3d, 3e e 3f. Iwahashi *et al.* (1998) reportaram que subgrãos de tamanhos maiores são geralmente encontrados ao longo do eixo z e os menores na direção y quando a rota aplicada era A ou C. Para a rota B, a presença de contornos de alto ângulo é predominante.

Considerando os fatores de influência na determinação da microestrutura de metais submetidos ao ECAP, Yamashita *et al.* (2000) estudaram os efeitos da temperatura de processamento de amostras de alumínio puro, Al-3%Mg e Al-3%Mg0,2%Sc realizados sob monitoramento até a temperatura de 300 °C. Os resultados deste estudo apontaram uma tendência de crescimento dos grãos com o aumento da temperatura. Além disso, foi notado que a fração de contornos de baixo ângulo aumentou com a elevação da temperatura e a transição para formação de contornos de alto ângulo foi fortemente influenciada pela composição química dos materiais estudados.

A evolução microestrutural de metais submetidos à deformação plástica em condições de elevada temperatura depende da velocidade de deformação instantânea ($\dot{\epsilon}$). Neste sentido, a relação entre essas variáveis é frequentemente representada pelo parâmetro de Zener-Hollomon, que, por sua vez, está relacionado à severidade da deformação, de modo que seu

aumento é associado a condições desfavoráveis para a eliminação de defeitos por recuperação e recristalização. O parâmetro de Zener-Hollomon pode ser obtido conforme Equação 4, aplicável para as diferentes técnicas SPD, incluindo o ECAP (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004):

$$Z = \dot{\epsilon} e^{\left(\frac{Q}{RT}\right)} \quad (4)$$

em que Q representa a energia de ativação e R a constante universal dos gases.

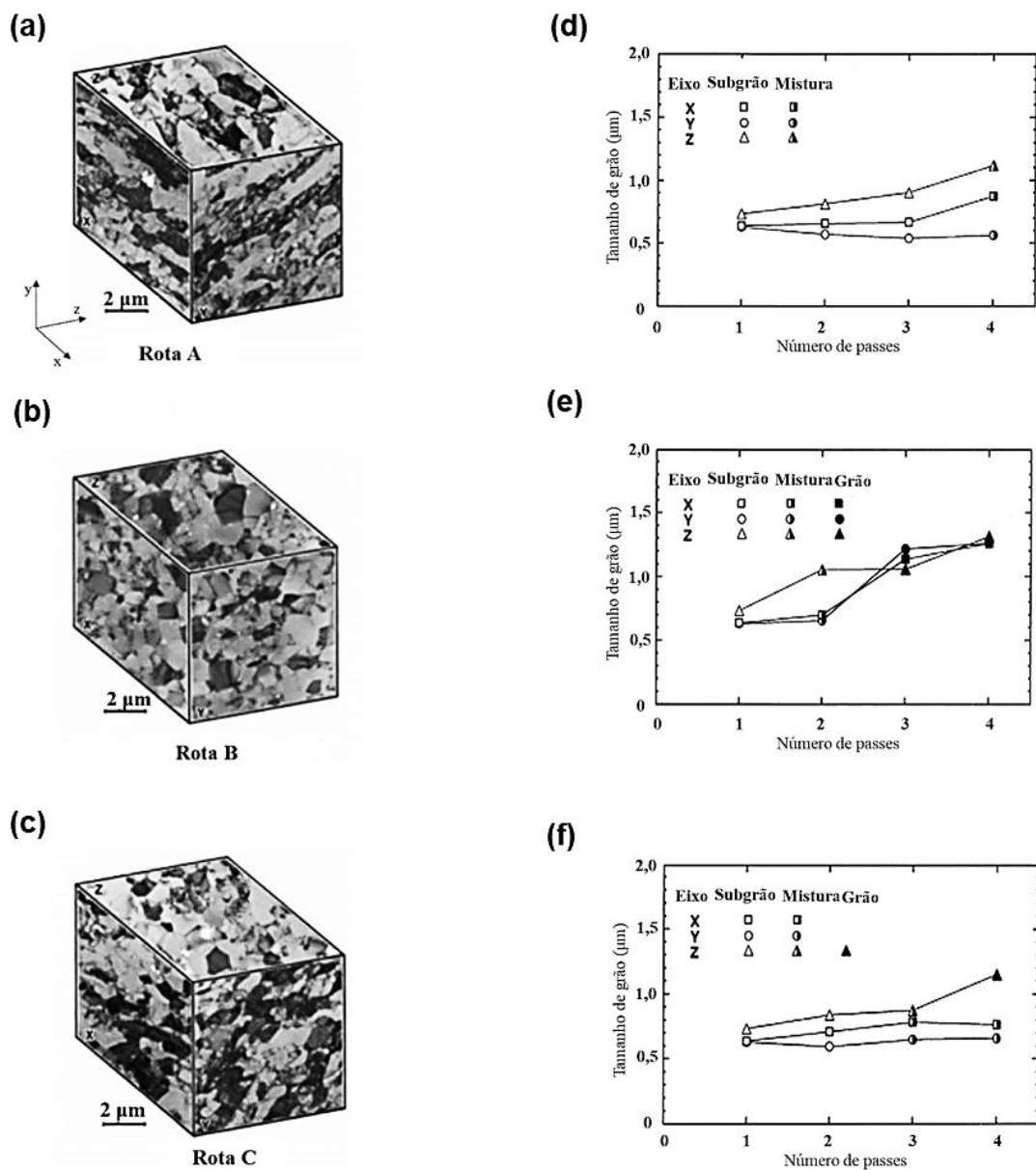


Figura 3. Microestrutura de Al puro submetida a 4 passes de ECAP a partir de diferentes rotas: (a) Rota A; (b) Rota B e (c) Rota C. Tamanho médio de grãos e subgrãos (d) Rota A, (e) Rota B e (f) Rota C.

Fonte: IWAHASHI *et al.*, 1998 (Adaptado).

3.1.3 Torção sob elevada pressão

Introduzido por Bridgman (1937), o processo de torção sob elevada pressão (HPT) ganhou significância apenas nas últimas três décadas, quando foi notada a oportunidade de se obter materiais nanoestruturados com melhoria de suas propriedades mecânicas a partir deste tipo de operação. Os princípios do HPT são ilustrados esquematicamente na Figura 4. A amostra consiste em um disco fino, localizado entre dois cilindros, sobre o qual é imposta uma elevada carga de compressão; essa carga reduz a espessura do disco, enquanto um dos cilindros realiza um movimento de rotação a velocidade constante. A rotação dos cilindros e as forças de atrito nas superfícies de contato da amostra deformam o disco por torção e a deformação por cisalhamento ocorre sob pressão hidrostática (ZHILYAEV; LANGDON, 2008).

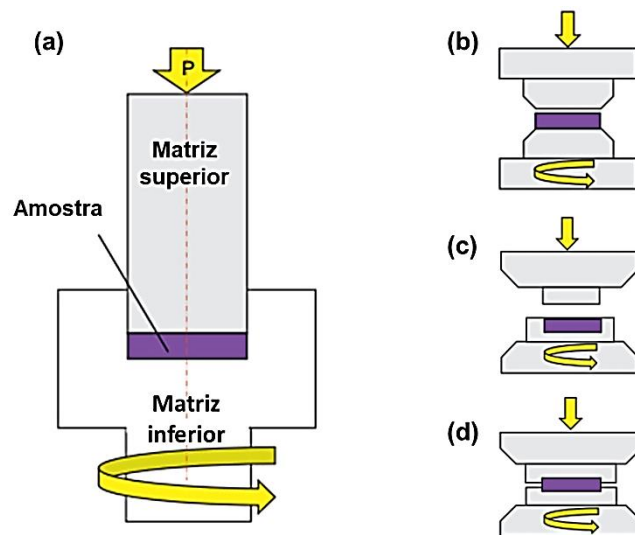


Figura 4. Representação esquemática do processamento por HPT: (a) componentes do processo; (b) em condições não restritas; (c) restritas e (d) quase restritas.

Fonte: FARAJI; KIM; KASHI, 2018 (Adaptado).

Segundo Figueiredo *et al.* (2012), a alta pressão imposta no HPT e a grande diferença proporcional entre as dimensões do diâmetro do disco e sua espessura ajudam a manter a estabilidade da amostra, prevenindo o surgimento de trincas e permitindo que o material experimente um elevado grau de deformação. A deformação efetiva à qual a amostra é submetida pode ser expressa pela Equação 5 (VALIEV *et al.*, 1996):

$$\varepsilon_{HPT} = \frac{2\pi NR}{h\sqrt{3}} \quad (5)$$

em que N representa o número de revoluções, R é a distância radial medida a partir do centro do disco e h é a espessura do disco.

De acordo com a Equação 5, a deformação tende a aumentar com o aumento do raio do disco, tornando a deformação heterogênea. Além disso, os discos processados por HPT são deformados por carga e descarga resultando em uma distribuição não homogênea de deformação nas peças de trabalho, de modo que a deformação efetiva seja maior perto das bordas (PEREIRA, *et al.*, 2015). No entanto, tem sido observado que a elevação do número de ciclos favorece a homogeneidade da microestrutura resultando em grãos de tamanhos na faixa de sub-100 nm com quantidade significativa de contornos de alto ângulo (ZHILYAEV; LANGDON, 2008). Tian *et al.* (2011) observaram que uma microestrutura mais refinada da liga Cu-8%Ag era obtida no processamento por HPT quando comparada aos resultados alcançados pelo ECAP, conforme representado pela Figura 5.

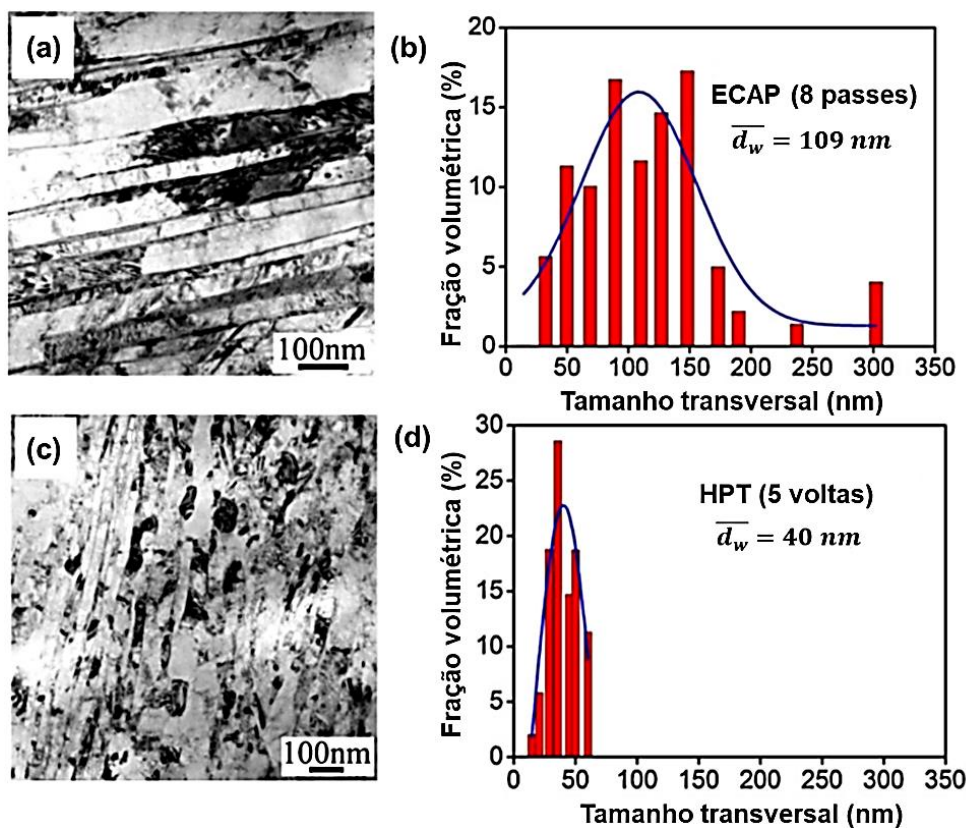


Figura 5. MEV e estatística de distribuição de tamanho de grão de amostras (a) e (b) de ECAP no plano Y e (c) e (d) da seção transversal do disco de HPT a uma distância de $\pm 3,5$ mm do centro: \bar{d}_w é a largura média das faixas de grãos.

Fonte: TIAN *et al.*, 2011 (Adaptado).

3.1.4 Forjamento multidirecional

O forjamento multidirecional (MDF) é outra técnica de processamento por SPD que, apesar de ter recebido menor atenção quando comparada a outros métodos de deformação plástica severa, está dentre as mais simples, de menor custo e mais promissora para aplicação industrial (KISHCHIK *et al.*, 2018). O método consiste em comprimir a amostra sequencialmente ao longo de três eixos ortogonais, rotacionando-a em 90° após cada compressão. Ao final de cada três compressões (chamado de um ciclo de MDF), as amostras retornam às suas dimensões originais (KAPOOR, 2017). A amplitude de deformação por passe geralmente varia de 0,2 a 0,7 (KISHCHIK *et al.*, 2018). Esta técnica foi originalmente proposta por Sachs e Schiebold (1925) e, desde então, vem sendo utilizada por vários pesquisadores em suas diversas configurações, incluindo processamento por meio de compressões em matriz confinada (ALMEIDA *et al.*, 2020; FLAUSINO, P. C. A. *et al.*, 2019; KAPOOR *et al.*, 2013; KUNDU *et al.*, 2008).

Uma das variações da técnica conhecida como MDF livre consiste em comprimir uniaxialmente a amostra deixando suas faces livres. O principal problema com esse processo é a menor pressão hidrostática ou a existência de tensões de tração nas superfícies livres, sendo este um fator limitante para o número máximo de ciclos a serem realizados, relacionado à heterogeneidade de deformação (FARAJI; KIM; KASHI, 2018). O MDF livre leva à distorção da amostra e à obtenção inadequada de curvas tensão x deformação (ARMSTRONG; HOCKETT; SHERBY, 1982; ZHU, Q. F. *et al.*, 2014). Além disso, a técnica requer que o material tenha suas faces retificadas após cada passe com a finalidade de torná-las planas novamente (KAPOOR, 2017). Na Figura 6 é representado um esquema do MDF livre.

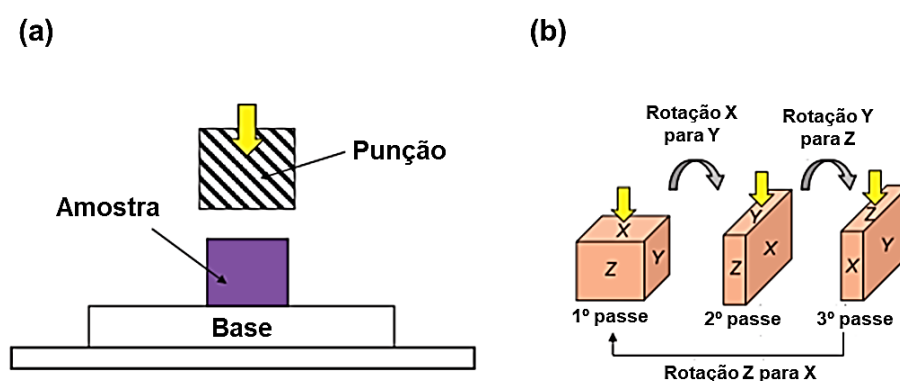


Figura 6. Representação esquemática do processo de MDF livre (a) e o procedimento de rotação das amostras (b).
Fonte: FARAJI; KIM; KASHI, 2018 (Adaptado).

Dentre as variantes do processo que envolvem o confinamento do material, a compressão cíclica em matriz de canal confinado (*Confined Channel Die Compression* - CCDC) consiste na restrição da amostra apenas em uma única direção normal à direção de compressão e ao longo da direção de deformação plana (KUMAR; RAGHU, 2015; KUNDU *et al.*, 2008). Por outro lado, o CCDP (*Confined Channel Die Pressing*) restringe o material em ambas as direções normais à direção de compressão (BERGHAMMER *et al.*, 2011; KAPOOR *et al.*, 2013). Este último permite que o material comprimido tenha as tensões de tração nas superfícies externas minimizadas, além da obtenção de uma maior precisão dimensional e uma microestrutura mais refinada (FARAJI; KIM; KASHI, 2018). No entanto, neste método, a deformação também ocorre na condição de estado plano.

Ressalta-se que o processamento por CCDP pode ser realizado em diferentes rotas, de maneira similar ao ECAP. Neste caso, é classificada como rota I aquela em que o material é rotacionado em 90° em torno da direção transversal do canal, enquanto a rota II refere-se à rotação da amostra em 90° primeiramente na direção transversal, seguida da rotação em 90° na direção normal. Ainda que ambos os processos, CCDC e CCDP, consistam em compressões no estado plano de deformação, eles diferem entre si em relação a forma de confinamento da amostra pela matriz e a disposição das paredes (VORHAUER; PIPPAN, 2004). Picos na tensão de fluxo são observados para as curvas $\sigma \times \varepsilon$ obtidas nos processos de MDF livre e CCDC/CCDP, contudo, pouco se é discutido a respeito. Beyerlein; Alexander e Tomé (2007) associaram tal comportamento à influência do caminho de deformação ao estudar a anisotropia plástica em alumínio e cobre.

O método de MDF confinado, também chamado de MDCF, desenvolvido recentemente e utilizado por Almeida *et al.* (2020) e Flausino *et al.* (2019, 2020), permite que a amostra se expanda nas duas direções ortogonais à direção de compressão, até que ocorra o contato com as paredes da matriz. As quatro paredes da matriz impedem o abaulamento do material e permitem que a deformação ocorra no estado triaxial. A folga existente entre o material e as paredes da matriz permite que o escoamento ocorra em ambas as direções. Tal qual o CCDP, o MDCF restringe, a partir de certo ponto, o fluxo plástico do material comprimido (FLAUSINO *et al.*, 2019).

Além disso, o MDCF, apresenta um caminho de deformação similar ao do MDF livre, permitindo ainda a obtenção das curvas tensão de fluxo para cada passe de compressão. O processo permite a eliminação da necessidade de reusinagem periódica dos corpos de prova e tem sido aplicado com sucesso para produzir estruturas de granulação fina em alumínio e cobre

(ALMEIDA *et al.*, 2020; FLAUSINO *et al.*, 2019, 2020). Neste tipo de processamento, os picos de tensão característicos das demais variantes do processo de MDF, não aparecem de maneira pronunciada (ALMEIDA *et al.*, 2020).

A representação esquemática dos diferentes processos em matriz confinada é exibida na Figura 7.

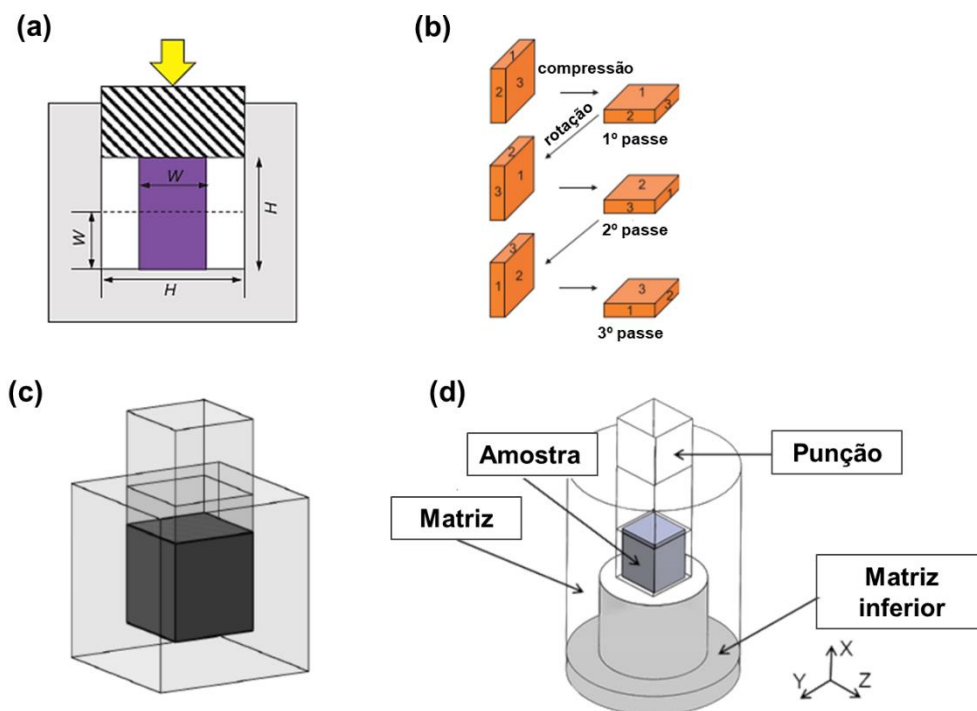


Figura 7. Representação esquemática do processo de MDF em matriz confinada (a) CCDP, (b) procedimento de rotação das amostras, (c) CCDP e (d) MDCF.

Fonte: ALMEIDA, 2017; ALMEIDA *et al.*, 2020; FARAJI; KIM; KASHI, 2018 (Adaptado).

A obtenção de materiais com grãos ultrafinos a partir do processo de MDF tem sido reportada por diversos pesquisadores (HUANG, H.; ZHANG, 2016; KOBAYASHI *et al.*, 2007; METAYER *et al.*, 2014; SHAKHOVA *et al.*, 2014). Huang e Zhang (2016) processaram uma liga (Mg-3%Al-1%Zn) por MDF na variação CCDP a diferentes temperaturas obtendo uma estrutura ultrafina e homogênea após 36 compressões a 350°C (Figura 8). Zhang *et al.* (2010) submeteram a liga (Al-5%Zn-1,6%Mg) ao processamento por CCDP obtendo uma estrutura efetivamente refinada composta principalmente por células com diâmetro médio de 100-200 nm e subgrãos, após 6-18 passes de CCDP.

Metayer *et al.* (2014) reportaram uma boa combinação de resistência mecânica e ductilidade em uma liga Mg-1,5%Si após 5 passes de CCDP. Além disso, a técnica foi utilizada para refino e homogeneização a partir da quebra da estrutura bruta de fusão. ZHU *et al.* (2014)

observaram uma heterogeneidade na distribuição de deformação ao longo de uma amostra de alumínio puro submetida ao MDF livre. Os autores notaram que ao alcançar 6 passes de compressão era formada uma zona de grãos finos em forma de X no centro da amostra, e, com o avanço da deformação, a microestrutura da região em forma de X tendeu a se espalhar por todo o volume do material. No entanto, a diferença de estrutura entre a borda e o centro foi mantida mesmo após 24 passes de MDF, conforme pode ser observado na Figura 9.

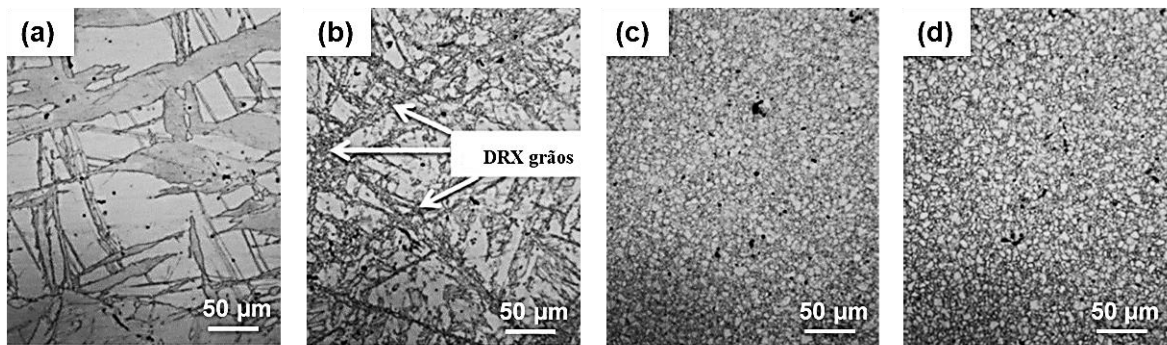


Figura 8. Microestrutura da região central de amostras da liga (Mg-3%Al-1%Zn) processada por MDF. (a) 3 compressões; (b) 9 compressões; (c) 27 compressões; (d) 36 compressões.

DRX: Recristalização dinâmica.

Fonte: HUANG, H.; ZHANG, 2016.

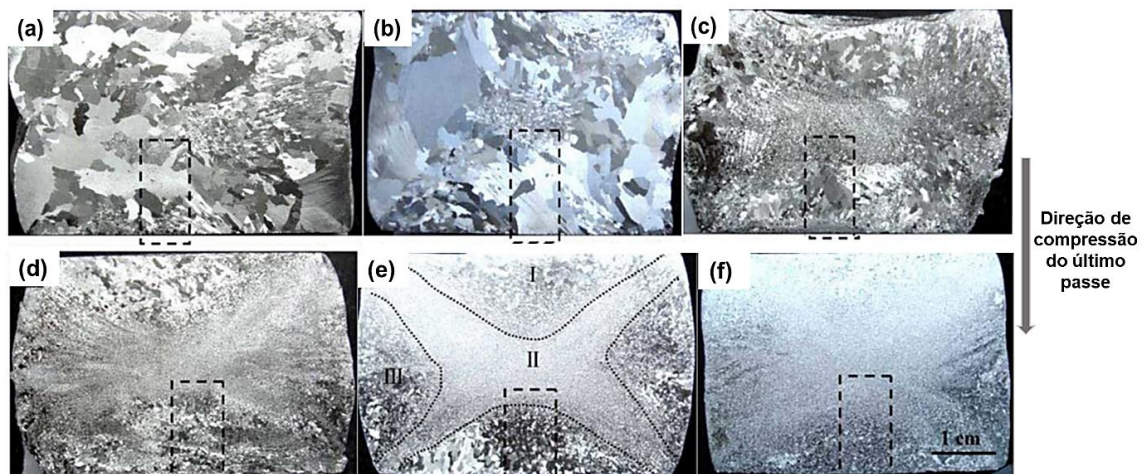


Figura 9. Macroestruturas de corpos de prova de alumínio submetidos a diferentes passes de MDF: (a) 2 passes; (b) 3 passes; (c) 6 passes; (d) 12 passes; (e) 15 passes e (f) 24 passes.

Fonte: ZHU *et al.*, 2014.

A deformação efetiva média imposta pelo MDF, em cada passe de compressão, pode ser calculada a partir da Equação 6 (TAO *et al.*, 2012):

$$\varepsilon_{MDF} = \left| \ln \left(\frac{h_0}{h} \right) \right| \quad (6)$$

em que h_0 e h representam a altura inicial e final do corpo de prova, respectivamente.

A deformação cíclica imposta no MDF e, conseqüentemente, a alteração no caminho de deformação, influencia de maneira acentuada a microestrutura e as propriedades mecânicas dos materiais submetidos a este tipo de processamento, podendo resultar em situações de amaciamento ou encruamento, a depender da estrutura inicial do material. De acordo com Feltner e Laird (1967), metais recozidos tendem a endurecer, enquanto materiais encruados tendem a amaciar quando submetidos a alterações no caminho de deformação, visto que a estrutura de discordâncias está diretamente ligada a este tipo de mudança. Estudo realizado por de Faria *et al.* (2016) aponta o amaciamento do alumínio comercialmente puro submetido a MDF após pré-deformação por ECAP, além disso, a taxa de encruamento é aumentada em carregamento monotônico subsequente, levando o material a uma recuperação considerável. Tal comportamento é associado à estabilização da estrutura de discordâncias em arranjos menos energéticos com maior fração de contornos de alto ângulo.

O processamento por MDF poderia ser aplicado em escala industrial. Contudo, a utilização de equipamentos com potência elevada e, muitas vezes, a necessidade de aplicação de temperatura elevada, que por sua vez pode resultar em uma microestrutura de grãos grosseiros, têm se tornado fatores limitantes para o uso do método (MONTAZERI-POUR; PARSA; MIRZADEH, 2015).

3.2 Ligas de zinco

As propriedades mecânicas das ligas de zinco as tornam substitutas atrativas para o ferro fundido e ligas de cobre em muitas aplicações estruturais (GOODWIN, 2018). Em processos de fundição, as ligas de zinco apresentam propriedades interessantes como boa fluidez e baixa temperatura de fusão, além de dispensar o uso de atmosferas protetoras ou fluxo de gás (ABOU EL-KHAIR; DAOUD; ISMAIL, 2004). As primeiras ligas Zn-Al utilizadas para fins comerciais foram desenvolvidas na década de 20 pela New Jersey Zinc Company e desde então inúmeras delas vem sendo produzidas, encontrando aplicabilidade em diversas áreas da engenharia (ZHU, Y. H., 2004).

Ligas Zn-Al possuem grande aplicabilidade para as indústrias automotiva, elétrica e eletrônica, pois combinam boa resistência ao desgaste, propriedades anticorrosivas e superplásticas (ABOU EL-KHAIR; DAOUD; ISMAIL, 2004; AHMED, 2006; DEMIRTAS *et*

al., 2015b; MURPHY; SAVASKAN, 1984; SAVAŞKAN, T.; PÜRÇEK; MURPHY, 2002). Além disso, trata-se de materiais de baixo custo e boa usinabilidade comparado à metais com propriedades semelhantes (GOODWIN, 2018).

Adições de Cu e Mg são comumente requeridas para que as propriedades das ligas Zn-Al sejam melhoradas. Cobre, em geral, é adicionado para aumentar o desempenho da liga em termos de resistência mecânica, dureza e resistência ao desgaste, bem como seu comportamento sob fluência, a partir dos mecanismos de endurecimento por precipitação e/ou solução sólida (ZHU, Y. H.; LEE; TO, 2003a). Ligas Zn-Al-Cu, frequentemente contendo 3-4% Al e 0-3% Cu, apresentam melhor desempenho em termos de resistência mecânica com o aumento do teor de Cu (KALLIEN; LEIS, 2011). Pequenas quantidades de Mg também são importantes para inibir a corrosão intergranular pela formação da fase Mg_2Zn_{11} , além de serem efetivas no aumento da dureza e resistência mecânica da liga e refinamento das lamelas do constituinte eutetóide de ligas Zn-Al (DA COSTA *et al.*, 2009; KRUPIŃSKA *et al.*, 2010; WU *et al.*, 2016; YAO *et al.*, 2016).

Dentre as ligas de zinco mais populares estão as ligas Zamac ou Zamak, que têm seu nome proveniente dos elementos presentes em sua composição (zinco, alumínio, magnésio e cobre). Foram desenvolvidas na década de 30 por pesquisadores alemães, durante a segunda guerra mundial, como potenciais substitutas de ligas tradicionais, como bronze e ligas de alumínio (SAVAŞKAN, TEMEL; HEKIMOĞLU, 2014). A família de ligas Zamac tem impulsionado o estudo em torno das mudanças microestruturais e transformações de fase que ocorrem durante vários processos térmicos e termomecânicos aos quais são submetidas, visando atender às crescentes demandas de aplicação dessas ligas na indústria (ZHU, 2004).

3.2.1 Microestrutura de ligas Zn-Al

De acordo com o diagrama de fases binário Zn-Al, apresentado na Figura 10, é possível classificar as ligas Zn-Al em três categorias: hipoeutético (Zamac), hipereutético (ZA12, ZEP) e hipereutetóide (ZA27, Alzen 205) (POLA; TOCCI; GOODWIN, 2020). O alumínio possui solubilidade apreciável no zinco; em 5% em peso de Al e 381°C ocorre a reação eutética de formação da fase rica em zinco, η , cuja estrutura cristalina é hexagonal compacta (HC) e solubilidade máxima de 1,2%Al, em coexistência com a fase, β , cúbica de face centrada (CFC), rica em Al. Com o avanço do resfriamento, a 277°C e 22% de alumínio, β sofre transformação eutetóide surgindo um constituinte lamelar composto da fase α , com baixo teor de Zn, e da fase η , rica em Zn (MOSTAED *et al.*, 2018).

No entanto, a adição de elementos de liga pode modificar as temperaturas de transformação de fases, as quantidades relativas e a composição química de cada uma delas, além de promover a precipitação de compostos intermetálicos (DA COSTA *et al.*, 2009; VILLEGAS-CARDENAS; SAUCEDO-MUÑOZ; LOPEZ-HIRATA, 2014). Abou El-Khair; Daoud; Ismail (2004) reportaram ainda a redução da temperatura eutética pela adição desses elementos.

As transformações de fases de ligas Zn-Al-Cu próximas à composição eutetóide tem sido relatadas por diversos pesquisadores (VILLEGAS-CARDENAS; SAUCEDO-MUÑOZ; LOPEZ-HIRATA, 2014; ZHU, Y. H., 2004). Ao contrário do alumínio, o cobre possui baixa solubilidade em zinco, o que resulta em alta concentração de cobre no líquido eutético ao final da solidificação.

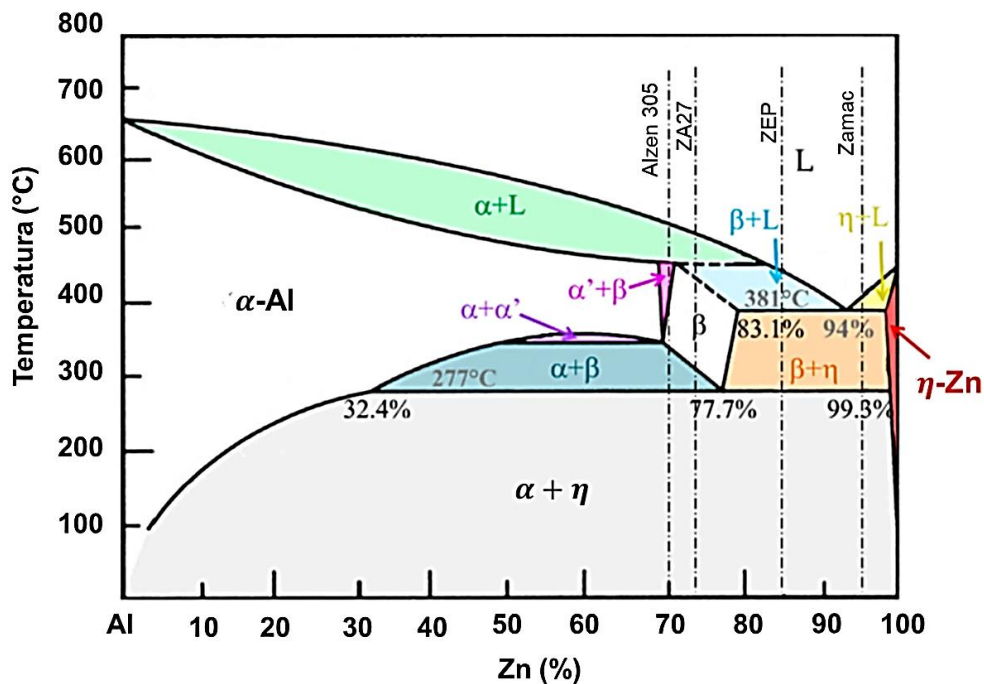


Figura 10. Diagrama de fases binário Zn-Al.
 α – constituinte lamelar rico em Al; η – fase rica em Zn; β – fase rica em Al presente na região intercrítica.
 Fonte: POLA; TOCCI; GOODWIN, 2020 (Adaptado).

No corte isotérmico a 20°C do diagrama ternário Zn-Al-Cu (Figura 11), nota-se a formação das fases α , η e τ' , em que τ' é a fase estável ($\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$) a baixas temperaturas e possui estrutura romboédrica (RAGHAVAN, 2010). Algumas reações envolvendo as transformações de fase em determinadas temperaturas também são indicadas na Figura 11. Quando a concentração de cobre excede 1% em peso, é possível a ocorrência do precipitado metaestável ϵ (CuZn_4), com estrutura hexagonal compacta. A formação deste componente na

forma de precipitado produz uma diminuição no teor de cobre da matriz, reduzindo o efeito de endurecimento por solução sólida. Além disso, as partículas do precipitado ε são mais duras e frágeis que a matriz, aumentando a dureza desta matriz e também sua tendência à formação de trincas (LIANG *et al.*, 2019; SAVAŞKAN, T.; TURHAL, 2003). Para altos teores de Cu é possível a ocorrência da fase estável θ (CuAl_2) (VILLEGAS-CARDENAS; SAUCEDO-MUÑOZ; LOPEZ-HIRATA, 2014).

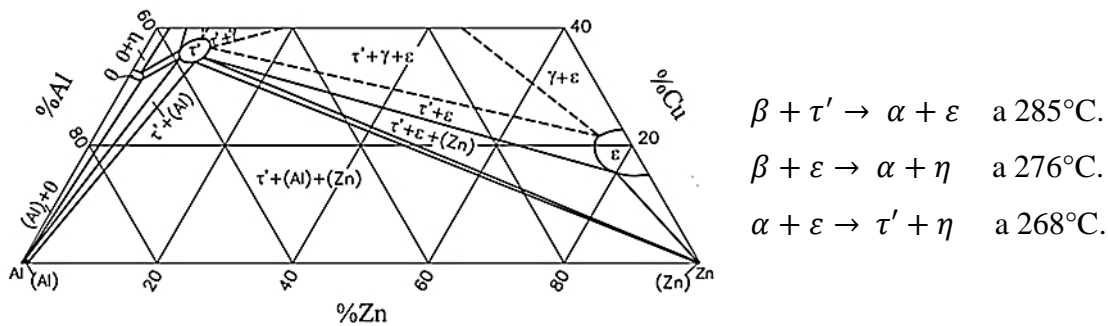


Figura 11. Diagrama ternário isotérmico Zn-Al-Cu a 20°C.

Fonte: RAGHAVAN, 2010 (Adaptado).

Zhu (2004) reportou que para temperaturas abaixo de 268°C ocorre a reação envolvendo as fases α , ε , η e τ' . Durante a solidificação, as camadas mais externas da fase β se decompõem rapidamente devido à alta difusividade dos átomos de Zn em relação aos de Al. Por outro lado, as camadas mais internas aparecem como uma estrutura lamelar fina. As fases η (rica em Zn), ε (CuZn_4) e α (rica em Al) são finalmente solidificadas formando grande quantidade da estrutura eutetóide. A microestrutura da liga Zn-7%Al-3%Cu no estado bruto de fusão é apresentada na Figura 12, na qual é possível notar as diferentes morfologias adquiridas pela fase β saturada após transformação de fases ($\beta'_s \rightarrow \alpha'_T + \eta'_T + \varepsilon$), onde α'_T (rica em Al) e η'_T (rica em Zn) são metaestáveis e o mapeamento químico do material no estado bruto de fusão (ZHU; LEE; TO, 2003).

Zhu; Lee e To (2003) reportaram a ocorrência de transformação de fases induzida por deformação em uma liga Zn-7%Al-3%Cu submetida a ensaios de tração a 150°C. A cinética de decomposição da fase η'_T e de transformação de fases pela reação $\alpha + \varepsilon \rightarrow \tau' + \eta$ foi claramente acelerada ao se comparar o comportamento da liga submetida ao envelhecimento a 150°C sem a aplicação de tensão em estudo prévio dos mesmos autores (ZHU, Y. H.; LEE; TO, 2003a). Verificou-se ainda que a fratura se dava nos contornos de grão do constituinte eutetóide ($\eta + \alpha$) devido à sua baixa coerência estrutural.

Segundo Nová; Nováková e Machuta (2010), a temperaturas mais baixas ocorre a desintegração da fase rica em alumínio; no entanto, não se sabe a influência do cobre neste fenômeno. A solubilidade do cobre e do alumínio em zinco sólido diminui a partir da temperatura eutética; a 274°C a solubilidade de Al é de 0,9%, enquanto a de Cu é 1,9%. Abaixo da temperatura eutética, as fases η , α e ϵ estão em equilíbrio.

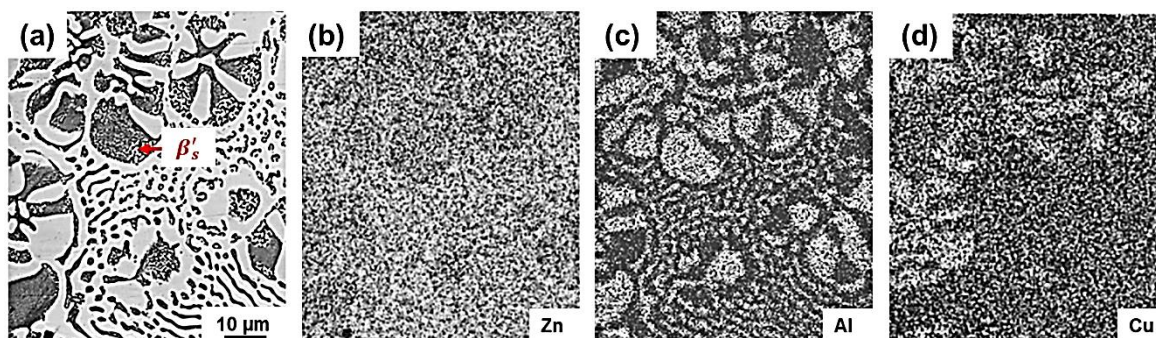


Figura 12. Microestrutura típica de liga Zn-7%Al-3%Cu: (a) em estado bruto de fusão e (b) mapeamento químico por raio X - Zn (c) Al e (d) Cu.

Fonte: ZHU; LEE; TO, 2003 (Adaptado).

Liang *et al.* (2019) obtiveram, por simulação termodinâmica computacional, diagramas de equilíbrio de fases para ligas Zn-Al contendo Cu e Mg (Figura 13), em que, para temperaturas mais baixas, verifica-se a presença da fase ternária Al_5Cu_4Zn . No entanto, em geral, a fração desta fase é muito pequena e muitas vezes suas partículas dificilmente podem ser diferenciadas dos precipitados ϵ ($CuZn_4$). Para um teor de Mg acima de 0,02%, a 278°C nota-se a reação invariante de formação da fase Mg_2Zn_{11} (Figura 13b).

O efeito da adição de Mg na microestrutura da liga Zn-4,3%Al-0,6%Cu-xMg prevista por Liang *et al.* (2019) com base no diagrama de fases obtido por simulação computacional é apresentado na Figura 14. A microestrutura da liga Zn-4,3%-0,6%Cu-0,04%Mg apresentou três tipos de estruturas: (i) dendritas da fase primária η , (ii) eutético lamelar ($\eta + \alpha'$), em que α' representa a fase rica em alumínio formada na reação eutética, e (iii) áreas escuras com estrutura eutetóide lamelar refinada composta por ($\eta + \alpha$) (Figura 14a). Dentro desta estrutura, todas as regiões que envolvem α' , sofrem transformação eutetóide a elevada temperatura. A fase primária η , continua a aparecer mesmo com o aumento do teor de Mg. No entanto, algumas estruturas eutéticas trifásicas constituídas de ($\eta + \alpha'$) e Mg_2Zn_{11} passam a surgir, conforme apresentado no canto inferior direito da Figura 14b e, também, na microestrutura da liga com 0,31%Mg (Figura 14c). Wu *et al.* (2016) ressaltam que a presença de magnésio na composição de ligas Zn-Al atrasa a cinética de transformações eutética e eutetóide, favorecendo o refino da

estrutura eutetóide. As lamelas finas do constituinte eutetóide podem ser observadas na Figura 14d.

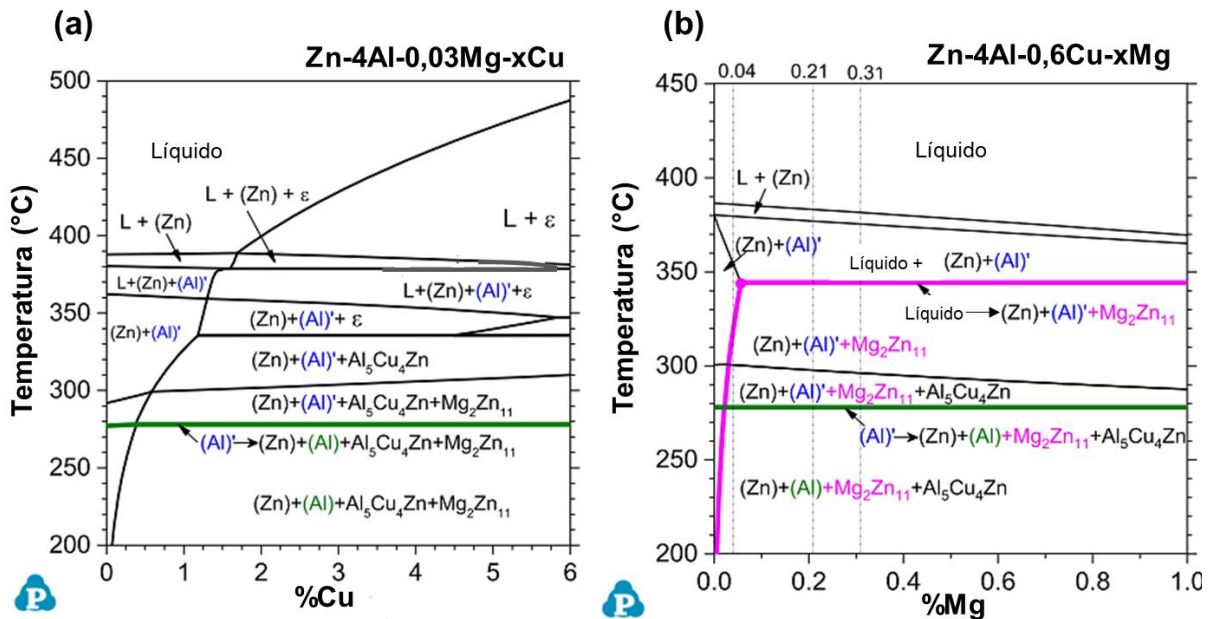


Figura 13. Diagrama de equilíbrio de fases para ligas (a) Zn-4%Al-0,03%Mg-xCu e (b) Zn-4,3%Al-0,6%Cu-xMg. Fonte: LIANG *et al.*, 2019 (Adaptado).

Da Costa *et al.* (2009) estudaram a influência da adição de cobre e magnésio na microestrutura de ligas Zn-Al hipoeutéticas: as microestruturas das ligas Zn-4%Al-3%Cu e Zn-4%Al-3%Cu-0,5%Mg no estado bruto de fusão são apresentadas nas Figuras 15a e 15b. Nota-se que a liga composta por Zn-4%Al-3%Cu é constituída por dendritas da fase primária η , por uma estrutura eutética na região interdendrítica composta por η mais o constituinte eutetóide ($\eta + \alpha$) lamelar. A liga contendo magnésio em sua composição exibe a estrutura eutetóide ($\eta + \alpha$), também, de maneira isolada em regiões com estrutura lamelar refinada. Resultados de EDS para a liga Zn-4%Al-3%Cu-0,5%Mg indicaram o teor de Zn para a matriz η , o eutético e o eutetóide, em que o percentual em massa de Zn encontrado foi de 93%, 88% e 71%, respectivamente. A mesma análise indicou o teor de alumínio também para todos os componentes, sendo o constituinte eutetóide, o mais rico em alumínio, com cerca de 28% do elemento e o menor, na matriz η com ~3%.

Em estudo desenvolvido por Da Silva e Da Costa (2017) em liga comercial Zamac 8 (Zn-4%Al-2,6%Cu-0,5%Mg) foi destacado a presença de precipitados da fase ϵ (CuZn₄), dispersos no interior da fase primária η do material em estado bruto de fusão.

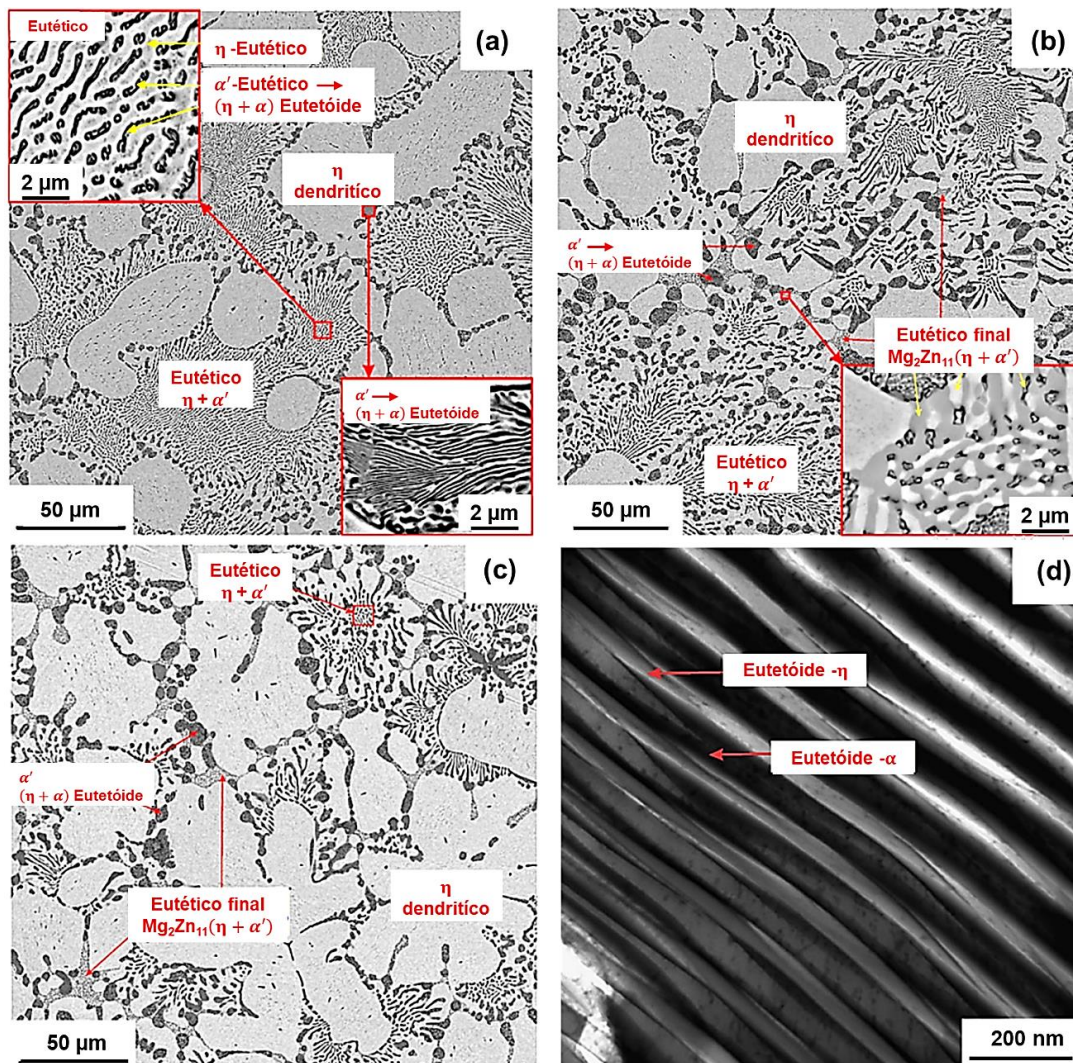


Figura 14. Microestrutura de ligas Zn-4,3%Al-0,6%Cu-xMg: (a) $x = 0,04\%$ Mg; (b) $x = 0,21\%$ Mg; (c) $x = 0,31\%$ Mg e (d) MEV da estrutura eutetóide da liga com 0,31% Mg.

Fonte: LIANG *et al.*, 2019 (Adaptado).

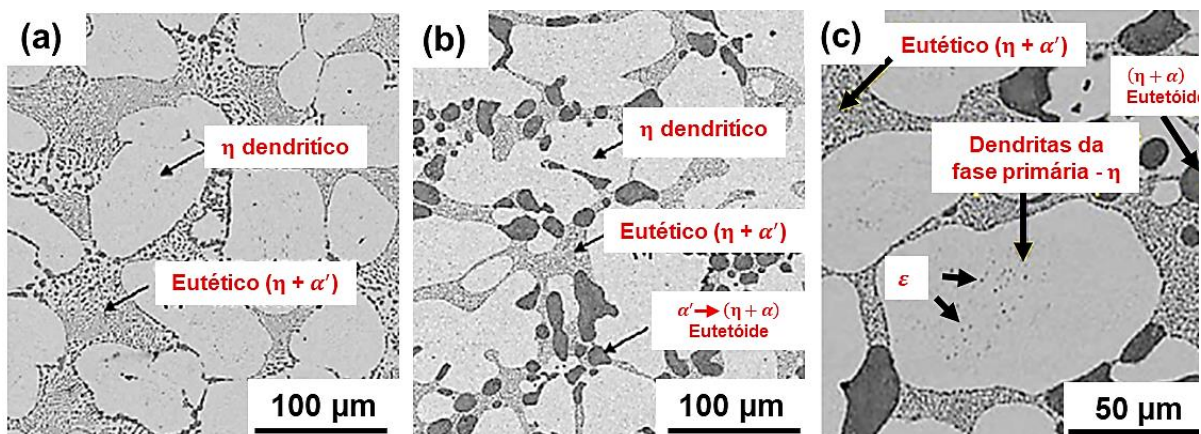


Figura 15. Microestrutura de ligas contendo Cu e Mg em sua composição e as diferentes fases formadas: (a) Zn-4%Al-3%Cu; (b) Zn-4%Al-3%Cu-0,5% Mg e (c) Zn-4%Al-2,6%Cu-0,5% Mg.

Fonte: DA COSTA *et al.*, 2009; DA SILVA; DA COSTA, 2017 (Adaptado).

3.2.2 Cinética de precipitação Cu-Zn

Ligas Zn-Al-Cu com teor de cobre acima de 1% tendem a formar a fase metaestável ϵ (CuZn_4), contendo 16%Cu e de estrutura HC. Caso a presença deste elemento seja muito alta, a precipitação desta fase poderá provocar instabilidade termodinâmica na microestrutura ao longo do tempo e distorções na rede cristalina, resultantes da transformação da fase metaestável ϵ na fase estável a temperatura ambiente τ' , contendo 56%Cu e estrutura romboédrica ordenada complexa (DORANTES-ROSALES; LOPEZ-HIRATA; ZHU, 1999). Além disso, a formação de compostos intermetálicos ricos em cobre podem fragilizar a matriz (DA COSTA *et al.*, 2009).

Sharma e Martin (1981) estudaram a cinética de precipitação da fase ϵ em soluções sólidas supersaturadas de Zn e Cu em diferentes temperaturas e tempos de envelhecimento. Os autores reportaram a ocorrência de dois tipos principais de precipitados, o primeiro a ser formado em todos os casos seria o precipitado de contorno de grão. Em ligas com até 1,2%Cu, este tipo de precipitado é o único a ser desenvolvido; nos estágios iniciais eles surgem como um acréscimo da espessura do contorno de grão em forma lamelar. Em ligas com teor de cobre $\geq 1,2\%$, nota-se a formação descontínua desses precipitados em associação à migração dos contornos de alto ângulo (Figura 16a). O segundo tipo de precipitado é o denominado precipitado de Widmanstätten, formado em ligas com teor de cobre $\geq 1,6\%$ a temperaturas $\geq 150^\circ\text{C}$, e aparece após o surgimento dos precipitados descontínuos de contorno de grão (Figura 16b). Com o aumento da temperatura de envelhecimento é observada uma mudança na morfologia desses precipitados, os quais tornam-se esferoidizados, acompanhados de progressiva redução em sua fração de volume aparente (Figura 16c).

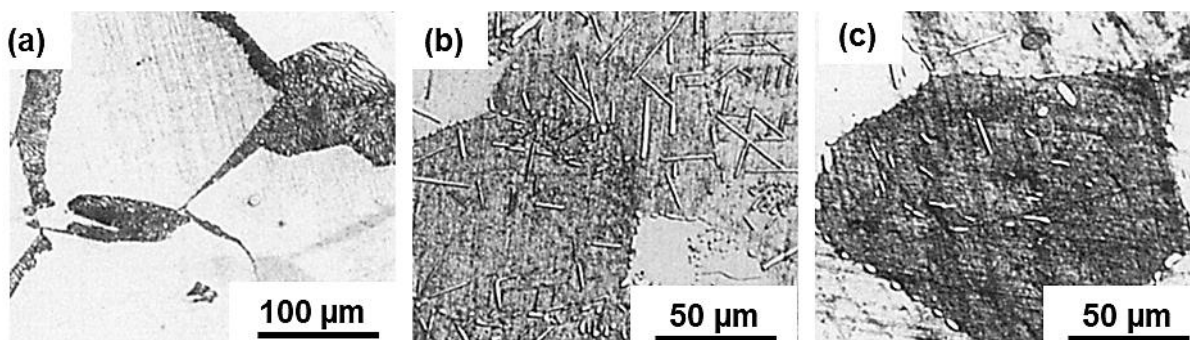


Figura 16. Formação de precipitados: (a) descontínuos na região de contorno de grão formados em liga Zn-2,5%Cu envelhecida por 150 h a 100°C ; (b) de Widmannstätten formados em liga Zn-2,0%Cu envelhecida por 150 h a 250°C e (c) de Widmannstätten e esferoidizados em liga Zn-2,0%Cu tratada por 150 h a 300°C .

Fonte: SHARMA; MARTIN, 1981 (Adaptado).

O digrama tempo-temperatura-transformação (TTT) para as transformações mencionadas em uma liga Zn-2,0%Cu de tamanho médio dos grãos igual a 90 μm é apresentada na Figura 17. As curvas em C indicam o início e o fim das transformações envolvendo precipitados descontínuos (D), de Widmanstätten (W) e esferoidizados (E). O crescimento de grão é menos acentuado após o surgimento dos precipitados de Widmanstätten, os quais contribuem para a restrição do deslocamento dos contornos de grão recristalizados. Em ligas com grãos pequenos, os precipitados descontínuos presentes nos contornos de grão percorrem distâncias menores para varrer completamente o grão que está crescendo. Por outro lado, ligas com grãos maiores, para um mesmo tempo de envelhecimento, possuem espaço para o surgimento de precipitados de Widmanstätten, visto que os precipitados descontínuos não percorrem toda a região (SHARMA; MARTIN, 1981). Rick (2006) observou que o acréscimo de cobre em uma liga comercial Zamac 8 (Zn-3,78%Al-2,9%Cu), alterando sua composição para (Zn-3,78%Al-3,9%Cu), possibilitou o surgimento de precipitados ϵ na região interdendrítica (Figura 18).

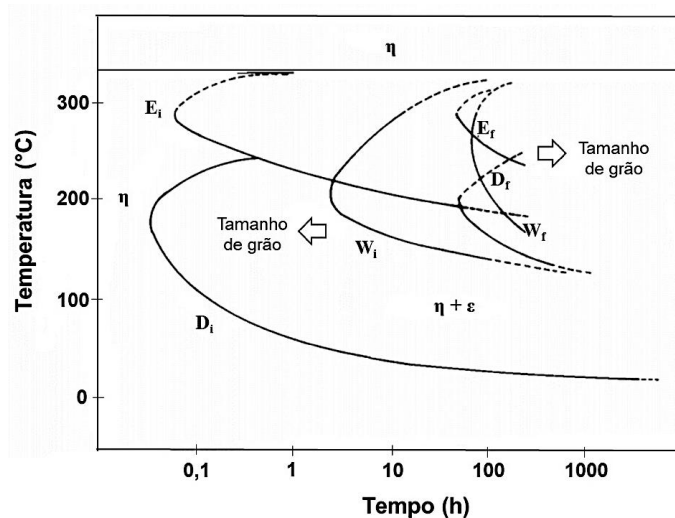


Figura 17. Curva TTT para a liga Zn-2,0%Cu de tamanho de grão médio 90 μm , mostrando o início (i) e fim (f) dos precipitados descontínuos (D), de Widmannstätten (W) e esferoidizados (E) e o efeito da cinética de transformação no crescimento do tamanho de grão.

Fonte: SHARMA; MARTIN, 1981 (Adaptado).

A microestrutura obtida por Negrete; Torres; Torres-Villaseñor (1995), antes e após tratamento térmico de homogeneização a 350°C por 1 h seguido de têmpera de uma liga Zn-21,2%Al-1,9%Cu submetida à extrusão, é apresentada nas Figuras 19a e 19d, respectivamente. A ocorrência da fase τ' após têmpera não é muito bem explicada pelo diagrama de fases. No entanto, sua presença provavelmente está relacionada a tensões internas geradas durante a decomposição espinoidal na qual a fase β é transformada nas fases $\alpha + \eta$ em forma granular

(reação eutética). Esta situação pode favorecer a transformação de ϵ em τ' (NEGRETE; TORRES; TORRES-VILLASEÑOR, 1995).

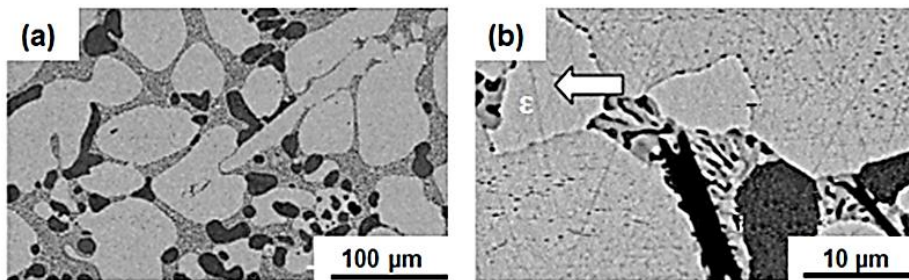


Figura 18. Microestrutura de liga comercial Zamac 8 com adição de cobre apresentando precipitado ϵ em região interdendrítica em diferentes amplitudes.

Fonte: RICK, 2006.

Da Silva e Da Costa (2017) trataram a liga comercial Zamac 8 (Zn-4,0%Al-2,6%Cu-0,5%Mg) a 300°C durante 94 h e reportaram a obtenção de uma microestrutura com maior estabilidade microestrutural a partir da transformação da fase ϵ em fase τ' concentrada na região interdendrítica (Figura 19e). No estado bruto de fusão, precipitados ϵ foram observados nas dendritas da fase primária η (Figura 19b). Hernández-Rivera *et al.* (2017) homogeneizaram a liga Zn-21%Al-2%Cu durante 24 horas seguido de resfriamento ao ar como etapa preliminar ao processamento por ECAP. A microestrutura do material no estado bruto de fusão e após tratamento térmico de homogeneização é apresentada nas Figura 19c e 19f, respectivamente.

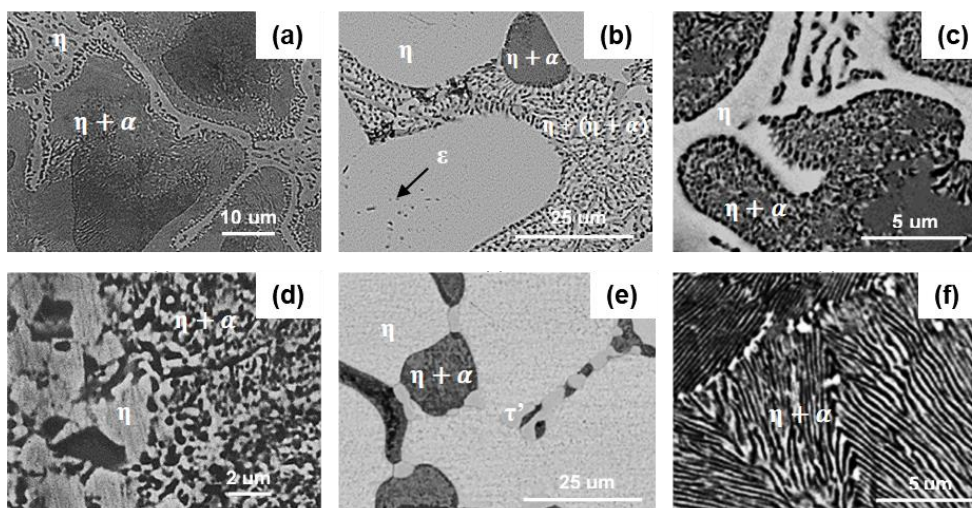


Figura 19. (a) Microestrutura da liga Zn-21,2%Al-1,9%Cu extrudada e (d) após TT a 350°C por 1 h e têmpera; (b) liga Zn-4,0%Al-2,6%Cu-0,5%Mg em EBF e (e) após TT a 300°C por 24 h; (c) liga Zn-21%Al-2%Cu em EBF e (f) após TT a 350°C por 24 h e resfriada ao ar. η : fase rica em Zn (HC); $\eta + \alpha$: estrutura eutetóide lamelar; τ' : fase estável (Al₄Cu₃Zn) precipitado; $\alpha = \beta'$ s: estrutura eutética (CFC) saturada rica em Al.

Fonte: DA COSTA *et al.*, 2009; DA SILVA; DA COSTA, 2017; HERNÁNDEZ-RIVERA *et al.*, 2017; NEGRETE; TORRES; TORRES-VILLASEÑOR, 1995 (Adaptado).

Para o estado bruto de fusão nota-se a presença da estrutura dendrítica inerente a fase η , rica em zinco, além disso, é possível distinguir duas regiões compostas pela estrutura eutetóide ($\eta + \alpha$), uma com morfologia lamelar e outra granular. Após a homogeneização é obtida uma microestrutura completamente lamelar composta por α e η .

3.2.3 Propriedades mecânicas e mecanismos de deformação plástica de ligas Zn-Al

Ligas Zn-Al são de grande interesse comercial para a indústria metal-mecânica por apresentarem propriedades físicas e mecânicas atrativas, como baixo ponto de fusão (em torno de 400°C), resistência à corrosão e ao desgaste por deslizamento, boa fluidez do metal em fusão e boa usinabilidade (LI *et al.*, 2014; WANG *et al.*, 2012). No entanto, essas ligas têm seu uso limitado em termos de ductilidade a baixas temperaturas e sofrem redução acentuada de resistência mecânica a temperaturas elevadas (WU, Z. *et al.*, 2016).

A fim de melhorar o desempenho desses materiais é comum a adição de elementos de liga como Cu, Mg, Si, Ti, Ni, Mn e Zr, ou ainda a realização de tratamentos térmicos, processos metalúrgicos avançados de fundição e formação de estrutura ultrafina a partir de processos de deformação plástica severa (LI *et al.*, 2014; WU, Z. *et al.*, 2016). Em geral, o emprego de elementos de liga tem sido uma forma eficaz de melhorar as propriedades mecânicas das ligas Zn-Al, mas existem exceções. A adição de cobre em concentrações menores que 2% contribui para o aumento da dureza e resistência mecânica; acima deste valor é possível a ocorrência de instabilidade microestrutural provocada pela transformação da fase metaestável ϵ , conforme citado anteriormente (SAVAŞKAN, T.; MURPHY, 1990). Por outro lado, adições de Mg além de elevarem a dureza e a resistência mecânica, também são responsáveis por refinar a estrutura eutetóide lamelar ($\eta + \alpha$) aumentando a ductilidade do material (DA COSTA *et al.*, 2009; JIANG *et al.*, 2017; WU, ZHICHENG *et al.*, 2018). Os valores de dureza obtidos por Da Costa *et al.* (2009) para diversas ligas Zn-Al com diferentes concentrações dos elementos de liga Cu e Mg são apresentados na Tabela 1. Nota-se que o aumento nos teores de cobre implica diretamente na elevação dos valores de dureza.

Li *et al.* (2014) reportaram aumento na resistência a tração, alongamento, tenacidade ao impacto e dureza da liga Zn-4%Al provocados por modificações microestruturais resultantes da adição de Zr. A concentração de alumínio em ligas Zn-Al também possui grande influência nas propriedades mecânicas desses materiais. El-Khair; Daoud e Ismail (2004) estudaram ligas Zn-Al com diferentes teores de Al (8, 12 e 27%) e verificaram aumento nos valores de dureza, resistência mecânica e ao desgaste com a elevação da concentração do elemento de liga. No

entanto, foram observadas perdas na ductilidade, comportamento que foi revertido com a elevação da temperatura (Figura 20).

Tabela 1. Dureza Brinell de ligas hipoeutéticas Zn-4%Al.

Liga hipoeutética Zn-4%Al	Dureza Brinell (D = 5 mm)
Zamac 2 (comercial)*	100 HB
Zn-4Al-3Cu	107 HB
Zn-4Al-1Mg	97 HB
Zn-4Al-3Cu-0,5Mg	112 HB
Zn-4Al-4Cu-0,5Mg	131 HB
Zn-4Al-3Cu-1Mg	133 HB

*Zn-(3,5-4,5)%Al-(2,5-3,0)%Cu-(0,02-0,05%)Mg.

Fonte: DA COSTA *et al.*, 2009.

A microestrutura complexa das ligas Zn-Al induz o acionamento de diferentes mecanismos de deformação plástica quando tais ligas são solicitadas mecanicamente. Em geral, a plasticidade da fase η (rica em Zn) ocorre predominantemente por maclação e deslizamento de discordâncias nos planos $\{10\bar{1}2\}$ e direções $\langle 10\bar{1}1 \rangle$ preferenciais (WU, Z. *et al.*, 2016; WU, ZHICHENG *et al.*, 2018). A microestrutura maclada de uma liga Zn-4,3%Al-0,59%Cu-0,31%Mg deformada à temperatura ambiente com velocidade de deformação, $\dot{\epsilon}$, igual a $6 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, estudada por Wu *et al.* (2016), é apresentada na Figura 21.

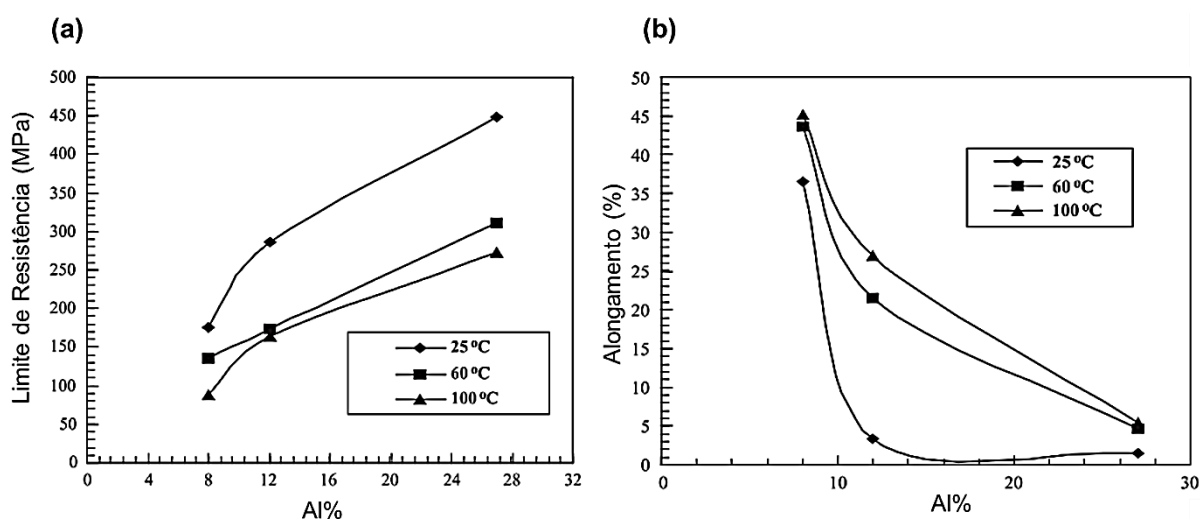


Figura 20. Efeito do teor de Al (a) no limite de resistência e (b) no alongamento.

Fonte: ABOU EL-KHAIR; DAOUD; ISMAIL, 2004.

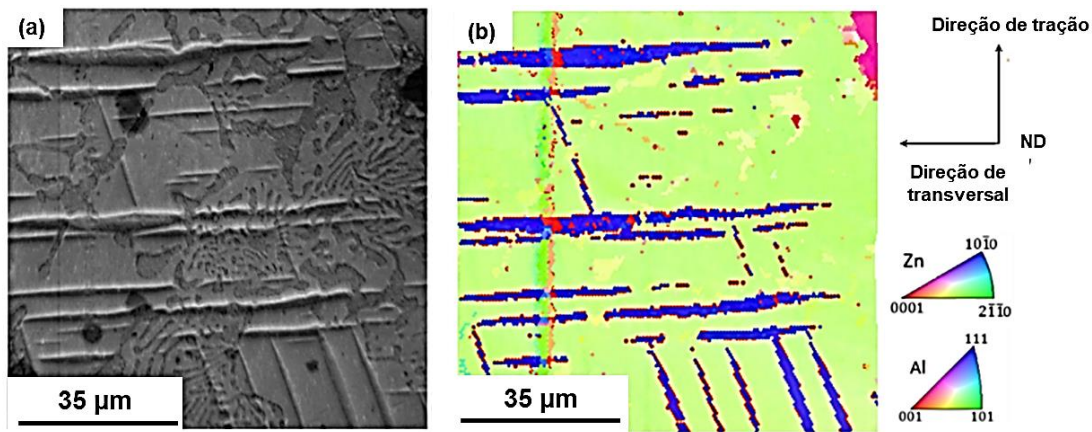


Figura 21. Maclas de deformação na liga Zn-4,3%Al-0,59%Cu-0,31%Mg deformada com $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.
Fonte: WU *et al.*, 2016 (Adaptado).

A deformação por maclação do Zn é reportada por diversos pesquisadores para uma larga faixa de temperaturas, devido à sua estrutura HC e aos poucos planos de deslizamento disponíveis (PARTRIDGE, 2013; YOO, 1981). Por outro lado, foi relatado que o Zn, por apresentar ponto de fusão relativamente baixo, em temperaturas ligeiramente acima da temperatura ambiente favorece a ativação de sistemas de deslizamento prismáticos e piramidais, ocorrendo ainda a disseminação de defeitos pontuais e escorregamento de contornos de grão (WU, Z. *et al.*, 2016). Sandlöbes *et al.* (2016) observaram também que a deformação a temperaturas levemente elevadas (85°C) conduz à decomposição e à dissolução de precipitados em uma liga Zn-4,3%Al-0,59%Cu-0,31%Mg, contribuindo para o amaciamento do material (Figura 22).

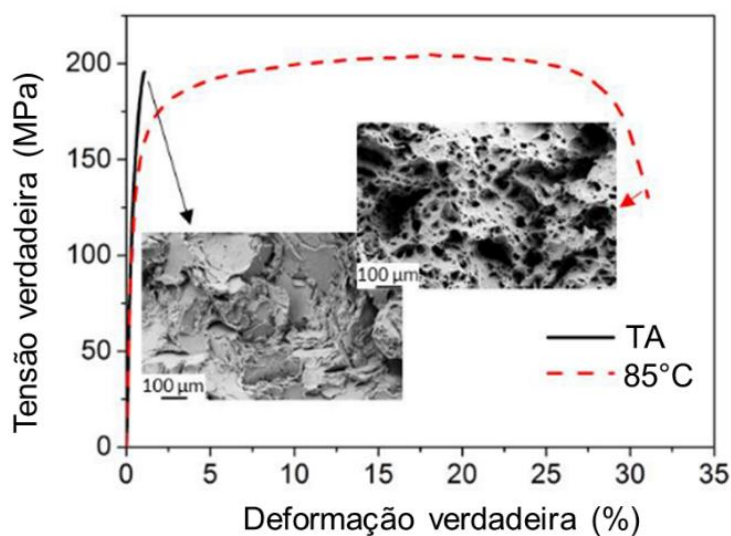


Figura 22. Curva tensão verdadeira – deformação verdadeira da liga Zn-4,3%Al-0,59%Cu-0,31%Mg a temperatura ambiente e a 85°C, com taxa de deformação de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Fonte: SANDLÖBES *et al.*, 2016.

Ainda em relação aos fenômenos termicamente ativados, Zhang *et al.* (2002) observaram que a energia de deformação plástica em zinco puro com grãos ultrafinos é próxima da sua energia de ativação para a difusão de contornos de grão (60 kJ/mol) na faixa de temperatura entre 20-60°C (59 kJ/mol), conforme pode ser verificado na Figura 23, a qual apresenta o comportamento do Zn deformado à diferentes temperaturas e taxas de deformação. O escorregamento por contornos de grão na fase η de ligas Zn-Al com baixo teor de alumínio tem sido verificado por pesquisadores desses materiais, visto que a pouca fração de precipitados de Al dificulta o crescimento dos grãos de η , mantendo a microestrutura refinada (DEMIRTAS *et al.*, 2015a; HA, TAE KWON *et al.*, 2001).

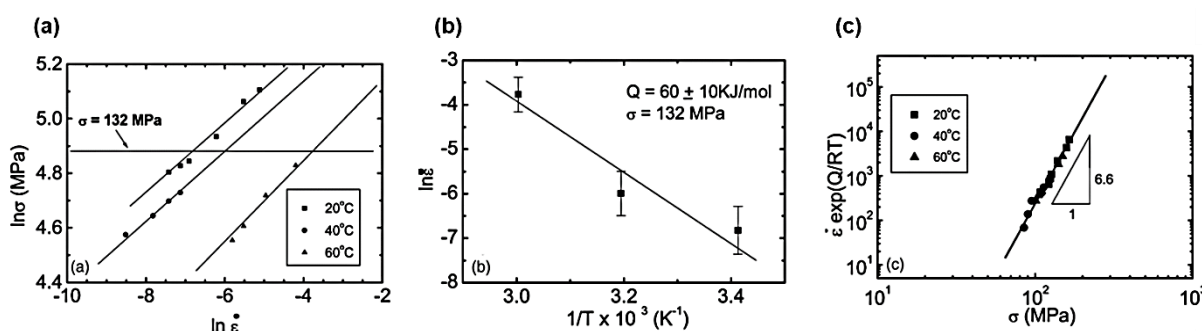


Figura 23. Comportamento do Zn deformado a 20, 40 e 60°C: a) Relação entre a velocidade de deformação e a tensão; b) Energia de ativação para a deformação e c) Relação entre o estado estacionário de tensão e a velocidade de deformação normalizada para o intervalo de temperatura 20-60°C.

Fonte: ZHANG, X. *et al.*, 2002.

O mecanismo de deformação plástica pelo escorregamento de contornos de grão permite ao material suportar maior quantidade de deformação plástica pela indução de deslizamento viscoso de grãos sem que ocorra formação de trincas e é responsável pelo fenômeno da superplasticidade (KAWASAKI; LANGDON, 2011; ZHANG *et al.*, 2002). Langdon (2009) explicou esse fenômeno como sendo a habilidade de um material em alcançar alongamentos de pelo menos 400% e sensibilidade à taxa de deformação (m) de $\sim 0,5$. Para ocorrência de superplasticidade é normalmente necessário que algumas condições sejam satisfeitas, como:

- (i) Microestrutura com grãos ultrafinos (na escala de poucos microns ou menos), de morfologia equiaxial e distribuídos uniformemente;
- (ii) Elevadas temperaturas ($T > 0,4T_H$);
- (iii) Baixas taxas de deformação (10^{-2} s^{-1}).

Além disso, estabilidade microestrutural é requerida durante a deformação. Sob essas condições, alongamentos elevados são alcançados (HOSFORD; CADDELL, 2011).

No que se refere ao comportamento mecânico das ligas Zn-Al, estudos têm concentrado a atenção nos mecanismos de deformação plástica e sua influência nas propriedades superplásticas, conforme observado em ligas eutetóide Zn-22%Al contendo a microestrutura binária composta por α -Al e η -Zn (DEMIRTAS *et al.*, 2015a, 2018; KAWASAKI, MEGUMI; LANGDON, 2011). Kawasaki e Langdon (2008) estudaram a liga comercial Zn-22%Al e observaram comportamentos distintos no que tange o deslizamento entre grãos/fases adjacentes (Zn-Zn, Zn-Al, Al-Al), verificando que a interação entre Zn-Zn contribui mais para o deslizamento de contornos de grão global quando comparado a outras interações, presumidamente pela alta temperatura homóloga do Zn à temperatura ambiente ($0,43T_f$) (Figura 24a). Além disso, taxas de deformações mais elevadas evidenciam o desenvolvimento de cavidades situando-se nas interfaces dos grãos em contornos orientados predominantemente perpendicular à direção de tração, conforme setas indicadas na Figura 24d.

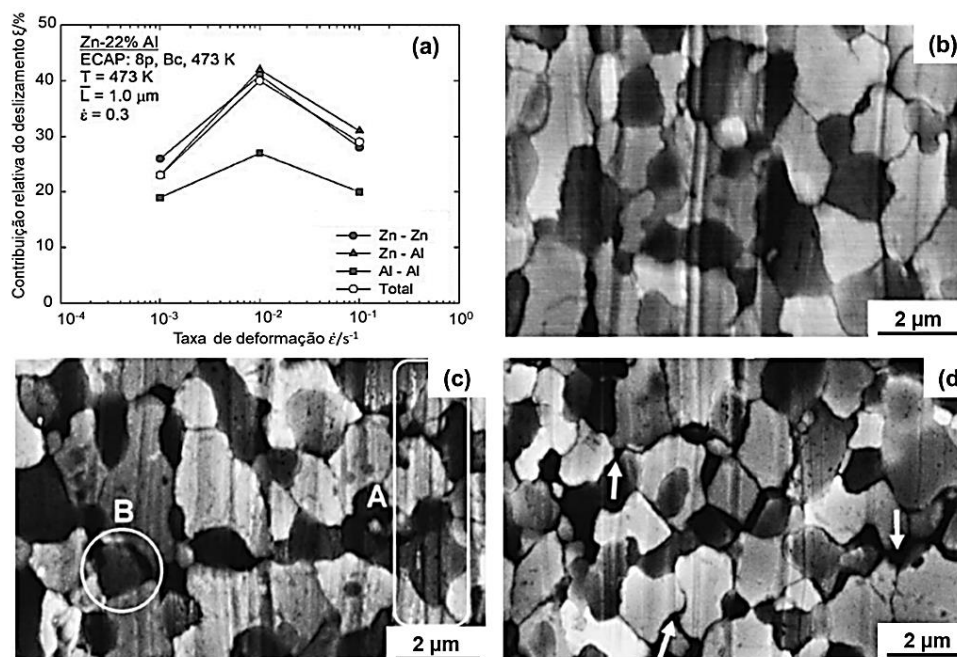


Figura 24. (a) Contribuição relativa na deformação por deslizamento de contornos de grão total para as diferentes interfaces (Zn-Zn, Zn-Al, Al-Al) em função da taxa de deformação após 30% de alongamento a 473 K; (b) microestrutura típica apresentada pela liga deformada para a taxa de deformação $1,0 \times 10^{-3}$, (c) $1,0 \times 10^{-2}$ e (d) $1,0 \times 10^{-1}$.

Fonte: KAWASAKI; LANGDON, 2008 (Adaptado).

Wu *et al.* (2018) observaram o comportamento durante a deformação plástica da liga eutética Zn-4%Al-1%Cu-0,31%Mg a partir de nanoindentações e imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia de força atômica (AFM). Baseados na curvatura da superfície e na identificação das fases presentes na região, foi verificado que à

temperatura ambiente os mecanismos de deformação predominantes para a fase η -Zn foram o deslizamento nos planos $\{10\bar{1}2\}$ e direções $\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$ e maclação. Além disso, o aumento da temperatura ativou novos planos de deslizamento e tornou a microestrutura mais grosseira. Por outro lado, para o constituinte eutetóide ($\eta + \alpha$) o mecanismo de deformação ocorreu exclusivamente por escorregamento de contornos de grão, conforme pode ser observado nas indentações realizadas nos domínios do componente eutetóide, em que traços de superfície curvos ao redor das marcas de indentação são formados seguindo os contornos das fases η -Zn e α -Zn (Figura 25).

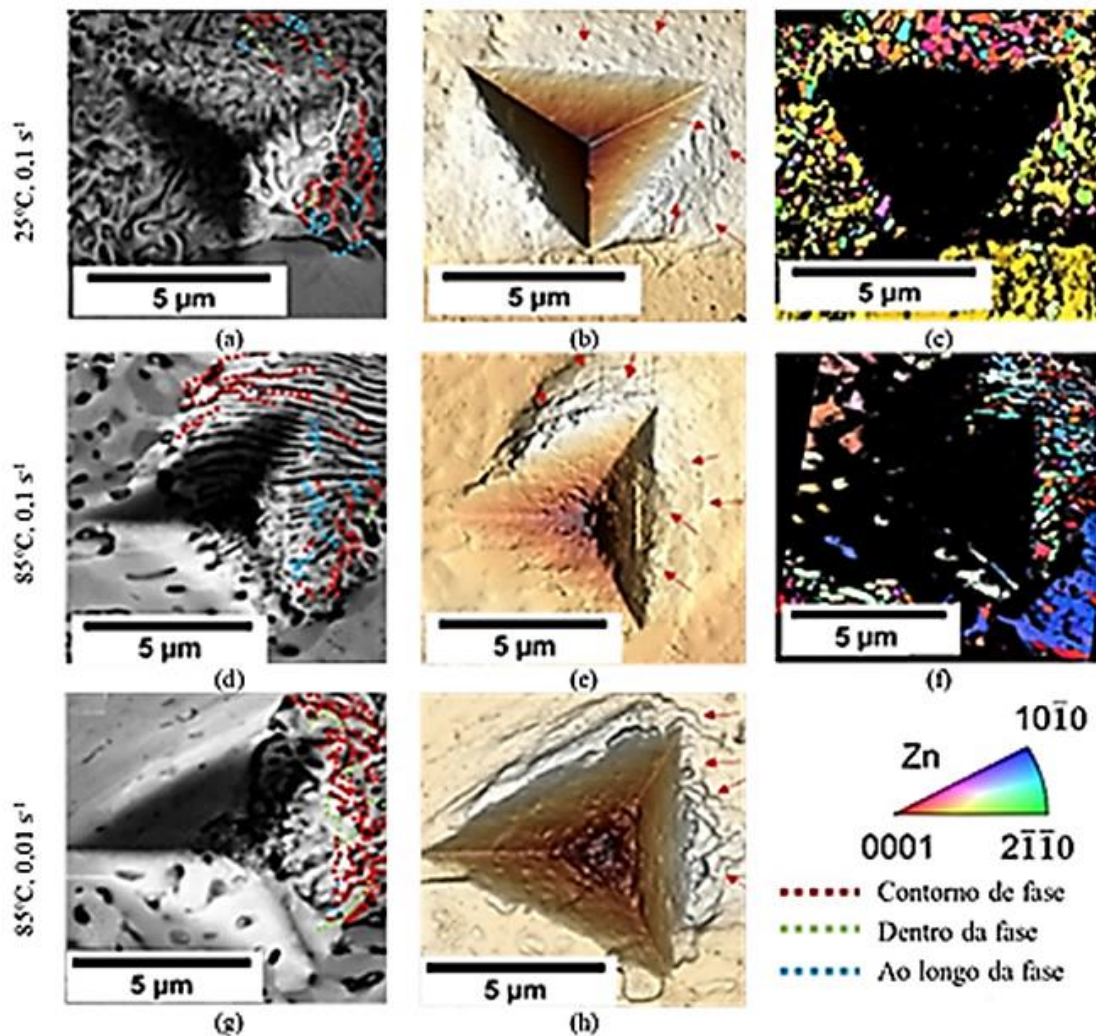


Figura 25. Micrografias MEV e mapas AFM de indentação nas estruturas eutetóides ($\eta + \alpha$) e fase primária de Zn, η , as indentações foram realizadas a 25 ° C a uma taxa de deformação de 0,1 s⁻¹ (a) - (c), 85 ° C a uma taxa de deformação de 0,1 s⁻¹ (d) - (f), 85 ° C a uma taxa de deformação de 0,01 s⁻¹ (g) - (h) e uma carga máxima de 25 mN. (a), (d), (g) são imagens MEV com vestígios de deformação impostos; (b), (e) e (h) são as imagens AFM correspondentes com setas vermelhas apontando para os traços da superfície; (c) e (f) são o mapa IPF correspondentes.

Fonte: WU *et al.*, 2018.

3.2.4 Deformação plástica severa de ligas Zn-Al

Diversas pesquisas vêm sendo desenvolvidas em ligas Zn-Al com o propósito de melhorar suas propriedades mecânicas a partir de técnicas de deformação plástica severa. Na Tabela 2 são listados alguns estudos recentes da aplicação dessas técnicas em ligas Zn-Al com composições químicas distintas (DEMIRTAS *et al.*, 2015a; KAWASAKI, M.; LANGDON, 2009; PÜRCEK, 2005). A maioria desses estudos teve sua atenção concentrada na alta taxa de deformação e superplasticidade apresentadas pelas ligas Zn-Al com composições eutética e eutetóide ao serem processadas por técnicas SPD (LEE; LANGDON, 2001; TANAKA, T.; HIGASHI, 2004).

Na Tabela 2 é mostrado que o processamento por ECAP à temperatura ambiente até $\epsilon \approx 6$ levou o desenvolvimento de grãos η -Zn equiaxiais com um tamanho médio de $\sim 1,3 - 2 \mu\text{m}$ na liga Zn-0,3%Al (DEMIRTAS *et al.*, 2015a, 2018). Adições de alumínio de até 5% promoveram refinamento adicional na fase η -Zn ($d \approx 0,54 \mu\text{m}$) após 8 passes de ECAP (DEMIRTAS *et al.*, 2015b). Também segue da Tabela 2 que as ligas eutetóides Zn-Al alcançaram tamanhos de grão de $\sim 0,8 \mu\text{m}$ após ECAP a 200°C (KAWASAKI; LANGDON, 2009; KUMAR; XU; LANGDON, 2006). Após HPT, o componente eutetóide na liga Zn-22%Al evoluiu de grãos lamelares para equiaxiais com tamanho de grão médio de $\sim 0,35 \mu\text{m}$ (KAWASAKI, M.; AHN; LANGDON, 2010b). Verifica-se que a severidade da técnica SPD influencia diretamente no refinamento de grão alcançado.

Pürcek (2005) e Sharath; Udupa e Kumar (2017) relataram dificuldades em processar por SPD ligas Zn-Al à temperatura ambiente devido o surgimento de trincas. Assim, para evitar esse tipo de problema, essas ligas são geralmente processadas em temperatura ambiente com aplicação simultânea de altas tensões hidrostáticas compressivas ou em temperaturas elevadas, que são gradualmente reduzidas com o aumento da deformação aplicada (CHOI *et al.*, 2014; DEMIRTAS *et al.*, 2015a, c, 2018; HERNÁNDEZ-RIVERA *et al.*, 2017; KAWASAKI, M.; AHN; LANGDON, 2010b, a; KUMAR, P; XU; LANGDON, 2006; TANAKA, T.; HIGASHI, 2004; XIA *et al.*, 2008).

De acordo com Pürcek (2005), a menor temperatura possível para se processar, por ECAP, uma liga Zn-10%Al-0,84%Cu-0,25%Mg, sem que trincas provocadas por cisalhamento surgissem na amostra do material, seria $\sim 75^\circ\text{C}$, ressaltando a dificuldade de processamento da liga multifásica. Nesse âmbito, existe um número reduzido de pesquisas relevantes que abordam o processamento de ligas Zn-Al utilizando o método de forjamento multidirecional (MDF).

Tabela 2. Resultados obtidos para diferentes processamentos de SPD e métodos convencionais de deformação disponíveis na literatura

<i>Material</i>	<i>Processamento</i>	d_f (μm)	ϵ	T ($^{\circ}\text{C}$) (ensaio de tração)	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	$Max. \epsilon_f$ (%)	<i>Referência</i>
Zn-0,2Al	Extrusão, 30°C	1,6	-	25	7×10^{-3}	590	Cook (1968)
	Laminação	1	-	25	2×10^{-4}	1400	Ha <i>et al.</i> (2001)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota A, 6 passes, TA	2	6	25	1×10^{-4}	1000	Demirtas <i>et al.</i> (2015)
Zn-0,3Al	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota A, 6 passes, TA	1,3	6	150	1×10^{-3}	230	Demirtas <i>et al.</i> (2018)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 4 passes, 60°C	-	4	100	2×10^{-4}	560	Ha <i>et al.</i> (2009)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 4 passes, 100°C	-	4	100	2×10^{-4}	510	Ha <i>et al.</i> (2009)
Zn-0,4Al	Laminação	0,6	-	25	$6,67 \times 10^{-4}$	>500	Naziri (1972)
	Laminação	1	-	25	1×10^{-3}	~600	Malek; Lukac (1986)
Zn-1,1Al	Laminação	1	-	123	1×10^{-2}	700	Malek; Lukac (1986)
	Laminação + Recozimento	20	-	250	1×10^{-4}	1000	Malek (1988)
Zn-5Al	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 8 passes, TA	0,54	8	25	1×10^{-3}	520	Demirtas <i>et al.</i> (2015b)
Zn-10Al-0,84Cu- 0,25Mg	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 4 passes, 75°C	-	4	25	$1,74 \times 10^{-3}$	55	Pürcek (2005)
	Extrusão	0,8	-	30	1×10^{-5}	340	Tanaka <i>et al.</i> (2003)
	Laminação a frio	0,6	-	25	1×10^{-3}	500	Uesugi <i>et al.</i> (2015)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 4 passes, TA	0,35	4	25	1×10^{-2}	240	Tanaka; Higashi (2004)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 8 passes, TA	0,55	8	25	4×10^{-3}	335	Xia <i>et al.</i> (2008)
Zn-22Al	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 4 passes, 200°C	0,7-0,9	4	25	1×10^{-3}	280	Kumar; Xu; Langdon (2006)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 8 passes, 200°C	1,3	8	25	1×10^{-4}	250	Huang; Langdom (2002)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota C, 8 passes, 50°C	0,8	8	25	1×10^{-2}	250	Yang; Pan; Chuang (2008)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, 8 passes, 100°C	0,4-0,8	8	200	$3,3 \times 10^{-2}$	1970	Furukawa <i>et al.</i> (1998)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 8 passes, 200°C	0,8	8	200	1×10^{-2}	2230	Kawasaki; Langdon (2008)
	ECAP: $\Phi = 90^{\circ}$, rota B _c , 4 passes, 350°C + 4 passes, TA	0,2	8	200	1×10^{-3}	1800	Demirtas <i>et al.</i> (2018)
	HPT: 1 rpm, 6 GPa, TA, 5 voltas	0,35	~100	200	1×10^{-1}	1800	Kawasaki; Langdon (2011)
Zn-24Al-2Cu	MDF; $\Delta\epsilon \sim 0,2$; 3 passes, 100°C	2	0,6	25	$7,0 \times 10^{-3}$	-	Sharath; Udupa; Kumar (2017)
	MDF; $\Delta\epsilon \sim 0,2$; 6 passes, 200°C	1	1,2	25	$7,0 \times 10^{-3}$	21	Sharath; Udupa; Kumar (2017)

TA: Temperatura ambiente

Fonte: Próprio autor.

Sharath; Udupa e Kumar (2017) submeteram a liga Zn-24%Al-2%Cu ao forjamento multidirecional e obtiveram sucesso nos processamentos a 100 e 200°C atingindo deformações totais de 0,6 e 1,2, respectivamente. Durante o processamento a 200°C, o constituinte eutetóide originalmente lamelar e tamanho de grão de ~30 μm foi gradativamente refinado, transformando-se em grãos equiaxiais de tamanho médio de ~1 μm. Trincas superficiais foram observadas no material comprimido à temperatura ambiente (Figura 26).

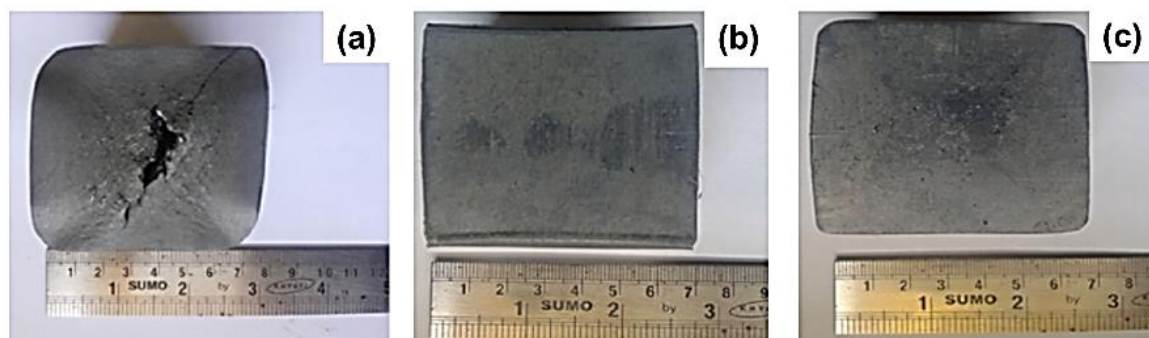


Figura 26. Liga Zn-24Al-2Cu após processamento por MDF (a) a temperatura ambiente, (b) a 100°C e três passes e (c) a 200°C e seis passes.

Fonte: SHARATH; UDUPA; KUMAR, 2017.

3.3 Estabilidade térmica de ligas Zn-Al

A estabilidade microestrutural e os fenômenos oriundos de efeitos térmicos como: crescimento de grão, relaxamento de tensões residuais, transformações de fases (incluindo a decomposição de fases fora do equilíbrio e soluções sólidas supersaturadas) e processos de difusão como segregação e homogeneização são de suma importância no estudo da manutenção da microestrutura de materiais submetidos a processamentos térmicos e/ou mecânicos (ANDRIEVSKI, 2003).

A estabilidade térmica de ligas Zn-Al à temperatura ambiente é fortemente influenciada pelas características do envelhecimento da fase instável β saturada devido as transformações de fases ocorrentes ($\beta'_s \rightarrow \alpha'_T + \eta'_T + \varepsilon$), responsáveis pela formação de mais de 70% das fases ricas em zinco, η e ε (ZHU, 1990). Zhu; Man e Lee (1999) estudaram o envelhecimento da liga Zn-22%Al-2%Cu submetida ao ciclo térmico de aquecimento a 350°C durante quatro dias com subsequente têmpera. Análises por calorimetria diferencial de varredura (DSC) detectaram um pico exotérmico durante o aquecimento a 50°C. Este fenômeno estaria diretamente ligado a decomposição da fase β_s nos estágios iniciais do envelhecimento correspondendo a uma energia

de ativação de 60,6 J/mol (Figura 27a). O fluxo de calor exotérmico e o tempo de envelhecimento apresentado pela liga estudada por Zhu; Man e Lee (1999) em diferentes temperaturas relacionados a taxas exotérmicas máximas é apresentado na Tabela 3, onde nota-se a influência da temperatura na cinética das transformações.

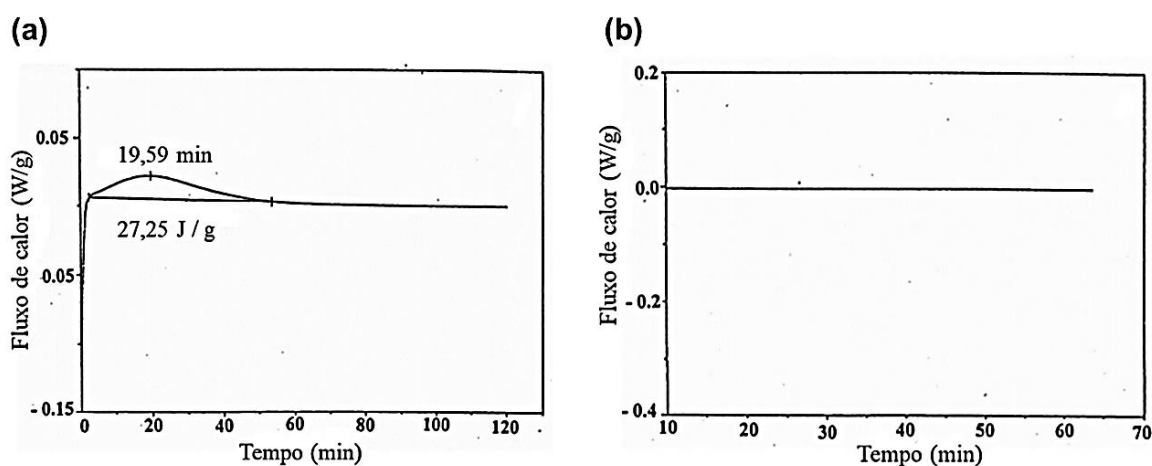


Figura 27. Fluxo térmico exotérmico da liga eutetóide (Zn-22%Al-2%Cu) submetida ao aquecimento a 350°C durante 4 dias (a) envelhecimento a 50°C e (b) a 200°C.

Fonte: ZHU; MAN; LEE, 1999.

Zhang; Ma e Ding (2017) realizaram análise térmica por DSC da liga eutetóide Zn-22%Al-2%Cu após tratamento térmico a 380°C por 24 h. A curva obtida apresentou dois picos na faixa de temperatura (temperatura ambiente-375°C), sendo um exotérmico, correspondente à reação de envelhecimento ($\beta'_s \rightarrow \alpha'_T + \eta'_T + \varepsilon$), e um endotérmico, representando a reação eutetóide reversa ($\alpha + \eta \rightarrow \beta$) (Figura 28).

Tabela 3. Dados para a energia de ativação da reação exotérmica na liga eutetóide Zn-Al envelhecida após têmpera.

$\beta'_s \rightarrow \alpha'_T + \eta'_T + \varepsilon$				
T(°C)	T(K)	T(K ⁻¹) (x10 ⁻³)	t (s)	ln t
30	303	3,30	5973	8,69
40	313	3,19	2089	7,64
50	323	3,10	1170	7,06
75	348	2,87	225	5,40

Fonte: ZHU; MAN; LEE, 1999 (Adaptado).

Em estudo realizado para investigar a influência dos elementos de liga nas propriedades térmicas de ligas Zn-Al, Kostolný; Roman (2016) observaram que ligas com teor de alumínio

superiores a 4% apresentavam redução em sua temperatura de fusão. A temperatura de transformação eutética atingiu seu menor valor para a liga contendo Zn-5,0%Al-3,0%Cu, correspondendo a 376,2°C.

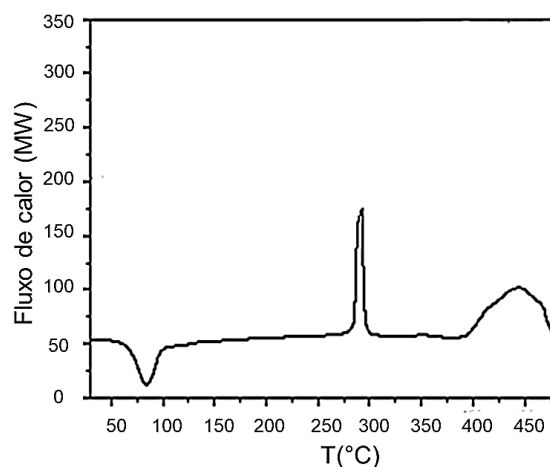


Figura 28. Curva DSC da liga Zn-22%Al-2%Cu tratada termicamente a 380°C durante 24 horas. Fonte: ZHANG; MA; DING, 2017 (Adaptado).

Yamanoto; Uda; Imahori (1996) estudaram a evolução microestrutural de diferentes ligas Zn-Al após processos de laminação a frio, e observaram que amostras ricas em Al apresentavam uma textura de grãos deformados, por outro lado, as de elevado teor de Zn exibiam uma mistura de grãos recuperados e recristalizados. Yamamoto; Sakaguchi; Uda (1996) também associaram a perda de resistência mecânica da liga Zn-5%Al laminada a frio aos processos de restauração dinâmica ocorridos na fase η . As mudanças observadas na dureza de ligas Zn-Al envelhecidas a temperatura ambiente são apresentadas na Figura 29.

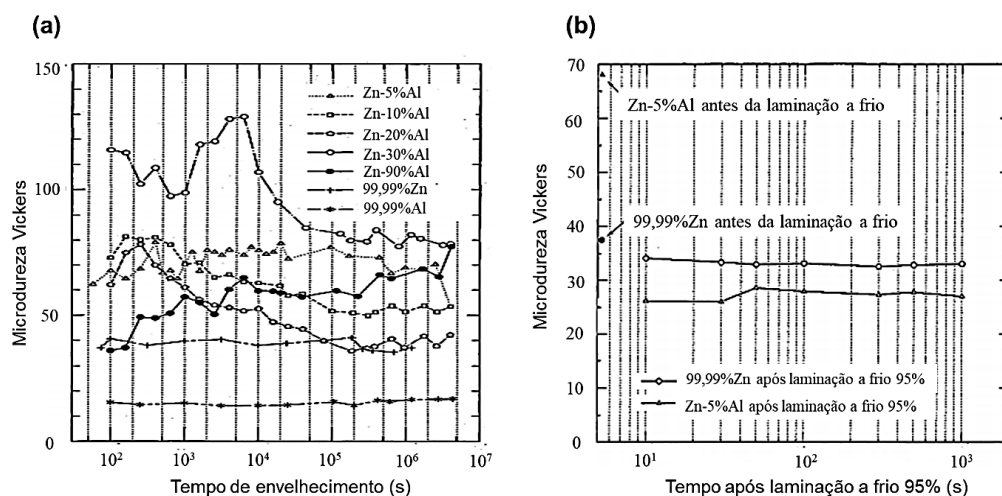


Figura 29. Mudanças na microdureza de ligas Zn-Al: (a) com diferentes composições químicas e (b) de amostras laminadas a frio durante envelhecimento à temperatura ambiente.

Fonte: YAMAMOTO; SAKAGUCHI; UDA, 1996; YAMAMOTO; UDA; IMAHORI, 1996 (Adaptado).

Yang; Pan; Lee (2009) observaram o amaciamento durante o recozimento de ligas Zn-Al e Zn-Al-Cu com grãos ultrafinos, previamente submetidas a processos de conformação mecânica. Segundo os pesquisadores, a redução do tamanho de grão e o aumento relativo da densidade de contornos de alto ângulo contribuem para esse comportamento de amaciamento, que de acordo com a pesquisa desenvolvida, estaria relacionada ao mecanismo de escorregamento de contornos de grão. A relação entre a dureza e o tamanho médio dos grãos para a liga Zn-22%Al e Zn-22%Al-0,3%Cu para diferentes condições de recozimento é apresentada na Figura 30.

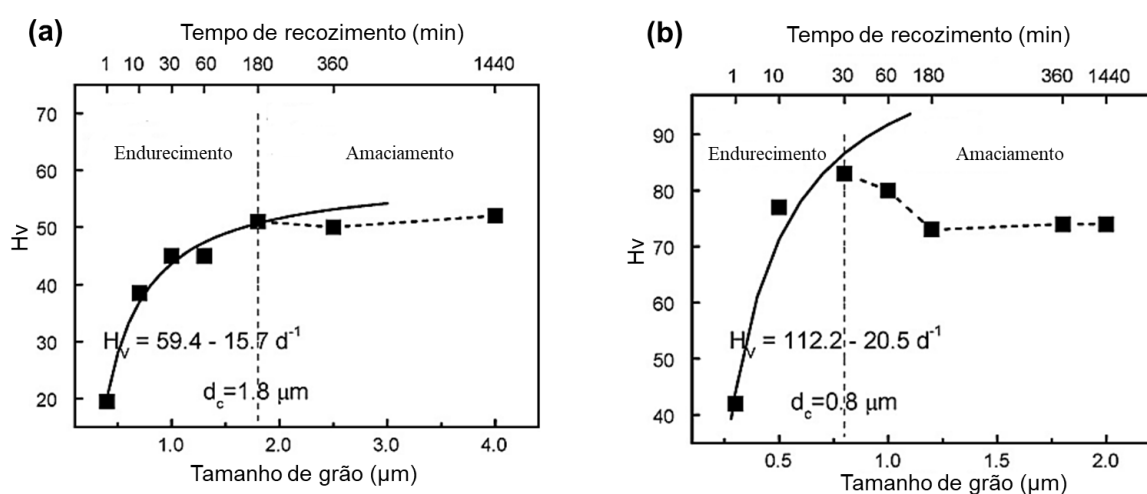


Figura 30. Relação entre a dureza e o tamanho de grão de (a) uma liga Zn-22%Al e (b) Zn-22%Al-0,3%Cu. Fonte: YANG; PAN; LEE, 2009 (Adaptado).

Yang; Pan; Lee (2009) ressaltam ainda que por se tratar de uma estrutura bifásica, a estabilidade térmica das fases deve ser avaliada individualmente e, a partir de análise realizada por DSC, notaram que as fases α (rica em Al) e η (rica em Zn) recristalizavam a 337°C e -12°C, respectivamente. Portanto, o amaciamento observado após a deformação proveniente do processo de recristalização à temperatura ambiente seria oriundo da fase η apenas.

Hernández-Rivera *et al.* (2017) também relataram o amaciamento da liga após certo grau de deformação ao investigarem o comportamento de uma liga Zn-21%Al-2%Cu processada por seis passes de ECAP à temperatura ambiente. Para os autores, esse comportamento está associado à recristalização da fase η e o refino de grão durante o processamento e sofre influência do teor de Cu na liga, responsável por elevar os valores de dureza na liga. O comportamento apresentado pelo material no estado bruto de fusão e

homogeneizado a 350°C por 24 h após processamento por ECAP pode ser observado na Figura 31, bem como o comportamento das ligas estudadas por Yang; Pan; Lee (2009).

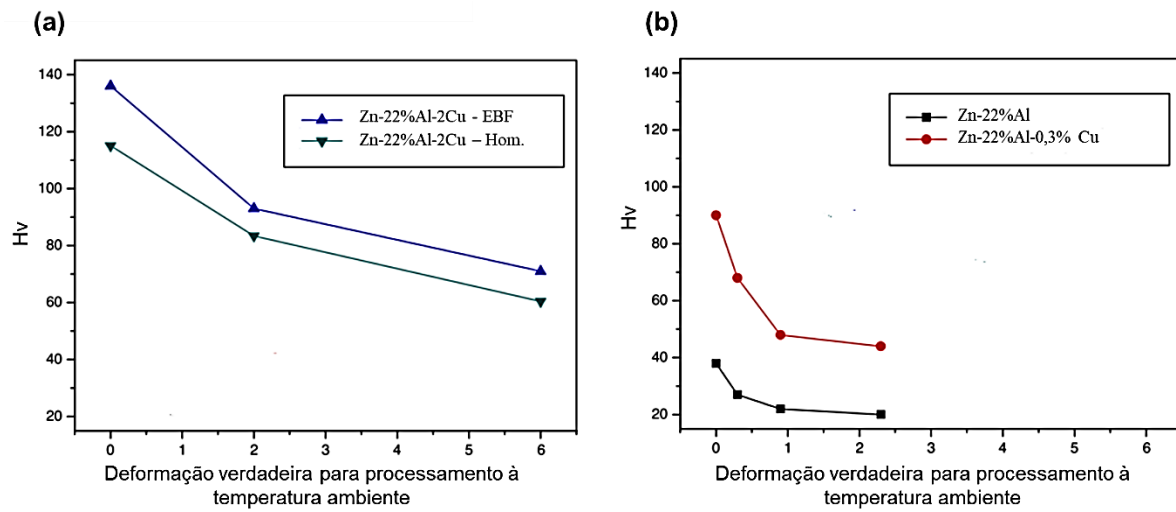


Figura 31. Variação da dureza de acordo com a quantidade de deformação aplicada: (a) para amostras no estado bruto de fusão (EBF) e homogeneizada da liga Zn-22%Al-2%Cu e (b) para amostras homogeneizadas das ligas Zn-22%Al e Zn-22%Al-0,3%Cu.

Fonte: HERNÁNDEZ-RIVERA *et al.*, 2017; YANG; PAN; LEE, 2009 (Adaptado).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Descrição geral do trabalho

A presente pesquisa investigou a evolução microestrutural e o comportamento mecânico de uma liga comercial Zn-Al hipoeutética com adições de Cu e Mg antes e após processamento por forjamento multidirecional (MDF). As etapas do estudo estão representadas esquematicamente no fluxograma da Figura 32 e descritas nas seções seguintes.

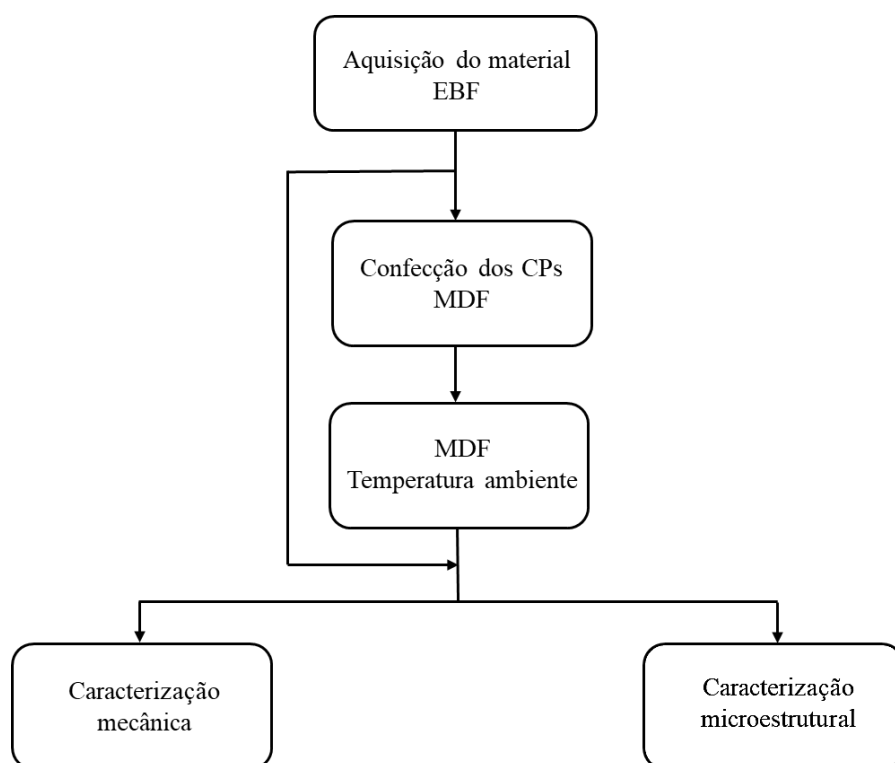


Figura 32. Representação esquemática das etapas da pesquisa.

EBF: Estado bruto de fusão; CPs: Corpos de prova; MDF: Forjamento multidirecional.

Fonte: Próprio autor.

4.2 Material

O material estudado consistiu em uma liga Zn-Al hipoeutética com adições de Cu e Mg, comercialmente denominada Zamac 8, ou ainda, de Zamac ZAP. Desenvolvida especialmente para a utilização em fundição de peças pequenas que exijam bom acabamento superficial e alto nível de detalhes, essas ligas possuem aumento no percentual de magnésio em comparação com as demais ligas Zamac (ASTM B 240-07). A composição química da liga em (% peso), conforme certificado emitido pelo fornecedor, é apresentada na Tabela 4.

Tabela 4. Composição química (% em peso) da liga estudada.

Elemento	Zn	Al	Cu	Mg	Fe	Ni	Pb	Cd	Sn
% em peso	93,55	3,81	2,29	0,39	0,0107	0,0032	<0,001	<0,0005	<0,0002

Fonte: CRC Zinco.

4.3 Confeção dos corpos de prova

Os corpos de prova para MDF foram usinados conforme o esquema apresentado na Figura 33. Foram retirados corpos de prova do material adquirido em lingotes, nas dimensões 13,00, 9,63 e 11,19 mm ao longo das direções X, Y e Z, respectivamente. Os corpos de prova foram extraídos da região central do lingote, de forma a obter um material mais homogêneo cujos possíveis defeitos provenientes do processo de fundição pudessem ser eliminados e/ou minimizados (Figura 33a). As dimensões foram escolhidas para atender a amplitude de deformação desejada para o processo de conformação subsequente (Figura 33b).

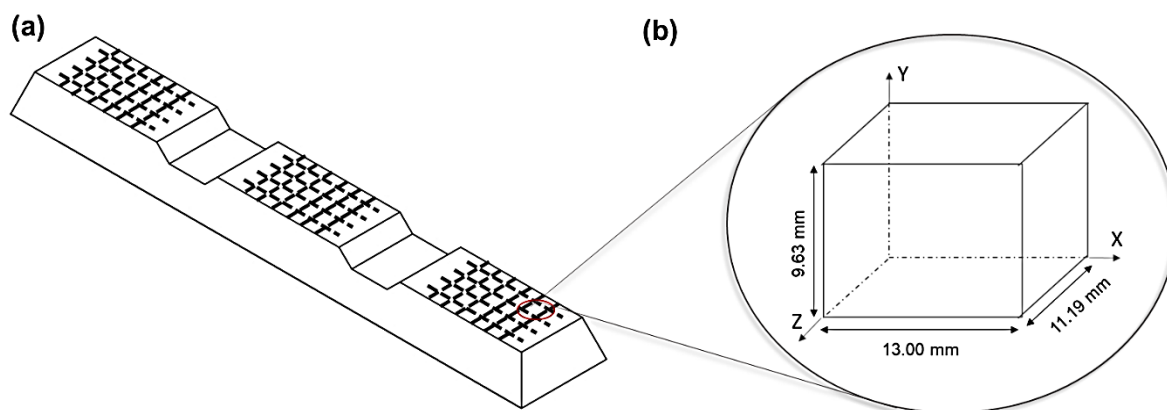


Figura 33. Esquema de corte dos corpos de prova (a) lingote adquirido comercialmente e (b) corpo de prova de MDF extraído do lingote.

Fonte: Próprio autor.

Os corpos de prova após o processamento por MDF foram cortados ao meio, paralelamente à face X, para serem submetidos aos diferentes ensaios de caracterização microestrutural (microscopia óptica - MO e microscopia eletrônica de varredura - MEV) e mecânica (dureza, teste de salto de velocidade de deformação e microtração) (Figura 34). Os cortes foram realizados com o auxílio da máquina de corte de precisão de baixa velocidade Minitom da marca Struers, com rotação de 350 rpm e uso de fluido de refrigeração diluído em

água a fim de garantir uma maior precisão dos cortes e prevenir possível aquecimento e deformação da superfície.

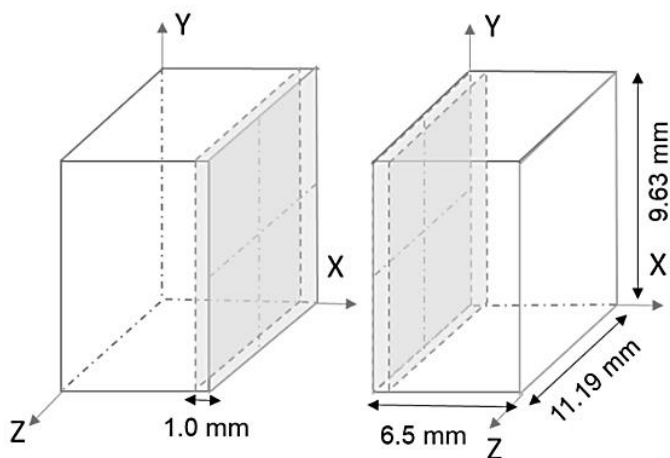


Figura 34. Esquema de corte dos corpos de prova para caracterização microestrutural e mecânica.

Fonte: Próprio autor.

Para a realização dos ensaios de microtração, foram usinados corpos de prova em tamanhos miniaturizados a partir das amostras submetidas ao processamento por MDF, com a finalidade de avaliar o comportamento mecânico da liga deformada no que se refere a propriedades superplásticas. Os corpos de prova foram usinados por eletroerosão a fio, com o auxílio de uma máquina Eletrocut Novick AR2300. Depois de confeccionados, dois corpos de prova foram retirados da região central das amostras conformadas (Figura 35).

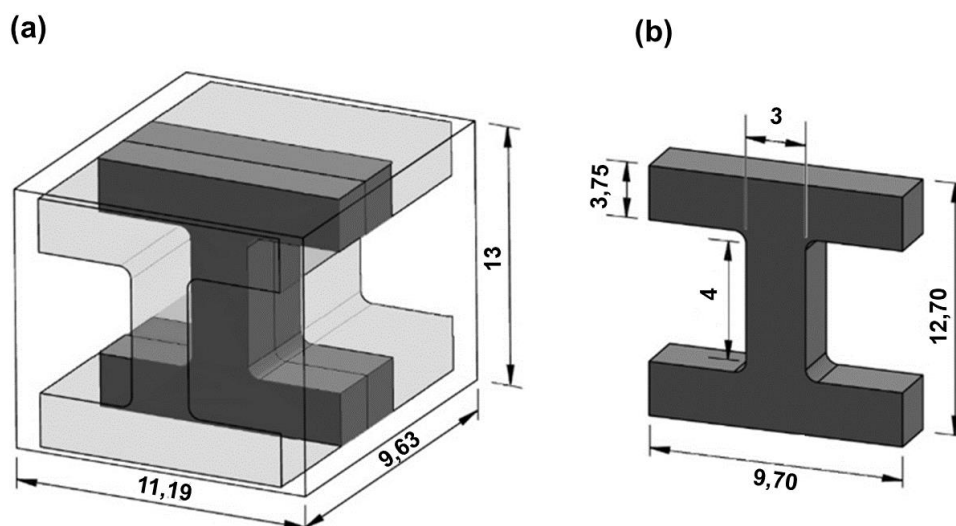


Figura 35.(a) Corpo de prova de tração retirado de corpo de prova de MDF e (b) corpo de prova de tração retirado da região central do material processado.

Fonte: Próprio autor.

4.4 Forjamento multidirecional

O processamento por forjamento multidirecional foi conduzido à temperatura ambiente em matriz confinada de aço AISI D2 temperado e revenido com seção transversal de 13,00 x 11,19 mm (Figura 36a). A matriz é envolvida por uma camisa que serve como reforço em casos de carregamento excessivo e possui alívios em duas quinas opostas na entrada do canal para atenuar a tensão nessas regiões e favorecer um possível escape de material. Este tipo de matriz permite que o material seja comprimido livremente até tocar as paredes do canal, momento o qual o estado triaxial de tensões inicia-se e torna-se mais acentuado à medida que a compressão prossegue. As compressões foram realizadas na máquina universal de ensaios Shimadzu modelo Autograph AGS-X com capacidade máxima de carga de 300 kN (Figura 36b). As paredes da matriz, base, punção e corpo de prova foram lubrificadas com MoS₂ que, após aplicado, teve seu excesso retirado.

Cada etapa de compressão envolveu a aplicação de um esforço capaz de reduzir a maior dimensão do corpo de prova para a menor (13,00 mm para 9,63 mm). Após cada compressão, o corpo de prova era rotacionado ao longo do eixo ortogonal para a dimensão de maior comprimento; após três compressões o corpo de prova retornava às dimensões iniciais para cada eixo e considerava-se que um “ciclo” de MDF havia sido concluído (Figura 37). A amplitude de deformação alcançada para cada compressão foi de $\Delta\epsilon \approx 0,30$, levando a uma deformação total no ciclo de três compressões de $\Delta\epsilon \approx 0,90$. A velocidade de ensaio adotada foi de 5 mm/s e as tensões e deformações verdadeiras foram obtidas de acordo com as Equações (7) e (8) (ASTM E9-8900, 2000; MEYERS; CHAWLA, 2009).

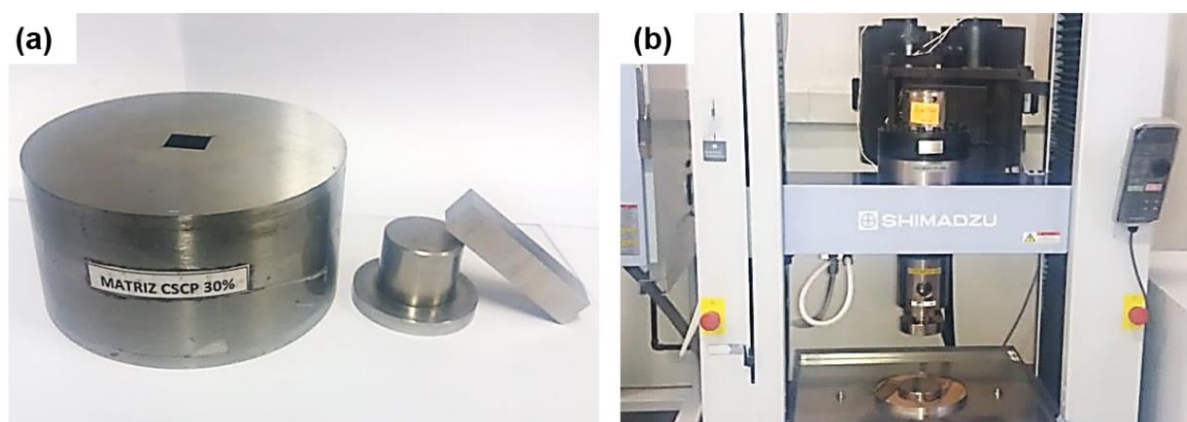


Figura 36. (a) Matriz de MDF com base e punção e (b) máquina universal de ensaios.

Fonte: Próprio autor.

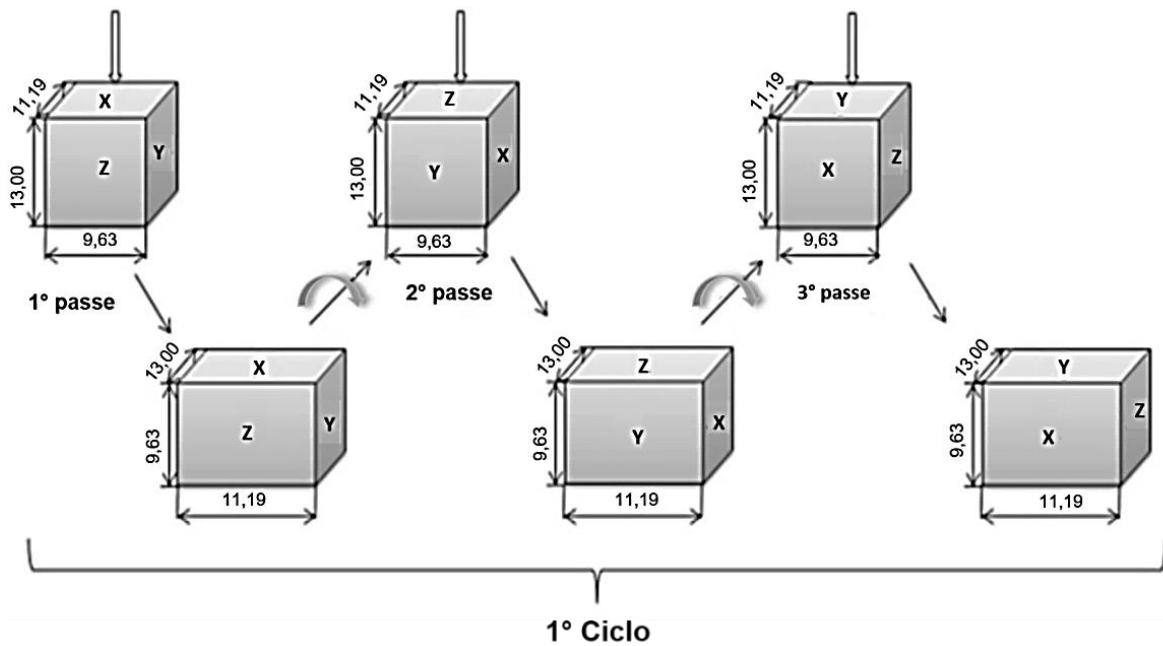


Figura 37. Representação esquemática do processo de forjamento multidirecional.

Fonte: Próprio autor.

$$\sigma_v = \sigma_{eng} \frac{h}{h_0} \quad (7)$$

$$\varepsilon_v = \ln \frac{h_0}{h} \quad (8)$$

Em que, σ_v é a tensão verdadeira, σ_{eng} a tensão de engenharia, ε_v a deformação verdadeira, h_0 a altura inicial e a h altura final do corpo de prova.

Os corpos de prova processados foram armazenados em refrigerador a $\sim -5^\circ\text{C}$ devido à baixa temperatura homóloga do material.

4.5 Caracterização microestrutural

A caracterização microestrutural do material no estado bruto de fusão e a evolução da microestrutura da liga em função do processamento foram analisadas por microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX).

4.5.1 Microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As amostras foram embutidas a frio em resina de polimetilmetacrilato com adições de pó de grafita com o propósito de melhorar a condução durante análise por MEV. O material embutido foi lixado em lixas d'água com grãos de óxido de alumínio nas granulometrias 600 e 1200 *mesh* e polidas com pastas de diamante de 9, 6, 3, 1 e 0,25 μm , sequencialmente, conforme sugerido na literatura (RODRÍGUEZ-HERNÁNDEZ *et al.*, 2014). Em sequência, as amostras foram atacadas quimicamente por aplicação com solução de 20 g de CrO_3 , 3,0 g de Na_2SO_4 e 100 ml de H_2O (ASM INTERNATIONAL, 2004). As análises foram conduzidas ao longo do plano x nas regiões do centro e da borda das amostras, sendo as últimas localizadas a $\sim 4,5$ mm de seus centros. Foram utilizados um microscópio óptico da marca Fortel modelo IM-713 com sistema de digitalização Kontrol e um microscópio de feixe duplo FEI Quanta 3D FEG com detector de elétrons retroespalhados e sistema de energia dispersiva (EDS) acoplado. As imagens obtidas foram usadas na identificação das fases, morfologia, análise qualitativa de composição química, estimativa do tamanho médio dos grãos e da fração de interfaces Zn-Zn, Zn-Al e Al-Al a partir do método dos interceptos (ASTM E112-13, 2014) e fração volumétrica das fases com o auxílio do *software* de processamento de imagens ImageJ.

4.5.2 Difração de raios X (DRX)

A identificação das fases da liga Zn-3,8% Al-2,3% Cu-0,4% Mg foi realizada também por difração de raios X. Utilizou-se um difratômetro PANalytical X'Pert Pro com radiação $\text{CuK}\alpha_1$ ($\lambda = 0,15406$), ângulo de varredura de 10° - 90° e passo de $0,02^\circ$. As amostras destinadas à análise em DRX seguiram a preparação metalográfica apresentada na sessão 3.5.1 com o acréscimo de mais uma etapa de polimento com pasta de $0,1 \mu\text{m}$ e decapagem em solução de ácido nítrico (10%) em meio alcoólico (etanol) por 10 min.

4.6 Caracterização mecânica

A caracterização mecânica do material no estado bruto de fusão e após processado por MDF foi conduzida por ensaios de microdureza, ultramicrodureza, teste de salto de velocidade de deformação e microtração.

4.6.1 Ensaios de microdureza e ultramicrodureza

Ensaio de microdureza foram executados com o auxílio de um microdurômetro Shimadzu modelo HMV-2T, com penetrador Vickers. A carga utilizada foi de 245 mN durante 15 s (HERNÁNDEZ-RIVERA *et al.*, 2017). Ensaio de ultramicrodureza foram conduzidos em um ultramicrodurômetro Shimadzu modelo DUH – 211S com penetrador Vickers, a carga aplicada foi de 25 mN em um período de carga e descarga de 5 s. No que tange o ensaio de microdureza, as indentações foram realizadas de duas maneiras diferentes a fim de mapear o comportamento do material em relação aos valores de dureza, conforme Figura 38.

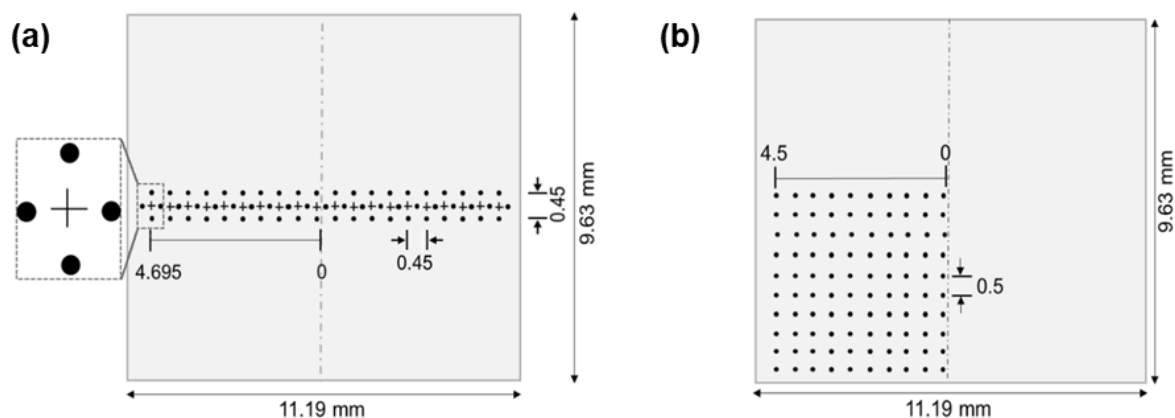


Figura 38. Posições das medidas de dureza representadas esquematicamente por círculos preenchidos para a distribuição de dureza (a) ao longo da linha central e (b) um quarto do plano X.

Fonte: Próprio autor.

A primeira delas consistiu na realização das impressões ao longo da linha central em posições representadas esquematicamente na Figura 38a, distanciadas de 0,45 mm. A dureza dessas regiões foi estimada a partir da média dos valores mensurados em indentações adjacentes distantes de 0,225 mm umas das outras. Na segunda, mapas de dureza foram realizados ao longo de um quarto do plano X, onde as impressões distam de 0,5 mm, conforme ilustrado na Figura 38b. Nos ensaios de ultramicrodureza, oito penetrações no centro de cada constituinte foram executadas e realizadas na região central da amostra.

4.6.2 Teste de compressão com mudança de velocidade

Testes de salto de velocidade em compressão foram realizados em amostras processadas por MDF a fim de verificar a sensibilidade à velocidade de deformação (m), visto que valores de $m \sim 0,5$ são associados à ocorrência de superplasticidade (LANGDON, T. G., 1994). A sensibilidade à velocidade de deformação foi quantificada de acordo com a Equação 9. Neste sentido, foram utilizadas as velocidades de compressão de 0,005 mm/s e 0,05 mm/s, de forma

que a velocidade de deformação, $\dot{\varepsilon}$, determinada pela Equação 11, estivesse em uma condição adequada para eventual comportamento superplástico (DEMIRTAS; PURCEK, 2019).

$$m = \left(\frac{\partial \sigma_v}{\partial \dot{\varepsilon}} \right)_T \quad (9)$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{dl/l}{dt} = \frac{dl}{dt} \left(\frac{1}{l} \right) = \frac{v}{l} (s^{-1}) \quad (10)$$

Em que v refere-se à velocidade dos cabeçotes e l , à altura inicial do corpo de prova.

Os ensaios foram conduzidos à temperatura ambiente em máquina universal de ensaios Shimadzu modelo Autograph AGS-X com capacidade máxima de carga de 300 kN (Figura 4b).

4.6.3 Microtração

Ensaio de microtração foram conduzidos à temperatura ambiente e a 200°C, a fim de se avaliar as propriedades mecânicas da liga após essa ser submetida a 1, 8 e 23 ciclos de MDF. Foi utilizada uma máquina universal de ensaios Shimadzu modelo Autograph AGS-X com forno de aquecimento acoplado. Os ensaios foram realizados em diferentes velocidades de deformação, $\dot{\varepsilon}$, $1 \times 10^{-4} s^{-1}$, $1 \times 10^{-3} s^{-1}$ e $1 \times 10^{-2} s^{-1}$, em que a velocidade do cabeçote foi mantida constante em cada um dos ensaios, todos os testes foram replicados. Os parâmetros de ensaio foram escolhidos baseados no levantamento apresentado na Tabela 2, justificando a escolha das temperaturas e taxas de deformação no ensaio de tração, uma vez que para estas condições percebe-se maior superplasticidade em ligas Zn-Al, conforme literatura.

As curvas tensão em função da deformação de engenharia foram obtidas a partir das relações apresentadas nas Equações 11 e 12. No entanto, correções e ajustes nas curvas elaboradas foram realizados após consideração da parcela de deformação da máquina por meio da estimativa de sua rigidez, conforme sequência de cálculos realizados por meio das Equações 13, 14, 15, 16, 17 e 18. Sob essa perspectiva, os ajustes foram conduzidos de maneira que a região elástica das curvas $\sigma_{eng} \times e_{eng}$ apresentasse a mesma inclinação determinada pelo módulo de elasticidade (E) do material.

$$\sigma_{eng} = \frac{F}{A_0} \quad (11)$$

$$e_{engMaterial} = \frac{\Delta L_{Material}}{L_0} = \frac{L_f - L_0}{L_0} = \frac{Deslocamento}{L_0} \quad (12)$$

Em que, σ_{eng} refere-se à tensão de engenharia, F a carga aplicada em (N) e A_0 à área da seção transversal inicial do corpo de prova, L_0 ao comprimento útil inicial do CP e $e_{engMaterial}$ à deformação de engenharia do material. Salienta-se que o deslocamento total (ΔL_{Total}) obtido inclui também o deslocamento da máquina (Equações 13).

$$\Delta L_{Total} = \Delta L_{Máquina} + \Delta L_{Material} \quad (13)$$

$$e_{engTotal} = \frac{\Delta L_{Total}}{L_0} = \frac{\Delta L_{Máquina}}{L_0} + \frac{\Delta L_{Material}}{L_0} \quad (14)$$

Em que, ΔL_{Total} corresponde ao deslocamento do travessão superior da máquina, ou seja, os resultados referentes aos dados coletados pela máquina. Sendo assim, $\Delta L_{Máquina}$ equivale ao deslocamento referente aos acessórios da máquina de ensaio, que estão incorporados nos resultados. Os valores de $\Delta L_{Material}$ são os resultados de deslocamento do material propriamente dito. Para a eliminação da deformação da máquina seguiu-se com o raciocínio a seguir:

$$F = k_{máquina} \Delta L_{Máquina} \quad (15)$$

$$\Delta L_{Máquina} = \frac{F}{k_{máquina}} \quad (16)$$

Em que $k_{máquina}$ corresponde à rigidez da máquina de ensaios. Assim, substituindo os termos da Equação 14 e conhecendo o módulo de elasticidade do material (E), tem-se que:

$$e_{engTotal} = \frac{F}{k_{máquina} L_0} + e_{engMaterial} \quad (17)$$

$$e_{engMaterial} = e_{engTotal} - \frac{F}{k_{máquina} L_0} \quad (18)$$

Os valores de alongamento até a fratura foram estimados com o auxílio das imagens do material antes e após o ensaio, considerando a distância entre as cabeças do corpo de prova. Contudo, sabe-se que é provável uma parcela de erro embutido nos resultados inerente ao processo de medida.

5 RESULTADOS

5.1 Comportamento mecânico

Na presente investigação, o método de deformação plástica severa por MDF foi realizado com sucesso à temperatura ambiente no processamento da liga hipoeutética Zn-Al-Cu-Mg alcançando 23 ciclos completos. As curvas tensão-deformação obtidas para a liga submetida aos 23 ciclos de MDF são apresentadas na Figura 39. Nota-se que as curvas $\sigma \times \epsilon$ para cada uma das compressões individualmente exibem uma inclinação inicial decrescente, seguida por uma inflexão e um rápido aumento na tensão de fluxo. A inflexão corresponde ao contato inicial do material com as paredes laterais da matriz e a consequente imposição do estado triplo de tensões no corpo de prova. A partir desse momento, os resultados correspondem não só ao comportamento do material, mas também ao estado de tensões imposto pelo confinamento; desta forma, a curva de fluxo para a deformação acumulada é tomada a partir do momento em que se inicia o confinamento e corresponde à região associada à deformação plástica que precede os sucessivos pontos de inflexão das curvas individuais.

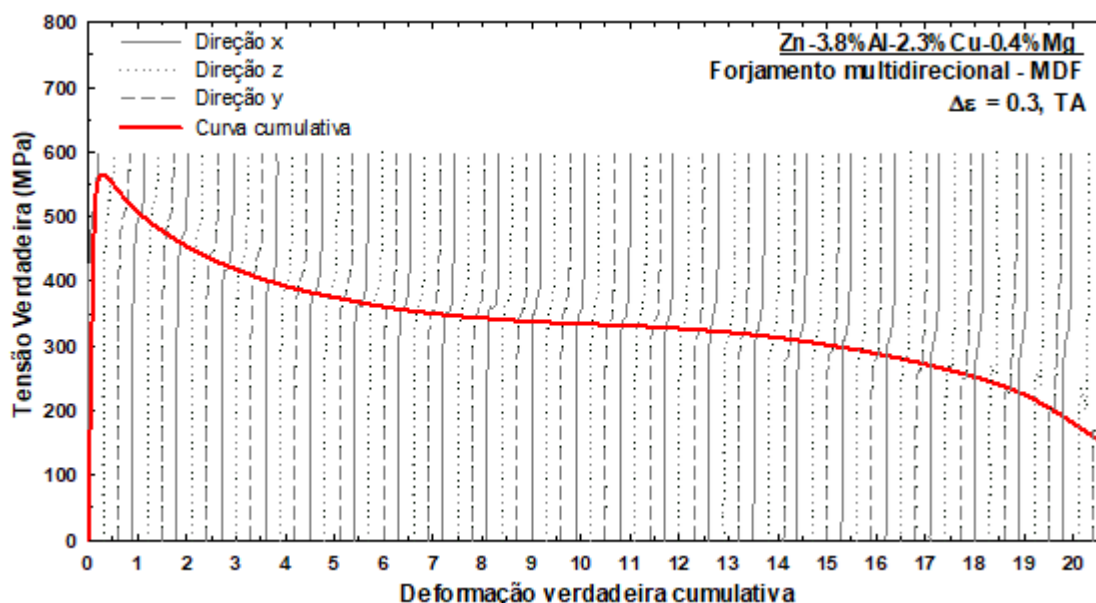


Figura 39. Curvas tensão x deformação individuais e cumulativa para amostras de Zn-3,8Al-2,3Cu-0,4 Mg processadas por 23 ciclos de MDF com $\Delta\epsilon \approx 0,3$.

Fonte: Próprio autor.

A curva cumulativa revela que o processamento por MDF com $\Delta\epsilon \approx 0,3$ conduz a um encruamento significativo na liga Zn-Al hipoeutética, que atinge uma tensão máxima de ~ 550

MPa no primeiro ciclo de MDF a $\varepsilon \approx 0,6$. A deformação adicional promove uma redução gradual na tensão de fluxo que atinge um estado estacionário na faixa de deformação de $\sim 7-12$ para o qual $\sigma \approx 350$ MPa. A suavização da tensão de fluxo torna-se novamente evidente para $\varepsilon > 12$ e o metal atinge $\sigma \approx 160$ MPa após 23 ciclos. Ao fim de 23 ciclos, trincas superficiais tornaram-se visíveis à temperatura ambiente e, portanto, o material não foi submetido à deformação subsequente.

A evolução da sensibilidade à velocidade de deformação (m) como função da deformação acumulada para as amostras de Zn-3,8Al-2,3Cu-0,4Mg no estado bruto de fusão e após 23 ciclos de MDF é apresentada na Figura 40. Nota-se que a liga no estado bruto de fusão exibe uma sensibilidade à velocidade de deformação de $\sim 0,03$ para a velocidade de deformação ($\dot{\varepsilon}$) variando de $\sim 4 \times 10^{-4}$ para $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Um rápido aumento de m é observado até o 4º ciclo de MDF, em seguida parece atingir um valor quase constante de $\sim 0,12$. Uma tendência de crescimento é novamente observada para $\varepsilon > 12$ e $m \approx 0,13$ ao completar o 23º ciclo.

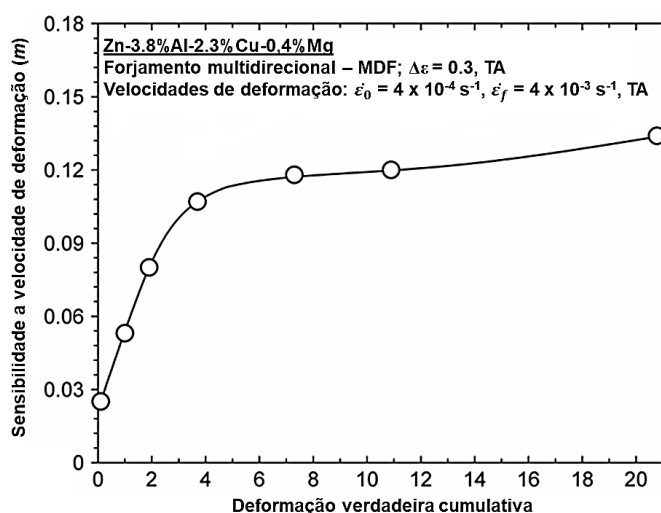


Figura 40. Sensibilidade a velocidade de deformação, m , em função da deformação verdadeira cumulativa para amostras em estado bruto de fusão e após processada por MDF da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg submetidas ao teste de salto de velocidade a temperatura ambiente usando as velocidades de deformação $\sim 4 \times 10^{-4}$ e $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Fonte: Próprio autor.

Amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg após processadas por 1, 8 e 23 ciclos de MDF à temperatura ambiente foram submetidas a ensaios de microtração variando-se temperatura e taxa de deformação a fim de investigar a influência destas variáveis nas propriedades de fluxo da liga. Os gráficos representativos das curvas tensão de engenharia em função da deformação de engenharia para as amostras processadas por MDF e, posteriormente,

levadas a fratura à temperatura ambiente e a 200°C são apresentados na Figura 41, as taxas de deformação inicial variaram entre $1,0 \times 10^{-4}$ e $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

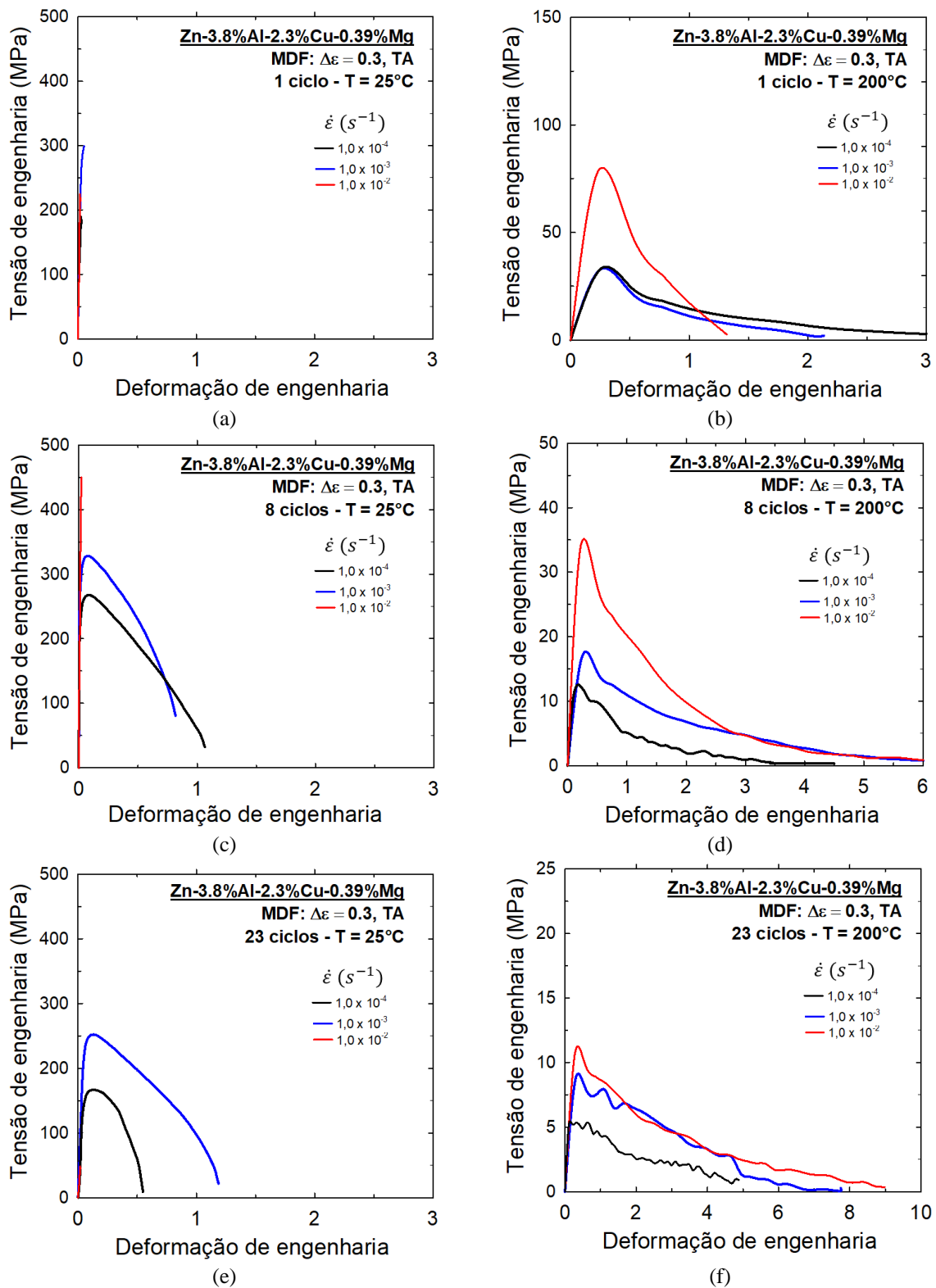


Figura 41. Curvas tensão em função da deformação verdadeira da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 1, 8 e 23 ciclos de MDF tracionado até a fratura a (a), (c) e (e) 25°C e (b), (d) e (f) 200°C.

Fonte: Próprio autor.

Verifica-se que as propriedades mecânicas da liga processada por MDF dependem da microestrutura inicial e da severidade do ensaio, conforme previsto pelo parâmetro de Zener-Hollomon (Equação 4), apresentando diferentes respostas de acordo com a variação da temperatura e da taxa de deformação. Nota-se que todas as condições tracionadas à temperatura ambiente com $\dot{\epsilon} = 1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ sofreram ruptura logo nos estágios iniciais de ensaio e próximos a cabeça, apresentando certa fragilidade. Considerando ainda os testes realizados à temperatura ambiente, é possível observar que a redução da taxa de deformação não impediu a ruptura precoce dos corpos de prova referentes à condição de 1 MDF, mas possibilitou aumento da ductilidade para as amostras de 8 e 23 MDF. No entanto, a condição de 8 MDF testada à temperatura ambiente usando taxas de deformação inferiores a $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ exibiu ductilidade semelhante, embora tenham sido necessárias tensões de fluxo mais elevadas para a taxa de $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

O aumento da temperatura de ensaio promoveu acentuada redução na resistência mecânica da liga durante a deformação plástica das amostras processadas por diferentes ciclos de MDF. Há um aumento de ductilidade expressivo para a amostra de 1 MDF. Para a condição de 8 ciclos de MDF verificou-se que taxas de deformação mais elevadas conduziram a maiores tensões de pico. Em relação ao comportamento da amostra submetida a 23 ciclos de MDF, observa-se que o material apresentou valor de alongamento reduzido para a menor taxa de deformação, o que sugere possível influência de fenômenos termicamente ativados atuando na restauração da microestrutura.

Nas Figuras 42, 43 e 44 são mostradas as formas dos corpos de prova da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4Mg após ensaio de tração para o material previamente submetido a 1, 8 e 23 ciclos de MDF, respectivamente. Os valores de alongamento total são exibidos no lado direito das amostras deformadas para cada condição de teste. A análise das imagens demonstra que os corpos de prova ensaiados a quente, para todas as condições, apresentaram alongamento superior que aqueles testados à temperatura ambiente. Além disso, alongamentos próximos ou superiores a 500% foram observados para as condições de 8 e 23MDF ensaiadas a 200°C para todas as taxas de deformação.

Ainda em relação aos corpos de prova testados a 200°C, as amostras relativas à condição de 1MDF apresentaram razoável uniformidade de largura ao longo de todo o comprimento útil, contudo um aspecto superficial irregular é observado na superfície dos CPs. Em contrapartida, a liga processada por 8 e 23 ciclos de MDF exibiram um gradiente de largura mais nítido exibindo alongamentos característicos de superplasticidade.

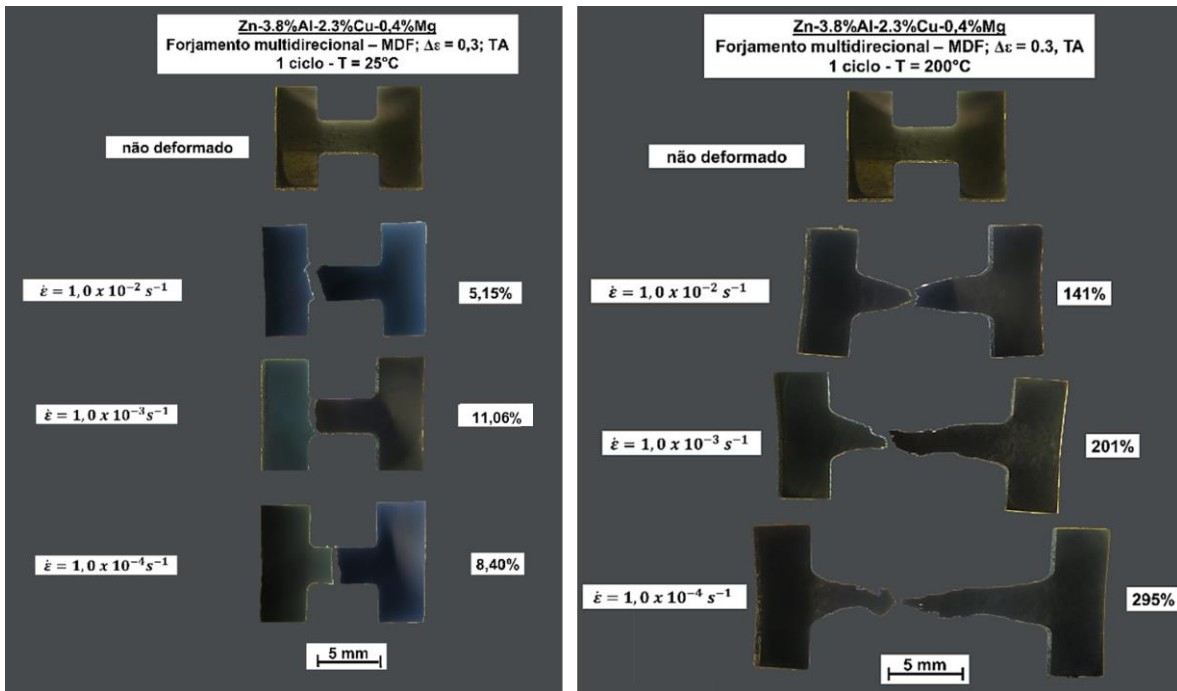


Figura 42. Corpos de prova da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 1 ciclo de MDF a temperatura ambiente e tracionada até a ruptura a (a) 25°C e (b) 200°C.

Fonte: Próprio autor.

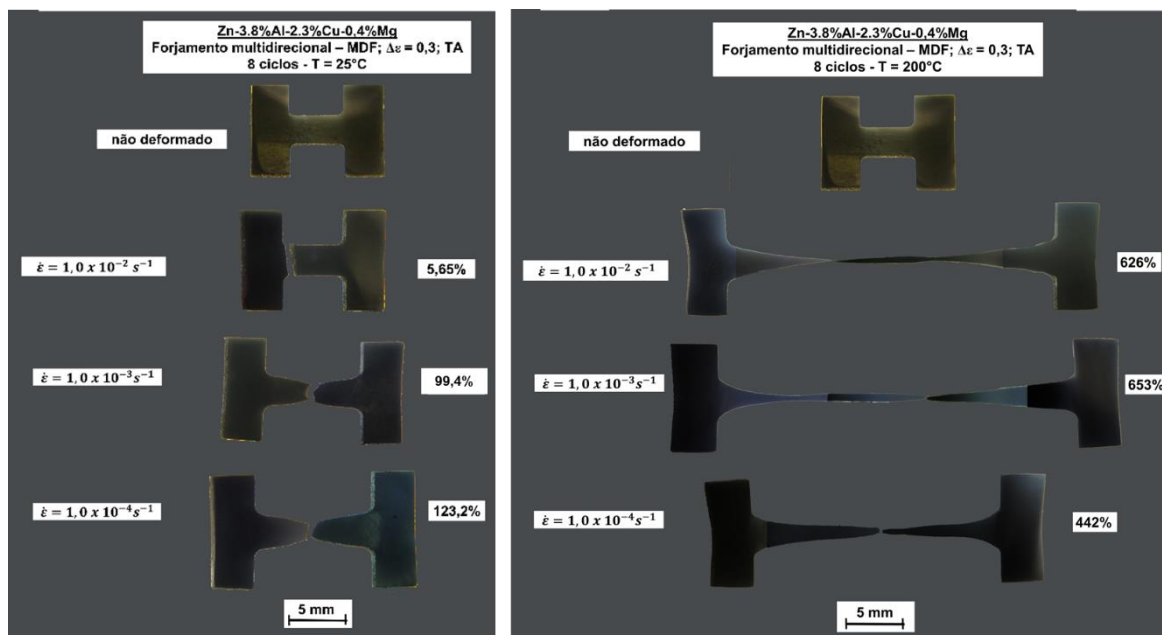


Figura 43. Corpos de prova da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 8 ciclos de MDF a temperatura ambiente e tracionada até a ruptura a (a) 25°C e (b) 200°C.

Fonte: Próprio autor.

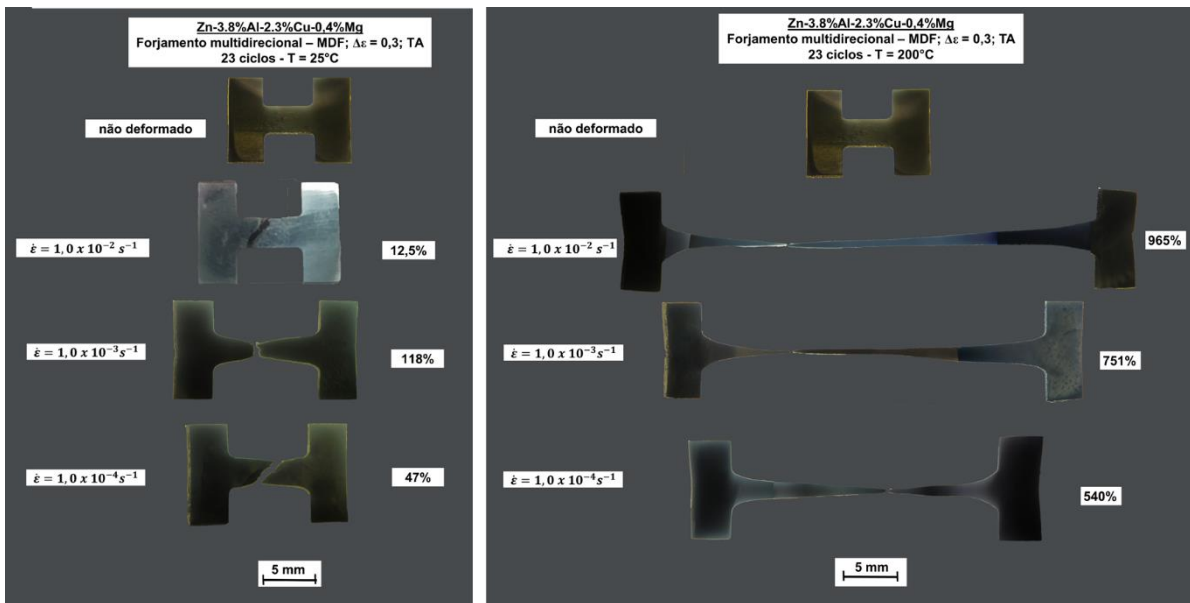


Figura 44. Corpos de prova da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 23 ciclos de MDF a temperatura ambiente e tracionada até a ruptura a (a) 25°C e (b) 200°C.

Fonte: Próprio autor.

Na Figura 45 são apresentadas as variações de dureza Vickers ao longo da linha central no plano x para a liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg antes e após processamento por MDF. Verifica-se que o material no estado bruto de fusão apresenta uma distribuição de dureza uniforme com um valor médio de ~ 108 HV ($\text{kgf}\cdot\text{mm}^{-2}$). Após o primeiro ciclo de MDF ocorre um aumento pronunciado da dureza, que alcança valores de ~ 130 e 140 HV nas regiões do centro e borda, respectivamente.

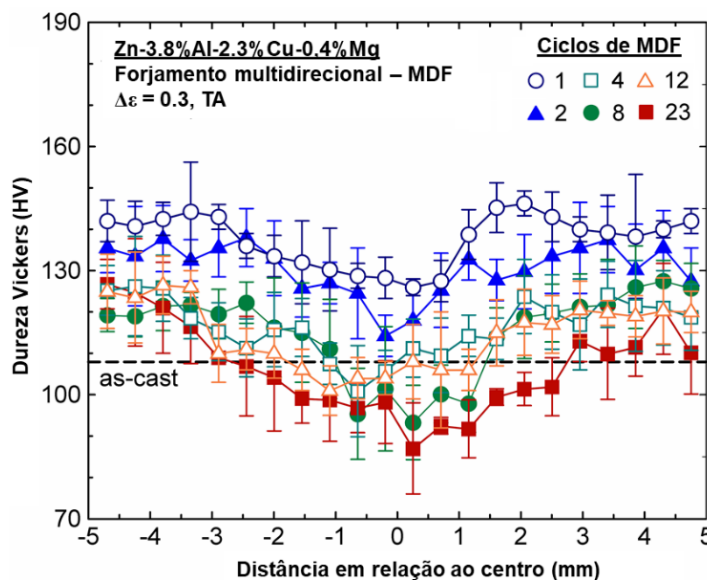


Figura 45. Distribuição de dureza Vickers medidas na seção média das amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por 1, 2, 4, 8, 12 e 23 ciclos de MDF a temperatura ambiente.

Fonte: Próprio autor.

Com o avanço da deformação, é possível observar uma redução contínua nos valores de dureza, atingindo valores inferiores a ~90 HV após 23 ciclos. No entanto, a distribuição de dureza permanece heterogênea exibindo, valores mais baixos no centro das amostras. Esta tendência é consistente com a curva de fluxo cumulativa da Figura 39 e com estudos recentes os quais demonstraram que a região central de amostras submetidas a MDF sofre maior deformação e, portanto, gera estruturas de grãos mais finos em comparação com a vizinhança das paredes laterais do corpo de prova (KISHCHIK *et al.*, 2018; MAGALHÃES *et al.*, 2019).

As medidas de dureza realizadas ao longo de um quarto do plano seccional médio x na liga processada por MDF foram usadas para construção de mapas de contornos codificados por cores, conforme exibido na Figura 46. É importante notar que as distribuições de dureza representadas neste mapa e na Figura 45 são mutuamente consistentes e confirmam uma tendência geral de um inicial aumento na dureza Vickers seguido de uma gradual redução. As amostras processadas por 1 e 2 ciclos exibem um comportamento bastante assimétrico de distribuição de dureza em que valores mais altos são encontrados próximo ao eixo-z. Contudo, após 4 ciclos de MDF, as distribuições de dureza na liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg parecem ter simetria diagonal e a região central que sofreu amaciamento tende a cobrir maior volume da amostra com o aumento da deformação.

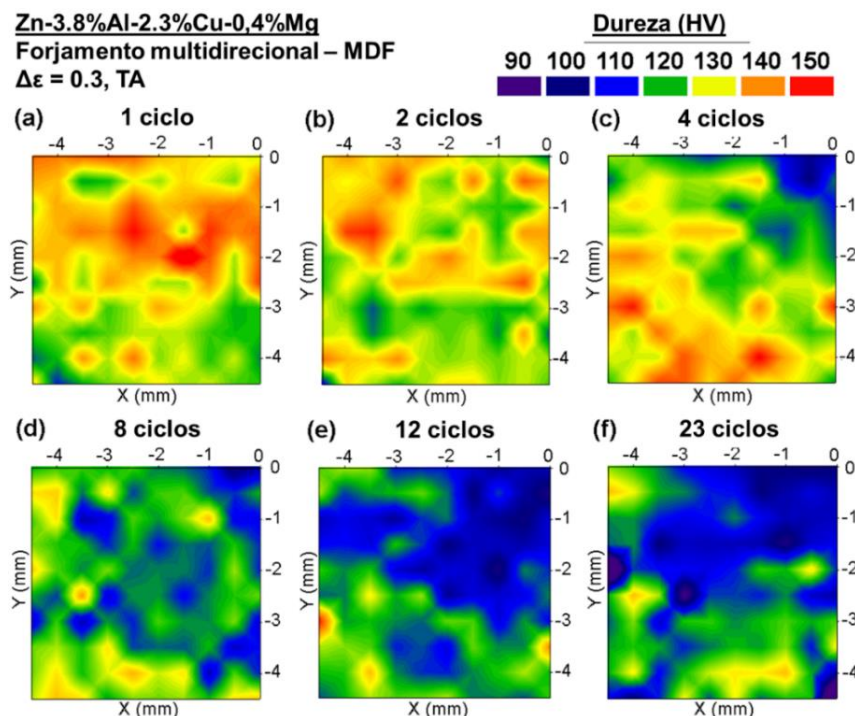


Figura 46. Mapas de contornos codificados por cores da distribuição de dureza ao longo de um quadrante da seção média do plano de amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 1, 2, 4, 8, 12 e 23 ciclos de MDF a temperatura ambiente.

Fonte: Próprio autor.

Na Figura 47 é apresentada a evolução da dureza média da fase η -Zn, bem como dos constituintes eutetóide e eutético, considerados de maneira isolada, da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg em função da deformação verdadeira das amostras processadas por 23 ciclos de MDF. Observa-se que antes do processamento o constituinte eutético exibe dureza média de ~ 170 HV, enquanto o constituinte eutetóide e a fase primária η -Zn apresentam valores de dureza no intervalo de 90-110 HV. É revelado que, embora todas as fases/constituintes sofram endurecimento seguido de amaciamento durante o processamento por MDF, isso ocorre em diferentes níveis de deformações para cada componente.

O primeiro ciclo de MDF afeta basicamente apenas a dureza da fase primária η -Zn, que se eleva até ~ 185 HV e é, portanto, responsável pelo encruamento inicial do material como um todo. A dureza então diminui rapidamente com o aumento da deformação até $\varepsilon \approx 7,2$, quando aparentemente satura em ~ 95 -110 HV. A dureza Vickers do constituinte eutetóide aumenta após o 2º ciclo e atinge ~ 135 HV em $\varepsilon \approx 3,6$, quando finalmente amacia e satura em ~ 95 -110 HV após 8 ciclos. Os valores de dureza do eutético permanecem inalterados mesmo após 4 ciclos de MDF. Com o avanço da deformação, este componente endurece e atinge um valor médio de ~ 225 HV no 12º ciclos. De maneira similar ao segundo estágio de amaciamento observado na Figura 39, o constituinte eutético amacia gradualmente após atingido $\varepsilon \approx 12$ e essa tendência persiste mesmo após 23 ciclos.

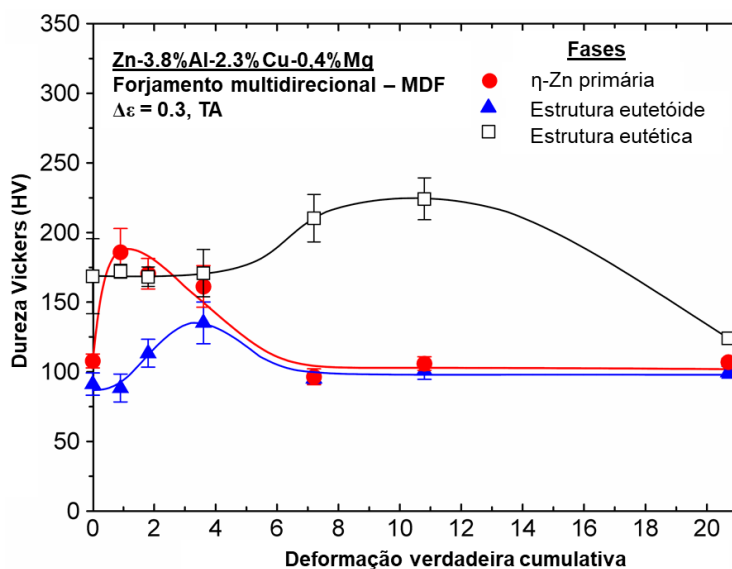


Figura 47. Variação das médias de dureza para cada um dos componentes da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg imediatamente antes e após o processamento por 1, 2, 4, 8, 12 e 23 ciclos de MDF.

Fonte: Próprio autor.

5.2 Evolução microestrutural

Imagens representativas da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg em estado bruto de fusão obtidas por MO e MEV, a partir da difração de elétrons retroespalhados, são apresentadas na Figura 48. Observa-se que a microestrutura, em sua maior parte, é composta pela fase primária η -Zn contendo precipitados de CuZn_4 e $\text{Al}_5\text{Cu}_4\text{Zn}$ dispersos em sua matriz, indicados por setas nas Figuras 48b e 48d e previstos em estudos recentes (LIANG *et al.*, 2019). As imagens obtidas por microscopia óptica não foram suficientes para distinguir as fases dentro do constituinte eutetóide. A fração de área da fase dendrítica foi estimada $\sim 62 \pm 5\%$ após o exame de várias imagens obtidas por MEV. O constituinte eutético corresponde a estruturas finas das fases η -Zn, α -Al e $\text{Mg}_2\text{Zn}_{11}$ com formas e tamanhos semelhantes. Este componente evoluiu nas interfaces da fase primária η -Zn e constitui $\sim 15 \pm 4\%$ do metal não processado. Finalmente, o constituinte eutetóide é composto por domínios de η -Zn e α -Al e apresenta um contraste mais escuro em comparação com os demais componentes nas imagens de MEV e mais claro para MO.

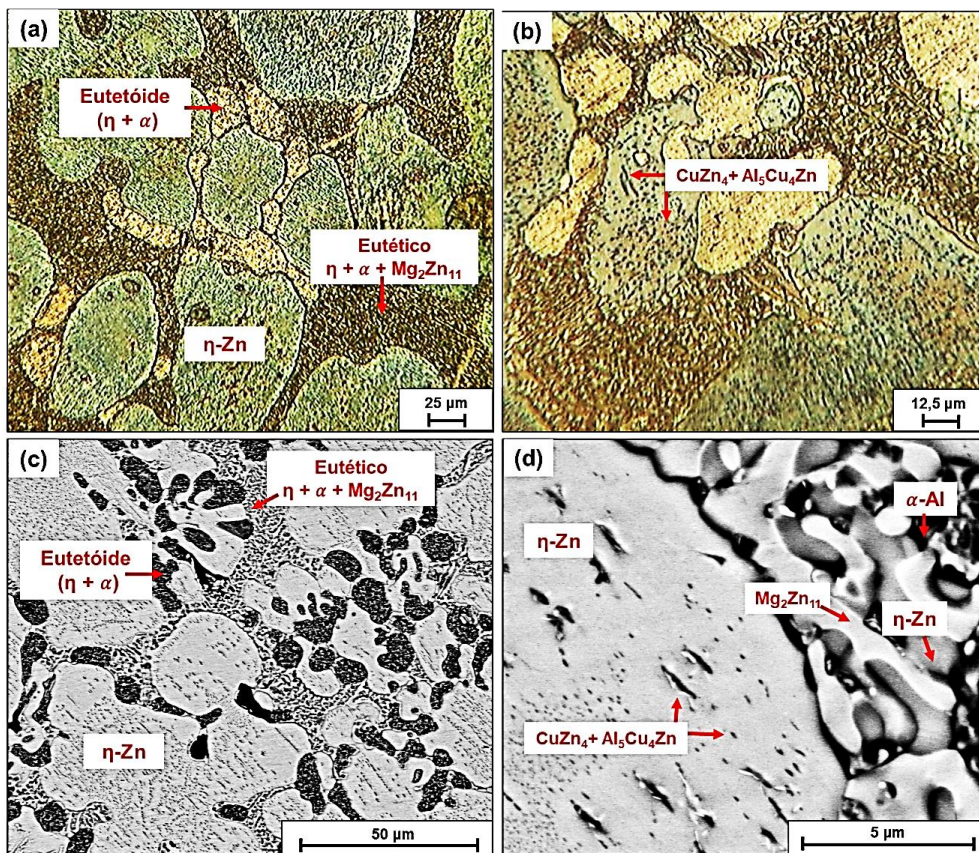


Figura 48. Imagens de MO e MEV mostrando os diferentes (a) (b) e (c) componentes e (d) fases dentro da microestrutura da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg em estado bruto de fusão.

Fonte: Próprio autor.

As microestruturas da liga Zn-Al após processamento por MDF foram também examinadas por MO, conforme exibido nas Figuras 49 e 50 para a borda e o centro das amostras, respectivamente. Após um ciclo, a morfologia e o tamanho dos componentes da região das bordas são similares aos do material não processado, exceto por algumas características internas que lembram maclas e bandas de cisalhamento no interior da fase primária η -Zn. O avanço da deformação promove um aumento na quantidade dessas estruturas internas e a microestrutura nas áreas das bordas tornam-se mais sombreadas, conforme observado na Figura 49f. Conclui-se da Figura 50 que as mudanças microestruturais na liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg ocorrem em taxas mais rápidas no centro das amostras processadas por MDF. Maclas que se cruzam e/ou bandas de cisalhamento são já abundantes após um ciclo e tornam-se próximas e praticamente indistinguíveis por meio de microscopia óptica após o 4º ciclo. É relevante notar ainda que as áreas relacionadas ao constituinte eutetóide são evidentemente distorcidas após 8 ciclos e esses domínios são severamente alongados após 23 ciclos.

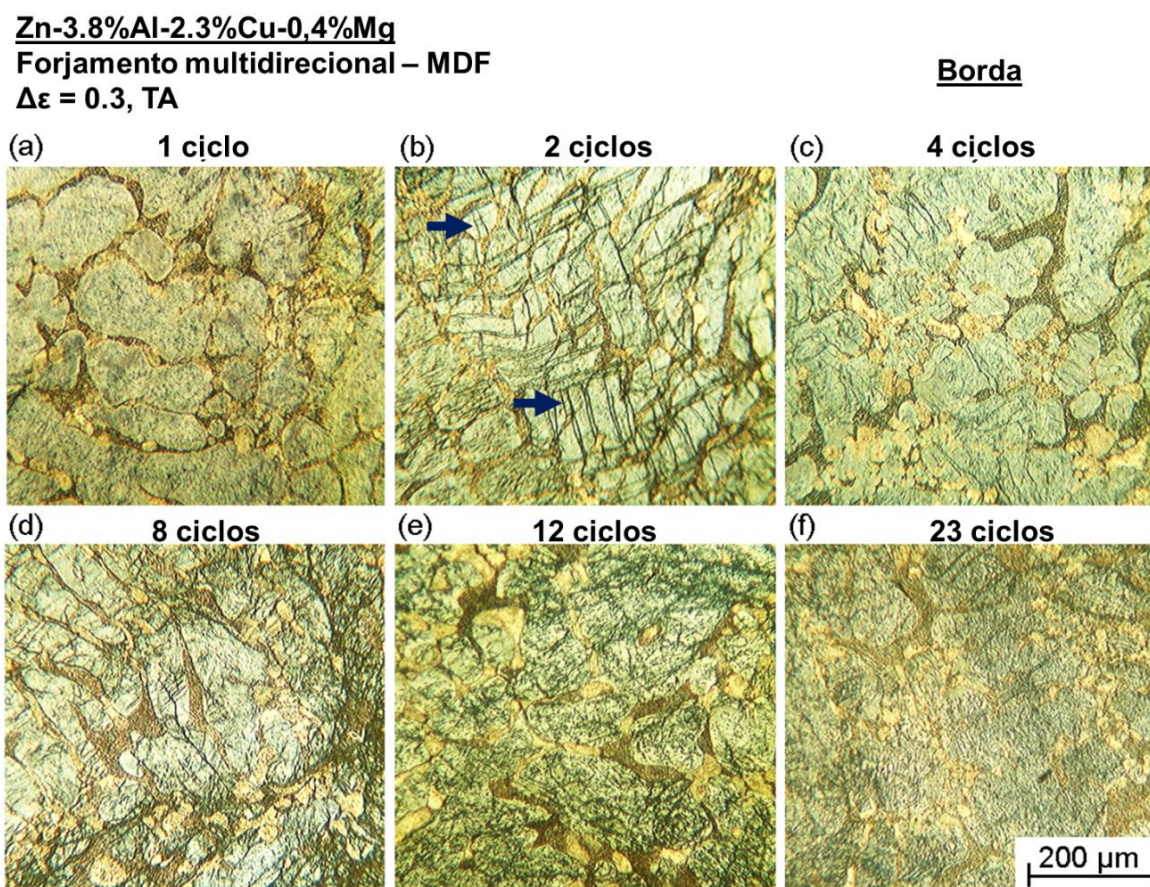


Figura 49. Imagens de MO exibindo a distribuição geral das fases e constituintes na região de borda das amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por até 23 ciclos de MDF.

Fonte: Próprio autor.

A fim de permitir uma identificação mais clara das mudanças microestruturais causada pelo processamento de MDF, as Figuras 51 e 52 exibem imagens de MEV mostrando a distribuição geral de componentes e fases na área central de amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg submetidas a até 23 ciclos de MDF a temperatura ambiente. O tamanho de grão (d) para cada componente e a fração de interfaces Zn-Zn, Zn-Al e Al-Al nos constituintes eutético e eutetóide foram medidos com base em observações em áreas representativas e os resultados são apresentados na Tabela 5. Nota-se o início da abundante formação de maclas e bandas de cisalhamento nas regiões de domínio da fase primária η -Zn após 1 e 2 ciclos. Antes do processamento esse componente exibiu um tamanho de grão de $\sim 53 \mu\text{m}$ e foi refinado até $\sim 32 \mu\text{m}$ após o segundo ciclo. Enquanto isso, os outros constituintes não apresentaram alterações significativas.

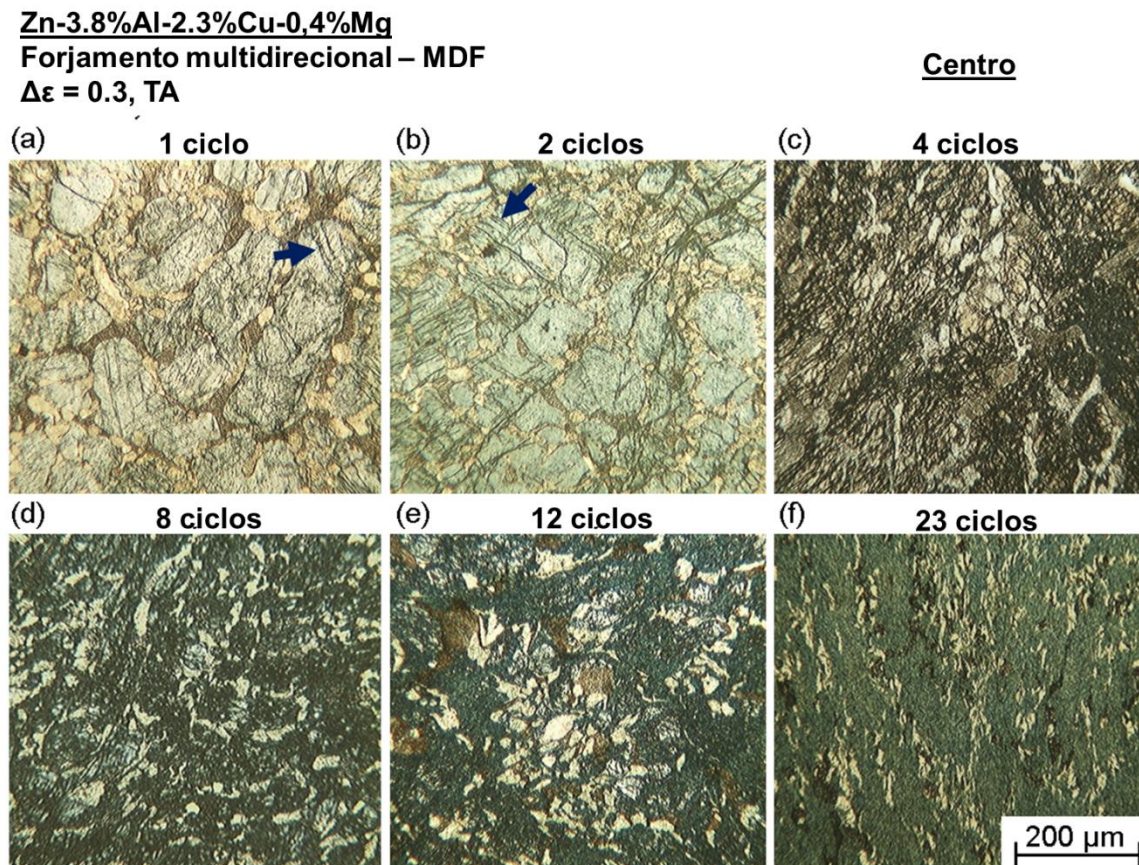


Figura 50. Imagens de MO exibindo a distribuição geral das fases e constituintes na região central das amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por até 23 ciclos de MDF.

Fonte: Próprio autor.

Observa-se nas Figuras 51c e 52c que as interseções entre as bandas de cisalhamento promoveram fragmentação significativa nas áreas correspondentes à fase primária η -Zn em que

$d \approx 2,1 \mu\text{m}$ após 4 ciclos. Deve-se notar ainda que o constituinte eutetóide exibe duas regiões com morfologia distintas, tendo fases equiaxiais ou lamelares. A quantidade de áreas com estruturas lamelares aumenta e tanto o espaçamento interlamelar quanto o tamanho do grão equiaxial eutetóide diminui com a elevação da deformação.

Zn-3.8%Al-2.3%Cu-0.4%Mg
Forjamento multidirecional – MDF
 $\Delta\epsilon = 0.3, \text{TA}$

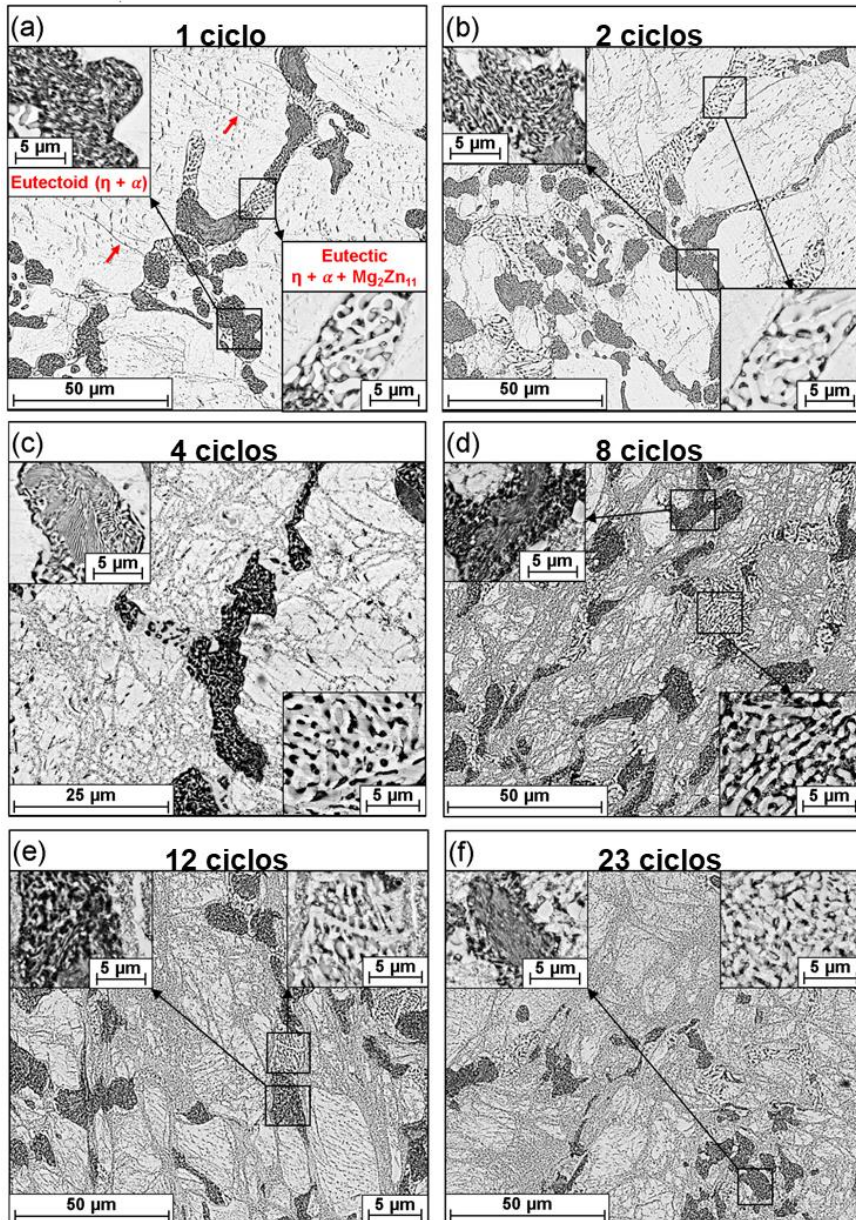


Figura 51. Imagens de MEV mostrando a distribuição geral das fases e constituintes no centro das amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por até 23 ciclos de MDF.

Fonte: Próprio autor.

Os grãos da fase primária η -Zn foram mais proeminentemente refinados até uma faixa submicrométrica após o 8º ciclo de MDF. Além disso, a quantidade de áreas refinadas desse componente aumentou significativamente, enquanto não houve grandes mudanças no constituinte eutético. Uma análise cuidadosa das Figuras 52e e 52f revela a ocorrência de fragmentação de grãos no constituinte eutético, o qual atingiu um tamanho médio de $\sim 0,37 \mu\text{m}$ após 23 ciclos. Ademais, áreas correspondentes aos domínios dos constituintes eutético e eutetóide tornam-se alongadas e se misturam com a matriz primária η -Zn.

Zn-3.8%Al-2.3%Cu-0.4%Mg
Forjamento multidirecional – MDF
 $\Delta\varepsilon = 0.3$, TA

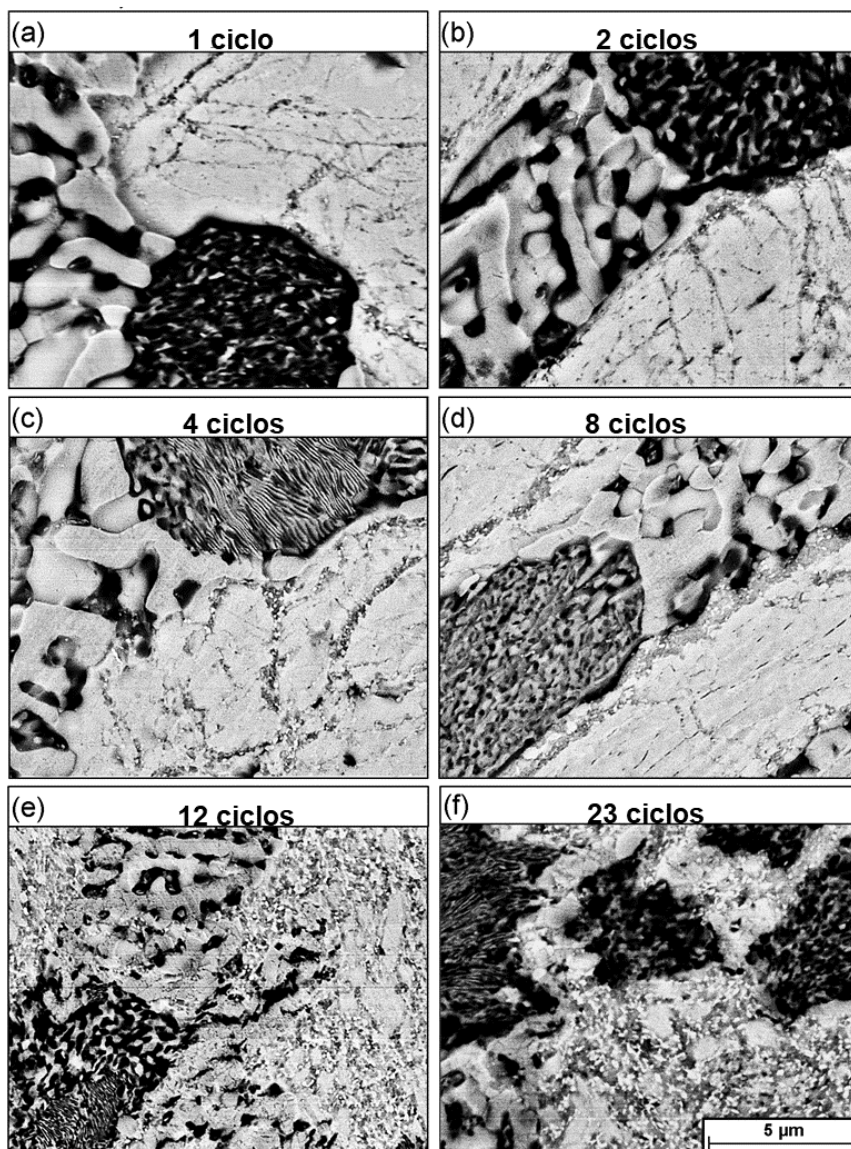


Figura 52. Imagens de MEV mostrando a morfologia e o tamanho das fases e constituintes dentro dos constituintes eutético e eutetóide no centro de amostras da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processadas por até 23 ciclos de MDF.

Fonte: Próprio autor.

Tabela 5. Tamanho de grão e fração das interfaces Zn-Zn, Zn-Al e Al-Al para os diferentes constituintes na liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por 23 ciclos de MDF.

Ciclos MDF	Tamanho de grão (μm)				Fração de interfaces (%)					
	η -primário	Eutético	Eutetóide equiaxial	Eutetóide lamelar ^a	Eutético			Eutetóide		
					Zn-Zn ^b	Zn-Al ^b	Al-Al	Zn-Zn	Zn-Al	Al-Al
0	53 ± 10	1,2 ± 0,4	0,38 ± 0,07	0,29 ± 0,01	36 ± 4	54 ± 6	10 ± 7	17 ± 4	45 ± 4	38 ± 5
1	33 ± 12	1,1 ± 0,2	0,34 ± 0,03	0,21 ± 0,05	45 ± 10	50 ± 12	5 ± 4	14 ± 7	62 ± 10	24 ± 14
2	32 ± 10	0,90 ± 0,30	0,33 ± 0,04	0,14 ± 0,03	46 ± 7	45 ± 10	9 ± 5	20 ± 6	51 ± 7	29 ± 9
4	2,1 ± 1,0	0,80 ± 0,20	0,33 ± 0,04	0,13 ± 0,02	45 ± 8	49 ± 3	6 ± 4	22 ± 6	69 ± 6	9 ± 2
8	0,30 ± 0,10	0,60 ± 0,20	0,32 ± 0,03	0,11 ± 0,03	49 ± 7	47 ± 10	4 ± 2	38 ± 8	53 ± 9	9 ± 3
12	0,30 ± 0,10	0,60 ± 0,20	0,31 ± 0,03	0,09 ± 0,02	51 ± 6	44 ± 8	5 ± 3	39 ± 7	51 ± 7	10 ± 7
23	0,25 ± 0,10	0,37 ± 0,10	0,30 ± 0,04	0,08 ± 0,02	65 ± 7	30 ± 8	5 ± 2	32 ± 5	54 ± 7	14 ± 4

^aCorresponde ao espaçamento interlamelar médio.

^bA fase $\text{Mg}_2\text{Zn}_{11}$ também foi considerada como um domínio rico em Zn.

Fonte: Próprio autor.

Conclui-se da Tabela 5 que a fração de interfaces Zn-Zn aumenta com a deformação e essas interfaces tornam-se dominantes para o constituinte eutético. A fração das interfaces Zn-Zn para as áreas eutéticas é ~36% no metal fundido e aumenta para ~65% após o processamento com 23 ciclos de MDF devido à mistura substancial de fases nas etapas mais avançadas do processamento.

Na Figura 53 é apresentado o difratograma da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg em estado bruto de fusão. Os picos presentes correspondem às fases η -Zn, α -Al e $\text{Mg}_2\text{Zn}_{11}$, conforme identificado também por Lutfi *et al.* (2014); Sharath; Udupa; Kumar (2017); Wang, C. *et al.* (2016); Yao *et al.* (2016) e Zhang, H *et al.* (2019).

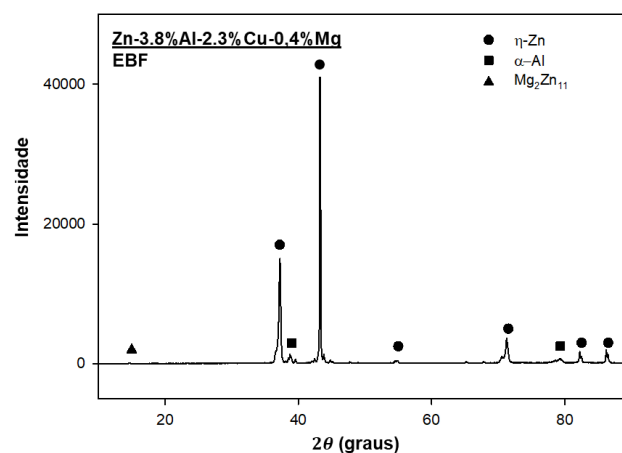


Figura 53. Difratograma da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg em estado bruto de fusão.

Fonte: Próprio autor.

Os difratogramas das amostras processadas podem ser observados na Figura 54. Nota-se que a intensidade dos picos de η -Zn e α -Al localizados entre 35° e 45° tendem a diminuir com o aumento do número de ciclos, enquanto aqueles localizados a partir de 50° apresentaram aumento de intensidade. Além disso, quando comparados aos picos obtidos para a amostra em estado bruto de fusão, verificou-se ainda um alargamento nos picos das condições deformadas, bem como um discreto deslocamento para a direita. Por outro lado, os picos referentes a fase Mg_2Zn_{11} quase não podem ser identificados ao final de 23 ciclos de MDF.

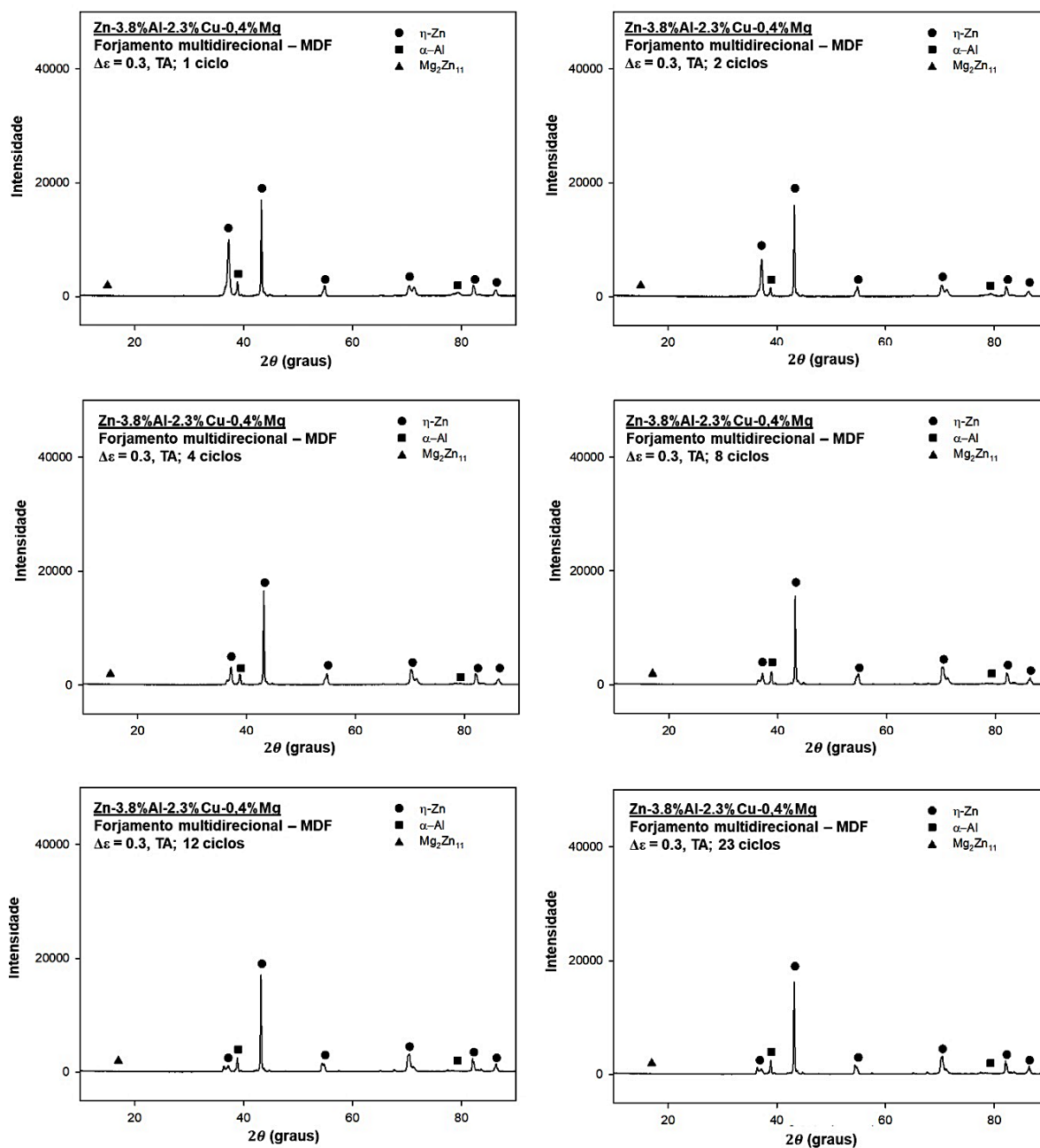


Figura 54. Difratograma da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por até 23 ciclos de MDF.

Fonte: Próprio autor.

Segundo Ungar (2001) e Young (1996), imperfeições microestruturais, tais como: dimensões e morfologias dos cristalitos, maclas, falhas de empilhamento, discordâncias e variações nas distâncias interatômicas podem interferir na magnitude e na largura dos picos de difração. Sob esse aspecto, as alterações nos picos de difração devido à microestrutura são compostas de contribuições dependentes e contribuições independentes da ordem de reflexão.

No que tange às contribuições dependentes, geralmente denominadas *strain broadening*, essas estariam relacionadas a variações na distância interplanar na direção considerada, que por sua vez, são decorrentes de microdeformações provocadas por gradientes composicionais ou pela presença de discordâncias. Por outro lado, as contribuições independentes seriam aquelas atribuídas a variações no tamanho do cristalito, da distância entre as discordâncias ou da densidade de discordâncias na direção paralela a do vetor de espalhamento, e também são conhecidas como *size broadening* (YOUNG, 1996). Young (1996) representou esquematicamente interferências comuns de *strain broadening* em picos de difração, conforme pode ser verificado na Figura 55.

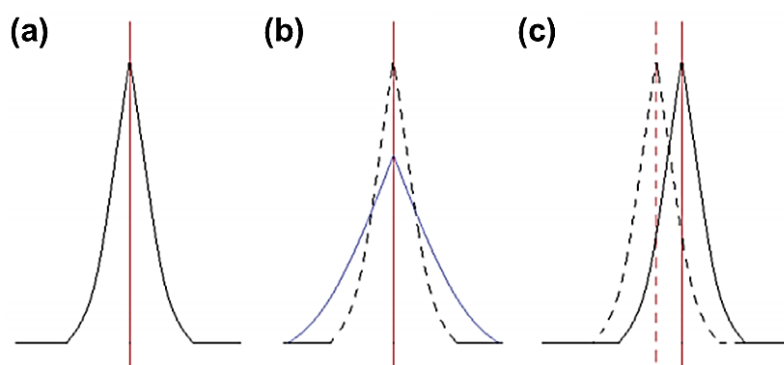


Figura 55. Esquema dos tipos de *strain broadening* em pico de difração (a) antes de sofrer alteração; (b) causado por defeitos unidimensionais e (c) causado por defeitos planares, tais como maclas.

Fonte: YOUNG, 1996.

6 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

6.1 Evolução da curva de fluxo $\sigma\chi\varepsilon$ e dureza

Ao analisar a curva de fluxo $\sigma\chi\varepsilon$ concomitante aos resultados de dureza e as observações microestruturais, é conveniente dividir o processo de deformação da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg após 23 ciclos de MDF em quatro estágios consecutivos: (i) encruamento; (ii) amaciamento primário; (iii) patamar de tensão constante; (iv) amaciamento final.

O estágio de encruamento compete basicamente ao primeiro ciclo de MDF e é caracterizado pela rápida elevação da tensão de fluxo com o aumento da deformação. Simultaneamente é observado um acréscimo proeminente nos valores de dureza, que exibem uma distribuição heterogênea e valores mais baixos no centro da amostra para $\varepsilon \approx 0,9$. Conforme pode ser observado nas Figuras 49a e 50a, as características microestruturais de centro e borda para a condição de 1MDF são semelhantes, exceto pela maior quantidade de estruturas que se assemelham a bandas de cisalhamento e maclas na região central.

A ocorrência de deformação plástica não homogênea durante o processamento por MDF está relacionado à tensão de atrito que restringe o fluxo de deformação lateral em áreas próximas às superfícies de contato superior e inferior da amostra comprimida, caracterizando a chamada região de fluxo restringido (HOSFORD; CADDELL, 2007; PEREIRA *et al.*, 2015). Consequentemente, a amostra deforma mais facilmente em seu centro, e esta região é submetida a tensões mais altas e sua cinética de refinamento é favorecida (KISHCHIK *et al.*, 2018; MAGALHÃES *et al.*, 2019; ZHU, Q. F. *et al.*, 2014). Contudo, essa heterogeneidade é minimizada à medida que a deformação prossegue, tendo em vista que a compressão é realizada em regiões alternadas devido a rotação da amostra, diferentemente do que ocorre com materiais submetidos a compressões monotônicas até deformações comparáveis. Além disso, o uso de matriz confinada contribuiu para diminuir o nível de heterogeneidade, visto que esta configuração de processamento força os cantos da amostra a preencherem completamente o canal da matriz.

Estudos preliminares foram realizados na tentativa de processar a liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg a 350°C temperada em água (Figura 56). No entanto, falha prematura foi observada no metal ainda no estágio de encruamento. A liga tratada atingiu uma tensão de ~700 MPa e apresentou estrutura de grãos mais grosseira quando comparados aos da liga em estado bruto de fusão. Além disso, não exibiu nenhum precipitado de CuZn_4 ou $\text{Al}_5\text{Cu}_4\text{Zn}$.

Trincas intergranulares ocorreram na liga após duas compressões de MDF, as quais se propagaram ao longo da diagonal da amostra fazendo com que o material não suportasse as elevadas tensões de cisalhamento.

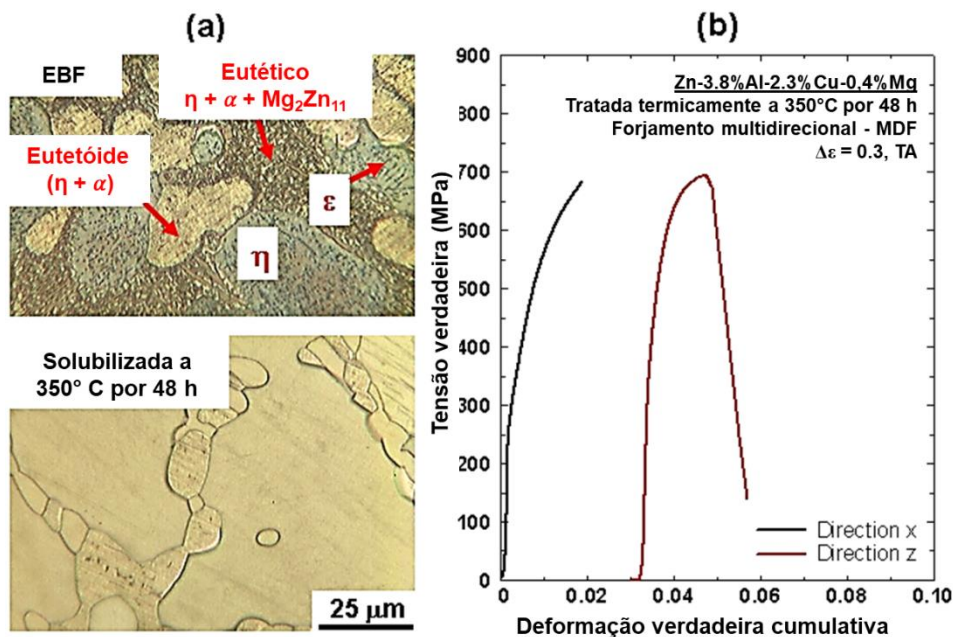


Figura 56. (a) Imagens de microscopia óptica da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg no estado bruto de fusão e tratada termicamente a 350°C e (b) curvas $\sigma_v \times \epsilon_v$ do metal tratado até o início do trincamento após duas compressões de MDF.

EBF: Estado bruto de fusão.

Fonte: Próprio autor.

Esses resultados revelam, portanto, que o tratamento térmico da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg dá origem a tensões de fluxo mais elevadas durante o processamento, o que provavelmente atingiu a tensão crítica para o início da formação das trincas por cisalhamento. Por esse motivo, na presente pesquisa o trincamento foi evitado pelo processamento do metal em estado bruto de fusão, que exibiu uma estrutura mais refinada.

Após atingir a tensão máxima, o material exibe um significativo amaciamento e este comportamento se estende até o oitavo ciclo. Durante o estágio de amaciamento primário, as propriedades e microestrutura da liga se tornam mais homogêneas e a deformação parece concentrar-se na região central da amostra. A ocorrência de deformação localizada em materiais que experimentam redução da tensão de fluxo e consequente amaciamento tem sido reportada em diversos tipos de processamento e decorre da necessidade de aplicação de valores de tensão reduzidos para continuar a deformar volumes já amaciados (FIGUEIREDO; AGUILAR; *et al.*, 2012; FIGUEIREDO; CETLIN; LANGDON, 2007; GIAROLA *et al.*, 2015).

No terceiro estágio, a deformação plástica ocorre quase que a tensão constante, o que geralmente está associado à prevalência de processos de recuperação dinâmica (FLAUSINO *et al.*, 2020; GOEL; SANGAL; TANGRI, 1985; TAKAYAMA *et al.*, 2008). Os mapas de dureza se tornam mais homogêneos, embora as microestruturas de borda e centro da amostra permaneçam diferentes. Finalmente, o quarto estágio é caracterizado por mais um declínio acentuado nas tensões de fluxo, que é acompanhado por um aumento de heterogeneidade do fluxo e, finalmente, leva ao início de trincas superficiais após 23 ciclos de MDF.

6.2 Propriedades mecânicas do material e dos componentes individualmente

Além das deformações localizadas inerentes às restrições geométricas e tensões de atrito no MDF, a existência de três componentes microestruturais distintos na liga Zn-Al hipoeutética aumenta acentuadamente a complexidade do fluxo plástico e gera heterogeneidades nas propriedades mecânicas locais no nível microestrutural. Estes efeitos são confirmados na Figura 47, que revelou que cada componente material exibe diferentes evoluções de dureza. Assumindo a hipótese de isodeformação, na qual a deformação em todas as fases/constituintes é assumida como sendo a deformação média acumulada para um determinado número de ciclos de MDF, a resistência global do material polifásico (σ_{total}) pode ser calculada usando a regra geral das misturas, conforme Equação 19 (GOEL; SANGAL; TANGRI, 1985; SEMIATIN; PIEHLER, 1979):

$$\sigma_{total} = \sum f_n \sigma_n \quad (19)$$

em que f_n e σ_n representam a fração de volume e a tensão de fluxo de cada componente, respectivamente. Neste estudo, os valores da fração de volume de cada fase/constituente foram mensurados a partir de imagens representativas obtidas por MEV onde foram obtidos $f_n \approx 62 \pm 5$, 23 ± 5 e $15 \pm 4\%$ para os componentes η -Zn, eutetóide e eutético, respectivamente. Os valores de σ_n foram obtidos dividindo os valores de dureza Vickers, mostrados na Figura 47, por 3, de acordo com a abordagem de Zhang; Li; Zhang (2011), e os valores σ_{total} obtidos a partir da curva de tensão de fluxo acumulada (Figura 58).

Na Figura 57 é possível observar que existe uma consistência geral entre a curva cumulativa $\sigma x \epsilon$ e a curva obtida a partir da lei das misturas. No entanto, a última abordagem parece superestimar a tensão de fluxo na liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg ficando mais

evidente após 4 e 23 ciclos de MDF. Isso, portanto, prejudica a suposição de isodeformação e sugere que os componentes mais macios da microestrutura provavelmente têm maior participação na deformação geral nas amostras de MDF para um determinado número de ciclos.

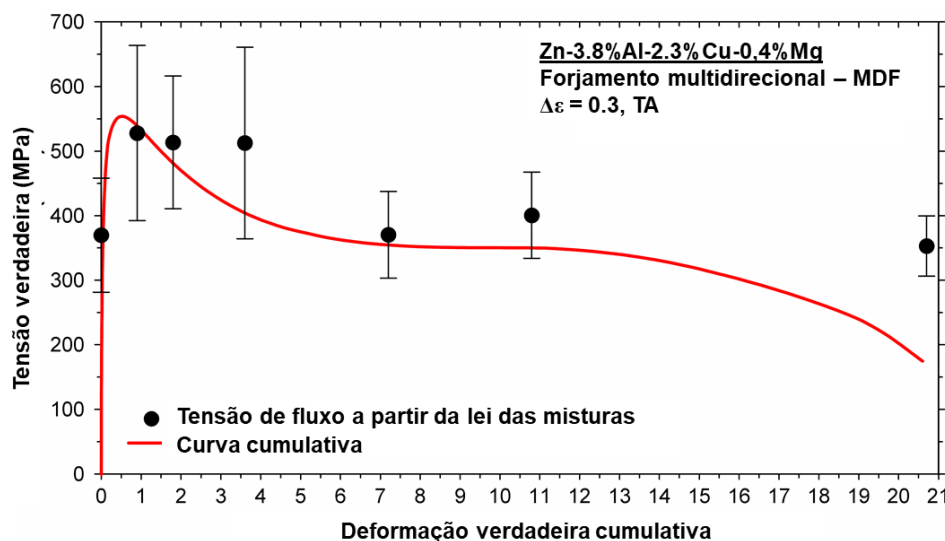


Figura 57. Comparação entre a tensão de fluxo estimada com base na regra das misturas usando os valores médios de dureza dos componentes isoladamente e a curva de fluxo cumulativa para a liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada em até 23 ciclos de MDF.

Fonte: Próprio autor.

Todavia, nota-se que embora o constituinte eutetóide resista a deformações severas e ao refinamento de grão após 8 ciclos, o componente continua a exibir elevados valores de dureza após 23 ciclos. Por outro lado, é importante observar que o constituinte eutético se confunde as áreas dos demais componentes nos estágios finais de deformação, conforme pode ser observado na Figura 52f. Conseqüentemente, esses resultados aparentemente contraditórios podem ser originados da dificuldade de realizar medições de dureza em áreas correspondendo apenas à região do componente eutetóide após 23 ciclos de MDF, o que pode ter levado a valores de dureza superestimados apresentados na Figura 47.

6.3 Microestrutura e mecanismos de deformação

O comportamento distinto da curva de fluxo da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por MDF está associado à fragmentação do grão em cada componente e às conseqüentes mudanças nos mecanismos operacionais de deformação. No estágio de encruamento, observa-se um desenvolvimento profuso de linhas paralelas no interior dos grãos da fase primária η -Zn. Apesar de não ser possível afirmar a partir da análise da microestrutura

se estas linhas correspondem a bandas de micro cisalhamento ou maclas, o surgimento dessas microestruturas provavelmente está associado ao limitado número de sistemas de deslizamento/maclação disponíveis fase η -Zn (WU, Z. *et al.*, 2016; WU, Z *et al.*, 2018).

A representação esquemática da evolução microestrutural é apresentada na Figura 58, em que é possível observar um primeiro estágio composto por grãos grosseiros e uniformes que gradativamente vão sendo tomados por possíveis microbandas de cisalhamento e/ou maclas, seguido de refino de grão concentrado na região central da amostra. O avanço da deformação conduz a uma distribuição mais homogênea dos grãos refinados, bem como a formação e interseção de micro bandas de cisalhamento também para os grãos mais grosseiros. Nota-se que em determinado instante ocorre não apenas maior homogeneização dos grãos, mas também uma redução na densidade de discordâncias. No entanto, o refino mais acentuado na região central sugere a contribuição desta característica microestrutural para o amaciamento final observado na curva de fluxo apresentada na Figura 39, momento a partir do qual trincas superficiais começam a surgir no material processado.

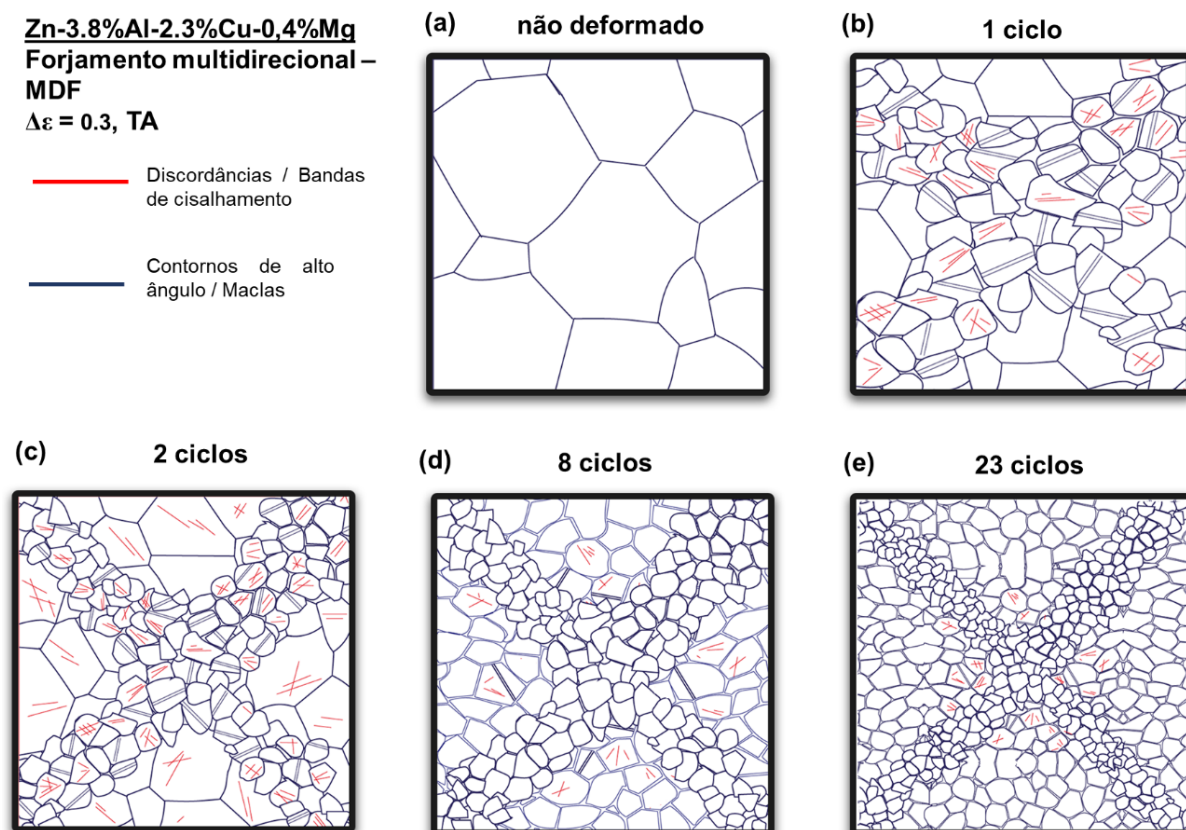


Figura 58. Representação esquemática da evolução microestrutural da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg submetida a 23 ciclos de MDF em que: (a) estado bruto de fusão; (b) 1 MDF; (c) 2 MDF; (d) 8 MDF e (e) após 23 MDF.

Fonte: Próprio autor.

Com o progresso da deformação, a tensão de fluxo inicialmente aumenta devido à formação de novas maclas/bandas de micro cisalhamento em sistemas com tensões de cisalhamento críticas mais elevadas. No entanto, a deformação cíclica provoca o cruzamento mútuo dessas estruturas levando à fragmentação do grão e uma redução na tensão de fluxo (SITDIKOV *et al.*, 2013).

Estudo recente de Flausino *et al.* (2019) destaca que o refino mais significativo de grão no MDF ocorre simultaneamente à redução da densidade de discordâncias, no entanto, esta redução estaria associada não somente à aniquilação de discordâncias, mas também ao rearranjo destas em subestruturas de contornos mais bem definidos e de maior desorientação. Portanto, o refino de grão induzido pela deformação no MDF ocorreria a partir de uma reação contínua, envolvendo a evolução de subestruturas de discordâncias de baixo ângulo de desorientação para grãos submicrométricos. Com a deformação crescente, esta evolução seria acompanhada pela recuperação dinâmica e influenciada pela formação das microbandas de cisalhamento, que no forjamento multidirecional se formam em várias direções influenciadas pelo caminho de deformação a cada passe.

Os resultados apresentados na Figura 40 revelaram um aumento significativo nos valores de m com o aumento da deformação, de modo que, após 23 ciclos de MDF, o material alcançou uma sensibilidade à taxa de deformação de $\sim 0,13$.

Demirtas *et al.* (2015b) submeteu à tração uma liga Zn-5%Al processada por ECAP que alcançou um alongamento superplástico $\sim 520\%$ após a deformação a temperatura ambiente usando uma taxa de deformação de $\sim 10^{-3}$. De acordo com o mesmo estudo, uma sensibilidade à taxa de deformação de $\sim 0,25$ foi medida para o metal processado por ECAP, enquanto a tensão de fluxo na liga não processada praticamente não foi afetada por mudanças na taxa de deformação. Tem sido constantemente observado que o aumento nos valores de m pode ser atribuído a maior contribuição do mecanismo de deformação por escorregamento de contornos de grão. Os diferentes relatos mostrando a obtenção de alongamentos superplásticos à temperatura ambiente em ligas Zn-Al de granulação fina reforçam a consideração de que o amaciamento observado nas tensões de fluxo e o aumento na sensibilidade à taxa de deformação, verificadas no presente estudo, também estariam associados à maior contribuição do escorregamento de contornos de grão na deformação geral após o refinamento do grão obtido por meio do processamento de MDF (DEMIRTAS *et al.*, 2015b, a, c).

Resultados de microtração apontaram que a liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg processada por diferentes ciclos de MDF e submetida a tração à temperatura ambiente não apresentou alongamento característico de superplasticidade. No entanto, a influência do refino

de grão e consequente ativação do mecanismo de escorregamento de contornos de grão influenciou no maior alongamento observado pela liga submetida a 8 e 23 MDF, quando comparada à condição processada por apenas um ciclo. A condição menos deformada apresentou irregulares, como possível consequência da microestrutura grosseira, da heterogeneidade da morfologia dos grãos e seu estado inicial encruado. Em contrapartida, alongamentos expressivos foram notados para as amostras de 8 e 23 MDF submetidas à tração a 200°C e taxas de deformação entre $1,0 \times 10^{-4}$ e $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, como possível contribuição do mecanismo de deformação por escorregamento de contornos de grão.

Ademais, menores valores de alongamento alcançados pelas condições de 8 MDF e 23 MDF a ϵ menores pode ter sido influenciado pela ocorrência de fenômenos termicamente ativados. Sabe-se que menores taxas de deformação favorecem os processos de restauração microestrutural, como a eliminação de defeitos por recuperação e uma redução da razão entre a taxa de nucleação e crescimento de novos grãos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Málek e Lukác (1986) observaram comportamento superplástico em liga Zn-1.1%Al previamente laminada e tracionada a 22°C e 100°C obtendo alongamento máximo (~700%) para a maior temperatura e taxa de deformação de 10^{-2} s^{-1} . No entanto, as curvas assumiram caráter estacionário, típico de deformação superplástica, apresentando desvios para algumas condições. Segundo os autores, vários fatores podem interferir no alcance de um estado estacionário, sendo eles: (i) a heterogeneidade de deformação; (ii) a diminuição da taxa de deformação real com o aumento da deformação durante o processo com velocidade constante do cabeçote e (iii) mudanças estruturais ocorridas durante a deformação.

Com o propósito de comparar a evolução da dureza e os limites de refinamento do grão em um processo de MDF, na Tabela 6 são apresentados valores de dureza Vickers e os tamanhos médios de grão para ligas Zn-Al de maneira a complementar as informações listadas na Tabela 2. Deve-se notar que uma variedade de ligas Zn-Al com diferentes composições químicas é apresentada, mas principalmente a liga eutetóide. Assim, os valores do tamanho de grão tabelados correspondem ao componente principal em cada liga, conforme especificado na Tabela 6.

Observa-se que o processamento em ECAP à temperatura ambiente até $\epsilon \approx 6$ conduziu ao desenvolvimento de grãos η -Zn equiaxiais com um tamanho médio dos grãos de $\sim 1,3\text{-}2 \mu\text{m}$ na liga Zn-0,3%Al (DEMIRTAS *et al.*, 2016, 2018). Adições de alumínio de até 5% promoveram refinamento adicional na fase η -Zn ($d \approx 0,54 \mu\text{m}$) após 8 passes de ECAP e a formação de grãos de α -Al com $d \approx 0,11 \mu\text{m}$ (DEMIRTAS *et al.*, 2015c). Esses resultados são

consistentes com as descobertas encontradas para a liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg, que experimentou refinamento ainda maior. Esse comportamento possivelmente está associado à presença de elementos químicos adicionais em solução sólida e à presença de partículas de segunda fase refinadas dispersas na matriz, que atuam reduzindo o tamanho de grão de equilíbrio após processamento SPD (EDALATI *et al.*, 2014).

Tabela 6. Dados reportados na literatura para deformação acumulada (ϵ), tamanho de grão (d) e dureza Vickers (HV) para ligas Zn-Al processadas por diferentes técnicas SPD.

<i>Material</i>	<i>Técnica SPD</i>	ϵ	d (μm)	<i>Dureza</i> (HV)	<i>Referência</i>
Zn-3,8Al-2,3Cu-0,4Mg	MDF: $\Delta\epsilon \approx 0,3$, 23 ciclos, TA	20,7	0,25 ^a	$\sim 94^b$	Presente estudo
Zn-0,3Al	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota A, 6 passes, TA	6	2 ^a	-	Demirtas <i>et al.</i> (2015a)
	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota A, 6 passes, TA	6	1,3 ^a	-	Demirtas <i>et al.</i> (2018)
Zn-5Al	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 8 passes, TA	8	0,54 ^a and 0,11 ^c	-	Demirtas <i>et al.</i> (2015c)
Zn-21Al-2Cu	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 6 passes, TA	6	$\sim 0,4^d$	~ 63	Hernández-Rivera <i>et al.</i> (2017)
	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 4 passes, TA	4	0,35 ^d	-	
	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 8 passes, TA	8	0,30 ^d	-	Tanaka; Watanabe; Higashi (2003)
Zn-22Al	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 8 passes, 100 °C	8	0,60 ^d	-	
	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 8 passes, TA	8	0,55 ^d	-	Xia <i>et al.</i> (2008)
	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 4 passes a 400°C + 4 passes a TA	8	0,20 ^d	-	Demirtas <i>et al.</i> (2018)
	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 4 passes, 200°C	4	0,80 ^d	-	Kumar; Xu; Langdon (2006)
Zn-22Al	ECAP: $\Phi = 90^\circ$, rota B _c , 8 passes, 200°C	8	0,80 ^d	-	Kawasaki; Langdon (2009)
	HPT: 1 rpm, 6 GPa, TA, 1 volta	~ 20	0,44 ^d	~ 30	
	HPT: 1 rpm, 6 GPa, TA, 2 voltas	~ 40	0,37 ^d	~ 26	Kawasaki; Ahn; Langdon (2010) ^e
	HPT: 1 rpm, 6 GPa, TA, 4 voltas	~ 80	0,35 ^d	~ 24	

^a Tamanho médio de grãos η -Zn.

^b Média de dureza no centro das amostras.

^c Tamanho médio de grãos α -Al.

^d Tamanho médio para o constituinte eutetóide.

^e Valores de dureza e deformação total tomados a um raio de ~ 4 mm.

Ainda de acordo com os dados apresentados na Tabela 6, verifica-se que as ligas de composição eutetóide alcançaram tamanhos de grão de $\sim 0,8$ e $\sim 0,2$ - $0,4 \mu\text{m}$ após ECAP a 200°C (KAWASAKI, MEGUMI; LANGDON, 2009; KUMAR; XU; LANGDON, 2006) ou a temperatura ambiente (HERNÁNDEZ-RIVERA *et al.*, 2017; KAWASAKI, M.; LANGDON, 2009; KUMAR, P; XU; LANGDON, 2006; TANAKA, T; WATANABE; HIGASHI, 2003). Após HPT, o componente eutetóide na liga Zn-22%Al evolui de grãos lamelares para equiaxiais ($d \approx 0,35 \mu\text{m}$) tendo uma dureza média de ~ 24 HV (KAWASAKI; AHN; LANGDON, 2010b).

Neste estudo, os domínios correspondentes ao constituinte eutetóide de morfologia equiaxial alcançaram tamanhos de grão semelhantes após 23 ciclos de MDF; no entanto, mais de 30% das áreas eutetóide continuaram exibindo lamelas estreitas. Conseqüentemente, o elevado valor de dureza Vickers registrado para o componente eutetóide após processamento por MDF (~90 HV) é provável que esteja atribuído à presença de menos contornos de grão de alto ângulo disponíveis para promover o escorregamento de contornos de grão (DEMIRTAS *et al.*, 2016).

Em relação as variações de refinamento de acordo com cada processo SPD, nota-se que o ECAP é mais eficiente que o MDF na promoção do refino de grão mesmo em condições comparáveis de deformação acumulada e amplitude de deformação. Comportamento justificável pelo fato de que mecanismos que aceleram a recuperação dinâmica retardam a formação de novos grãos devido a redução da densidade de discordâncias. Nesse sentido, processos que envolvem a deformação cíclica são menos eficientes em promover o refino, isso esclarece, portanto, o comportamento observado para o ECAP que pode ser considerado um processo de maior caráter monotônico quando comparado ao MDF, que é apontado como um processo de SPD em que a recuperação dinâmica é favorecida pelas múltiplas alterações na direção de compressão (FLAUSINO *et al.*, 2019).

Na Figura 60 é apresentada a variação do tamanho de grão em função da deformação em diferentes ligas Zn-Al processadas por SPD a temperatura ambiente. Nota-se que os dados são mutualmente consistentes e o tamanho de grão exibe uma tendência geral de diminuir com o aumento de ϵ até alcançar uma aparente saturação. Os pontos de referência correspondentes ao componente eutetóide sugerem que os tamanhos dos grãos atingem um limite inferior de ~0,3 μm , mas exibem fraca dependência em relação à deformação. Deve-se notar, no entanto, que os valores de d na Figura 60 referem-se somente aos grãos com morfologia equiaxial e as estruturas no constituinte eutetóide tinham tamanhos e formas diferentes. Os grãos η -Zn primários foram refinados até 0,3 μm após atingir $\epsilon \approx 7$ e a evolução do tamanho do grão mostra boa concordância com os valores alcançados na liga Zn-0,3%Al processada por ECAP. No presente estudo, a tensão de fluxo e o tamanho dos grãos η primários permaneceram constantes para $\sim 7 < \epsilon < 12$, enquanto o tamanho de grão caiu de ~0,8 para 0,6 μm em áreas eutéticas. Deformação adicional promoveu maior refinamento e uma redução acentuada na dureza para o componente eutético e isso é consistente com a recorrência de amaciamento devido ao escorregamento de contornos de grão durante o processamento por MDF (DEMIRTAS *et al.*, 2015c).

Foi mostrado de forma confiável, por meio da medição de conjuntos de deslizamento em uma liga eutetóide Zn-Al, que as interfaces Zn-Zn e Zn-Al exibem escorregamentos entre

seus contornos maiores em comparação a interfaces Al-Al durante a deformação em condições superplásticas (KAWASAKI; LANGDON, 2009). No presente estudo, há um considerável aumento nas frações de ambas as interfaces Zn-Zn e Zn-Al na liga Zn-Al-Cu-Mg processada por 23 ciclos de MDF e estas frações correspondem a ~65 e 30% das interfaces pertencentes ao componente eutético, respectivamente. Este comportamento decorre da intensa fragmentação dos grãos e a mistura de fases observada nos estágios finais de processamento e os resultados são consistentes a suavização da curva de fluxo e o aumento concomitante na sensibilidade da taxa de deformação da liga processada por MDF. Conseqüentemente, o aumento na fração de interfaces Zn-Zn e Zn-Al juntamente como refinamento de grão mais intenso nos domínios eutéticos podem ter contribuído para o início do amaciamento final devido a contribuição mais proeminente do escorregamento de contornos de grão na deformação plástica geral.

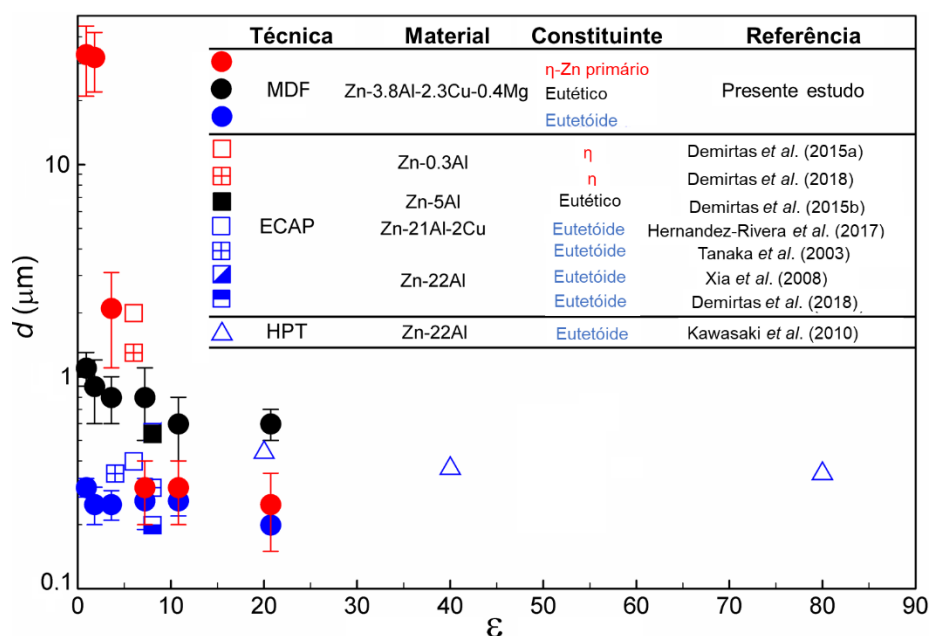


Figura 60. Tamanho de grão em função da deformação acumulada (ϵ) em ligas Zn-Al processada por MDF, ECAP e HPT.

Fonte: Próprio autor.

É, portanto, demonstrado nesta investigação que o processamento por MDF à temperatura ambiente pode ser usado com sucesso para promover refinamento de grãos até a faixa submicrométrica em uma liga Zn-Al hipoeutética. Além disso, as diferentes cinéticas de refinamento em cada componente e a grande variedade de tensões de fluxo alcançadas durante a deformação plástica permite adaptar a microestrutura para aplicações em que sejam requeridas elevada resistência mecânica ou ductilidade aprimorada.

7 CONCLUSÕES

A liga hipoeutética Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4%Mg foi processada com sucesso por 1, 2, 4, 8, 12 e 23 ciclos de MDF à temperatura ambiente usando uma amplitude de deformação de $\sim 0,3$. Quanto ao efeito do processamento por MDF na microestrutura da liga pode-se verificar que o MDF conduziu a liga a um refinamento gradual nas áreas correspondentes à fase primária η -Zn, constituintes eutético e eutetóide, que exibiram grãos equiaxiais com tamanhos médios de $\sim 0,25$, $0,40$ e $0,30$ μm , respectivamente, após deformação total (ϵ) de $\sim 20,7$. Nesse sentido, a deformação plástica severa imposta pelo método de forjamento multidirecional em matriz confinada apresentou-se como uma boa alternativa para a obtenção de uma microestrutura refinada em ligas Zn-Al a fim de melhorar suas propriedades mecânicas.

No que tange a influência do MDF no comportamento mecânico do material, foi observado que a liga apresentou significativo encruamento após o primeiro ciclo de MDF, mantido após o segundo ciclo, aumentando consideravelmente sua densidade de discordâncias e exibindo uma distribuição de dureza não homogênea com valores mais baixos no centro da amostra. O avanço da deformação conduziu a liga a um rápido amaciamento até o 8º ciclo, intensificando a deformação localizada no centro das amostras do material. As distribuições de dureza tornam-se mais homogêneas e a deformação ocorre sob tensão constante para $\sim 7 < \epsilon < 12$. Amaciamento e concentração de deformação voltam a ser evidentes para $\epsilon > 12$ e trincas superficiais surgiram após 23 ciclos. Alongamentos característicos de superplasticidade foram observados na liga processada por 8 e 23MDF tracionada a 200°C para taxas de deformação de $1,0 \times 10^{-4}$, $1,0 \times 10^{-3}$ e $1,0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ e o comportamento das curvas $\sigma \times \epsilon$ indicaram a possível ação de fenômenos termicamente ativados atuando na restauração dinâmica da estrutura e restringindo o alongamento para menores taxas de deformação.

Sobre a participação das diferentes fases/constituintes no desempenho da liga observou-se que todas as fases/constituintes da liga Zn-3,8%Al-2,3%Cu-0,4Mg passam por encruamento seguido de amaciamento durante o processamento de MDF; contudo, ocorre em taxas mais rápidas na fase primária η -Zn, seguido pelo eutetóide e o constituinte eutético, nessa ordem. Existe uma correspondência entre o comportamento da curva de tensão-deformação *in-situ* e a tensão de fluxo previsto pela regra das misturas. No entanto, a lei das misturas superestima a resistência do metal após 4 e 23 ciclos, sugerindo que os componentes mais macios sofrem deformações mais altas do que na hipótese de isodeformação.

No estágio de encruamento, há uma profusa formação de maclas/bandas de cisalhamento nos domínios η -Zn primário. O avanço da deformação promove refinamento de grãos pela interseção mútua dessas estruturas, que provocam a suavização do fluxo e um aumento na sensibilidade da taxa de deformação provocado pela ativação do mecanismo de deformação por escorregamento de contornos de grão. Portanto, o processo de deformação plástica severa por forjamento multidirecional mostrou-se promissor para promover refinamento de grãos em ligas Zn-Al.

7.1 Sugestões para trabalhos futuros

Tendo em vista os resultados promissores encontrados no presente estudo, sugere-se para a condução de trabalhos futuros:

- Realização de processamentos considerando amostras de dimensões maiores, a fim de serem utilizadas no estudo de casos de uso de fabricação de peças utilizando o material desenvolvido, com o propósito de unir aspectos relacionados ao processamento de materiais e a sua manufatura de componentes mecânicos e/ou estruturais.
- Estudar a estabilidade térmica da liga processada por MDF.
- Realizar processamentos por forjamento multidirecional em ligas Zn-Al considerando diferentes amplitudes de deformação.
- Estudar o fenômeno de superplasticidade em ligas Zamac processadas por MDF.

REFERÊNCIAS

- ABOU EL-KHAIR, M. T.; DAOUD, A.; ISMAIL, A. Effect of different Al contents on the microstructure, tensile and wear properties of Zn-based alloy. *Materials Letters*, v. 58, p. 1754–1760, 2004.
- AHMED, M. M. Corrosion Behaviour of Zn-Al-Cu Alloy in HCl Solution and its Inhibition. *Portugaliae Electrochimica Acta*, v. 24, n. 1, p. 1–22, 2006.
- ALMEIDA, N. G. S. *Comportamento mecânico da liga Al 6351 submetida à extrusão angular em canais iguais e compressão multiaxial cíclica*. 2017. 90 f. Universidade Federal de Minas Gerais, 2017.
- ALMEIDA, N. G. S. *et al.* Mechanical behavior and microstructures of aluminum processed by low strain amplitude multi-directional confined forging. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 9, n. 3, p. 3190–3197, 2020.
- ANDRIEVSKI, R. A. Review stability of nanostructured materials. *Journal of Materials Science*, v. 38, n. 7, p. 1367–1375, 2003.
- ARMSTRONG, P. E.; HOCKETT, J. E.; SHERBY, O. D. Large strain multidirectional deformation of 1100 aluminum at 300 K. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 30, n. 1–2, p. 37–58, 1982.
- ASM INTERNATIONAL. Metallography and microstructures of zinc and its alloys. *Metallography and Microstructures. ASM Handbook*. [S.l: s.n.], 2004. v. 9. p. 933–941.
- ASTM B 240-07. *Standard Specification for Zinc and Zinc-Aluminum (ZA) Alloys in Ingot Form for Foundry and Die Castings 1*. . [S.l: s.n.], 2007
- ASTM E112-13. *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. . [S.l: s.n.], 2014
- ASTM E9-8900. Standard test methods of compression testing of metallic materials at room temperature. *American Society for Testing and Materials*, 2000.
- BAGHERPOUR, E. *et al.* An overview on severe plastic deformation: research status, techniques classification, microstructure evolution, and applications. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, v. 100, n. 5–8, p. 1647–1694, 2018.
- BERGHAMMER, R. *et al.* Production of ultrafine grained AlMnFe samples by confined channel die pressing as compared to equal channel angular pressing. *Advanced Engineering Materials*, v. 13, n. 4, p. 232–236, 2011.
- BEYERLEIN, I. J.; ALEXANDER, D. J.; TOMÉ, C. N. Plastic anisotropy in aluminum and copper pre-strained by equal channel angular extrusion. *Journal of Materials Science*, v. 42, n. 5, p. 1733–1750, 2007.
- BRIDGMAN, P. W. Flow phenomena in heavily stressed metals. *Journal of Applied Physics*, v. 8, p. 328–336, 1937.

CHOI, I. C. *et al.* High-cycle fatigue behavior of Zn-22% Al alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 618, p. 37–40, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.08.084>>.

COOK, R. C. *Superplasticity in a dilute zinc aluminum alloy*. 1968. 70 f. University of British Columbia Library, 1968. Disponível em: <<https://ejournal.poltektegal.ac.id/index.php/siklus/article/view/298%0Ahttp://repositorio.una.n.edu.ni/2986/1/5624.pdf%0Ahttp://dx.doi.org/10.1016/j.jana.2015.10.005%0Ahttp://www.biomedcentral.com/1471-2458/12/58%0Ahttp://ovidsp.ovid.com/ovidweb.cgi?T=JS&P>>.

CRC ZINCO. *Certificado de resultado de análise química*. . Piracaia: [s.n.]. Disponível em: <www.crczinco.com.br>. , 2019

DA COSTA, E. M. *et al.* Study of the influence of copper and magnesium additions on the microstructure formation of Zn – Al hypoeutectic alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 488, p. 89–99, 2009.

DA SILVA, D. S.; DA COSTA, E. M. Ligas de zinco-alumínio hipoeutéticas: efeito do cobre e tratamento térmico na microestrutura. *Destaques Acadêmicos UNIVATES*, v. 9, p. 174–192, 2017.

DE FARIA, C. G. *et al.* Increasing the work hardening capacity of equal channel angular pressed (ECAPed) aluminum through multi-axial compression (MAC). *Materials Letters*, v. 174, p. 153–156, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2016.03.112>>.

DEMIRTAS, M. *et al.* Effect of different processes on lamellar-free ultrafine grain formation, room temperature superplasticity and fracture mode of Zn-22Al alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 663, p. 775–783, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.12.142>>.

DEMIRTAS, M. *et al.* Effect of equal-channel angular pressing on room temperature superplasticity of quasi-single phase Zn-0.3Al alloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 644, p. 17–24, 2015a. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.07.041>>.

DEMIRTAS, M. *et al.* Improvement of high strain rate and room temperature superplasticity in Zn-22Al alloy by two-step equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A*, v. 620, p. 233–240, 2015b. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.09.114>>.

DEMIRTAS, M.; PURCEK, G. Room temperature superplasticity in fine/ultrafine grained materials subjected to severe plastic deformation. *Materials Transactions*, v. 60, n. 7, p. 1159–1167, 2019.

DEMIRTAS, M. *et al.* Achieving room temperature superplasticity in Zn – 5Al alloy at high strain rates by equal-channel angular extrusion. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 623, p. 213–218, 2015c. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.10.111>>.

DEMIRTAS, M. *et al.* High temperature superplasticity and deformation behavior of naturally aged Zn-Al alloys with different phase compositions. *Materials Science & Engineering A*, v. 730, p. 73–83, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.104>>.

DIETER, G. E. *Metalurgia Mecânica*. 2^a ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981.

DORANTES-ROSALES, Hector J; LOPEZ-HIRATA, Victor M; ZHU, Yao Hua. Decomposition process in a Zn-22wt.% Al-2wt.% Cu alloy. *Materials Science and Engineering*, v. 271, n. A271, p. 366–370, 1999.

EDALATI, K. *et al.* Influence of dislocation-solute atom interactions and stacking fault energy on grain size of single-phase alloys after severe plastic deformation using high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 69, p. 68–77, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2014.01.036>>.

FARAJI, G.; KIM, H. S. Review of principles and methods of severe plastic deformation for producing ultrafine-grained tubes. *Materials Science and Technology (United Kingdom)*, v. 33, n. 8, p. 905–923, 2017.

FARAJI, G.; KIM, H. S.; KASHI, H. T. *Severe plastic deformation methods, processing and properties*. United Kingdom: Elsevier, 2018.

FELTNER, C. E.; LAIRD, C. Cyclic stress-strain response of F.C.C. metals and alloys-I Phenomenological experiments. *Acta Metallurgica*, v. 15, n. 10, p. 1621–1632, 1967.

FERRASSE, S. *et al.* Scale up and application of equal-channel angular extrusion for the electronics and aerospace industries. *Materials Science and Engineering A*, v. 493, n. 1–2, p. 130–140, 2008.

FIGUEIREDO, R. B.; AGUILAR, M. T. P.; *et al.* Analysis of plastic flow during high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*, v. 47, n. 22, p. 7807–7814, 2012.

FIGUEIREDO, R. B.; PEREIRA, P. H. R.; *et al.* Using finite element modeling to examine the temperature distribution in quasi-constrained high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 60, p. 3190–3198, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2012.02.027>>.

FIGUEIREDO, R. B.; CETLIN, P. R.; LANGDON, T. G. The processing of difficult-to-work alloys by ECAP with an emphasis on magnesium alloys. *Acta Materialia*, v. 55, n. 14, p. 4769–4779, 2007.

FIGUEIREDO, R. B.; LANGDON, T. G. Fabricating ultrafine-grained materials through the application of severe plastic deformation: A review of developments in Brazil. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 1, n. 1, p. 55–62, 2012. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S2238-7854\(12\)70010-8](http://dx.doi.org/10.1016/S2238-7854(12)70010-8)>.

FLAUSINO, P. C. A. *et al.* Influence of Strain Amplitude on the Microstructural Evolution and Flow Properties of Copper Processed by Multidirectional Forging. *Advanced Engineering Materials*, v. 1901510, p. 1–13, 2020.

FLAUSINO, P. C. A. *et al.* Microstructural evolution and mechanical behavior of copper processed by low strain amplitude multi-directional forging. *Materials Science and Engineering A*, v. 756, p. 474–483, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.075>>.

FURUKAWA, M.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Review Processing of metals by equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Science*, v. 36, p. 2835–2843, 2001.

FURUKAWA, M. *et al.* Microstructural characteristics and superplastic ductility in a Zn-22 % Al alloy with submicrometer grain size. *Materials Science & Engineering A*, v. 241, p. 122–128, 1998.

GIAROLA, A. M. *et al.* Strain heterogeneities in the rolling direction of steel sheets submitted to the skin pass: A finite element analysis. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 216, p. 234–247, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.09.015>>.

GOEL, N. C; SANGAL, S; TANGRI, K. A theoretical model for the flow behavior of commercial Dual-Phase steels containing metastable retained austenite: Part I. Derivation of flow curve equations. *Metallurgical Transactions A*, v. 16A, p. 2013–2021, 1985.

GOLOUJEH, R. M.; SOLTANPOUR, M. Simple shear forging as a method for severe plastic deformation. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*, v. 4, n. 2, p. 165–178, 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.ijlmm.2020.09.001>>.

GOODWIN, F. E. Zinc and Zinc. *Springer Handbook of Materials Data*. Switzerland: Springer Nature Switzerland, 2018. p. 427–438.

GUBICZA, J. *et al.* Microstructural stability of Cu processed by different routes of severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, n. 3, p. 1828–1832, 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.11.026>>.

HA, T. K *et al.* Superplastic deformation of a fine-grained Zn–0.3wt.%Al alloy at room temperature. *Materials Science & Engineering A*, p. 98–106, 2001. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.104>>.

HA, T. K. *et al.* Superplastic deformation behavior of a Zn-0.3wt%Al alloy fabricated by ECAP. *Transactions of Materials Processing*, v. 18, n. 6, p. 448–452, 2009.

HA, T. K. *et al.* Superplastic deformation of a fine-grained Zn – 0 . 3wt .% Al alloy at room temperature. *Materials Science & Engineering A*, v. 307, p. 98–106, 2001.

HALL, E. O. The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, v. 64, n. 9, p. 742–747, 1951.

HECZEL, A. *et al.* A comparative study on the microstructural evolution in AM60 alloy processed by ECAP and MDF. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 763, p. 629–637, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.06.002>>.

HERNÁNDEZ-RIVERA, J. L. *et al.* Evaluation of hardening and softening behaviors in Zn – 21Al – 2Cu alloy processed by equal channel angular pressing. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 6, n. 4, p. 329–333, 2017.

HOSFORD, W. F.; CADDELL, R. M. *Metal forming: Mechanics and Metallurgy*. 4th. ed. New York: Cambridge University Press, 2011. v. 148.

HUANG, H.; ZHANG, J. Microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy processed by multi-directional forging at different temperatures. *Materials Science and Engineering A*, v. 674, p. 52–58, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.052>>.

- HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Characterization of deformation processes in a Zn-22% Al alloy using atomic force microscopy. *Journal of Materials Science*, v. 37, n. 23, p. 4993–4998, 2002.
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. 2nd. ed. London: Elsevier, 2004.
- IWAHASHI, Y. *et al.* Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, v. 35, n. 2, p. 143–146, 1996.
- IWAHASHI, Y. *et al.* The process of grain refinement in equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, v. 46, n. 9, p. 3317–3331, 1998. Disponível em: <<http://www.embase.com/search/results?subaction=viewrecord&from=export&id=L46340484>>.
- JIANG, Guang-rui *et al.* Microstructure and Corrosion Resistance Property of a Zn-Al-Mg Alloy with Different Solidification Processes. *MATEC Web of Conferences*, v. 109, n. 01004, p. 1–5, 2017.
- KALLIEN, Lothar H; LEIS, Walter. Ageing of Zink Alloys. *International Foundry Research*, v. 64, n. 1, p. 2–23, 2011.
- KAMIKAWA, N.; SAKAI, T.; TSUJI, N. Effect of redundant shear strain on microstructure and texture evolution during accumulative roll-bonding in ultralow carbon IF steel. *Acta Materialia*, v. 55, n. 17, p. 5873–5888, 2007.
- KAPOOR, R. Severe Plastic Deformation of Materials. *Materials Under Extreme Conditions: Recent Trends and Future Prospects*. [S.l.]: Elsevier, 2017. p. 717–754. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-801300-7.00020-6>>.
- KAPOOR, R. *et al.* Softening of Al during multi-axial forging in a channel die. *Materials Science and Engineering A*, v. 560, p. 404–412, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.085>>.
- KAWASAKI, M.; AHN, B.; LANGDON, T. G. Microstructural evolution in a two-phase alloy processed by high-pressure torsion. *Acta Materialia*, v. 58, n. 3, p. 919–930, 2010a. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2009.10.007>>.
- KAWASAKI, M.; AHN, B.; LANGDON, T. G. Significance of strain reversals in a two-phase alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 527, n. 26, p. 7008–7016, 2010b. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.07.090>>.
- KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. Flow behavior of a superplastic Zn – 22 % Al alloy processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science & Engineering A*, v. 503, p. 48–51, 2009.
- KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. Grain Boundary Sliding in a Superplastic Zinc-Aluminum Alloy Processed Using Severe Plastic Deformation. *Materials Transactions*, v. 49, n. 1, p. 84–89, 2008.

KAWASAKI, M.; LANGDON, T. G. Developing superplasticity and a deformation mechanism map for the Zn – Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science & Engineering A*, v. 528, n. 19–20, p. 6140–6145, 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.04.053>>.

KISHCHIK, M. S. *et al.* Effect of multidirectional forging on the grain structure and mechanical properties of the Al-Mg-Mn alloy. *Materials*, v. 11, n. 2166, p. 1–17, 2018.

KOBAYASHI, C. *et al.* Ultrafine grain development in copper during multidirectional forging at 195 K. *Philosophical Magazine Letters*, v. 87, n. 10, p. 751–766, 2007.

KOSTOLNÝ, I.; ROMAN, K. Investigation of the influence of alloying elements in Zn-Al alloy on thermal and mechanical properties. 2016, Vienna: DAAAM International, 2016. p. 0699–0703.

KRUPÍŇSKA, B. *et al.* Cooling rate influence on microstructure of the Zn-Al cast alloy. *Archives of Materials Science and Engineering*, v. 43, n. 1, p. 13–20, 2010.

KUMAR, P; XU, C; LANGDON, T. G. Mechanical characteristics of a Zn – 22 % Al alloy processed to very high strains by ECAP. *Materials Science and Engineering A*, v. 429, p. 324–328, 2006.

KUMAR, S. S. S.; RAGHU, T. Bulk processing of fine grained OFHC copper by cyclic channel die compression. *International Journal of Materials Research*, v. 106, p. 1230–1239, 2015.

KUNDU, A. *et al.* Severe plastic deformation of copper using multiple compression in a channel die. *Scripta Materialia*, v. 58, n. 3, p. 235–238, 2008.

LANGDON, T. G. A unified approach to grain boundary sliding in creep and superplasticity. *Acta Metallurgica Et Materialia*, v. 42, n. 7, p. 2437–2443, 1994.

LANGDON, T. G. Creep at low stresses: An evaluation of diffusion creep and Harper-Dorn creep as viable creep mechanisms. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 33, n. 2, p. 249–259, 2002.

LANGDON, T. G. Identifying creep mechanisms in plastic flow. *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*, v. 96, n. 6, p. 522–531, 2005.

LANGDON, T. G. Processing by severe plastic deformation: Historical developments and current impact. *Materials Science Forum*, v. 667–669, p. 9–14, 2011.

LANGDON, T. G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*, v. 61, n. 19, p. 7035–7059, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.018>>.

LANGDON, T. G. Seventy-five years of superplasticity: Historic developments and new opportunities. *Journal of Materials Science*, v. 44, n. 22, p. 5998–6010, 2009.

LEE, S.; LANGDON, T. G. High Strain Rate Superplasticity in a Zn-22%Al Alloy after Equal-Channel Angular Pressing. *Materials Science Forum*, v. 357–359, p. 321–326, 2001.

LI, H. *et al.* Effect of zirconium on the microstructure and mechanical properties of Zn-4%Al hypoeutectic alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 592, p. 127–134, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.12.133>>.

LIANG, S. M. *et al.* Analysis of microstructure formation in cast Zn alloys derived from computational thermodynamics of the Zn–Al–Cu–Mg system. *Journal of Materials Science*, v. 54, p. 9887–9906, 2019.

LUTFI, M. *et al.* Characteristics of hybrid microwave sintering of Zn-Al-Cu-Mg alloy. *Materials Research Innovations*, v. 18, n. April, p. S6-78-S6-83, 2014.

MAGALHÃES, D. C. C *et al.* Numerical simulation of cryogenic cyclic closed-die forging of Cu: Hardness distribution, strain maps and microstructural stability. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 8, n. 1, p. 333–343, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.02.005>>.

MÁLEK, P. Superplaticity in a coarse-grained Zn-1.1% alloy. *Czechoslovak Journal of Physics*, v. 38, n. 4, p. 406–408, 1988.

MÁLEK, P; LUKÁČ, P. Superplasticity in a Zn-1.1wt%Al alloy. *Czechoslovak Journal of Physics*, v. 36, p. 498–508, 1986.

METAYER, J. *et al.* Microstructure and mechanical properties of Mg-Si alloys processed by cyclic closed-die forging. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, v. 24, n. 1, p. 66–75, 2014. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(14\)63029-6](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(14)63029-6)>.

MEYERS, M; CHAWLA, K. *Mechanical behavior of materials*. second ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2009.

MONTAZERI-POUR, M.; PARSA, M. H.; MIRZADEH, H. Multi-Axial Incremental Forging and Shearing as a New Severe Plastic Deformation Processing Technique. *Advanced Engineering Materials*, v. 17, n. 8, p. 1197–1207, 2015.

MOSTAED, E. *et al.* Zinc-based alloys for degradable vascular stent applications. *Acta Biomaterialia*, v. 71, p. 1–23, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2018.03.005>>.

MURPHY, S.; SAVASKAN, T. Comparative wear behaviour of Zn-Al-based alloys in an automotive engine application. *Wear*, v. 98, n. C, p. 151–161, 1984.

NAKASHIMA, K. *et al.* Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. *Materials Science and Engineering A*, v. 281, n. 1–2, p. 82–87, 2000.

NAZIRI, H. *Superplasticity in Zn-Based Alloys*. 1972. Cranfield Institute of Technology, 1972.

NEGRETE, J.; TORRES, A.; TORRES-VILLASEÑOR, G. Thermal treatments of as-extruded eutectoid Zn-21.2Al-1.9 wt%Cu alloy. *Journal of Materials Science Letters*, v. 14, n. 15, p. 1092–1094, 1995.

- NOVÁ, Iva; NOVÁKOVÁ, Iva; MACHUTA, Jiri. Precipitation hardening of zinc alloys castings. *Metal*, p. 18–21, 2010.
- OH-ISHI, Keiichiro *et al.* Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 29, n. 7, p. 2011–2013, 1998.
- PARTRIDGE, P. G. The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals. *Metallurgical reviews*, v. 12, p. 169–194, 2013.
- PEREIRA, P. H. R. *et al.* An examination of the elastic distortions of anvils in high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, v. 631, p. 201–208, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.052>>.
- PEREIRA, P. H. R. *Microstructural stability and flow properties of an Al-Mg-Sc alloy processed at different temperatures using severe plastic deformation*. 2018. 221 f. University of Southampton, 2018.
- PETCH, N. J. The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, v. 174, p. 25–28, 1953.
- POLA, A.; TOCCI, M.; GOODWIN, F. E. Review of microstructures and properties of zinc alloys. *Metals*, v. 10, n. 2, p. 1–16, 2020.
- PÜRCEK, G. Improvement of mechanical properties for Zn – Al alloys using equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 169, p. 242–248, 2005.
- RAGHAVAN, V. Al-Cu-Zn (Aluminum-Copper-Zinc). *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, v. 31, n. 1, p. 41–42, 2010.
- RICK, C. F. *Estudo da liga à base de Zn-Al-Cu-Mg aplicada na fabricação de jóias folhadas*. 2006. 118 f. 2006.
- RODRÍGUEZ-HERNÁNDEZ, M. G *et al.* Metallographic Preparation of Zn-21Al-2Cu Alloy for Analysis by Electron Backscatter Diffraction (EBSD). *Microscopy and Microanalysis*, v. 20, p. 1276–1283, 2014.
- ROSOCHOWSKI, Andrzej. *Severe Plastic Deformation Technology*. Scotland: Whittles Publishing, 2017. Disponível em: <<https://www.crcpress.com/Severe-Plastic-Deformation-Technology/Rosochowski/p/book/9781498784283>>.
- SACHS, V. G; SCHIEBOLD, E. Wechselseitige druckversuche an aluminium. *Zeitschrift des Vereines Deutscher Ingenieure*, v. 60, n. 51, p. 1601–1604, 1925.
- SAKAI, T.; MIURA, H.; YANG, X. Ultrafine grain formation in face centered cubic metals during severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 499, n. 1–2, p. 2–6, 2009.
- SAKAI, T. *et al.* Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, v. 60, n. 1, p. 130–207, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002>>.

SANGLÖBES, S. *et al.* Precipitation and decomposition phenomena in a Zn-Al-Cu-Mg alloy. *Materials Letters*, v. 175, p. 27–31, 2016.

SAVAŞKAN, T.; MURPHY, S. Decomposition of Zn–Al alloys on quench–aging. *Materials Science and Technology*, v. 6, n. 8, p. 695–704, 1990.

SAVAŞKAN, T.; PÜRÇEK, G; MURPHY, S. Sliding wear of cast zinc-based alloy bearings under static and dynamic loading conditions. *Wear*, v. 252, p. 693–703, 2002.

SAVAŞKAN, T.; TURHAL, M. Ş. Relationships between cooling rate, copper content and mechanical properties of monotectoid based Zn-Al-Cu alloys. *Materials Characterization*, v. 51, n. 4, p. 259–270, 2003.

SAVAŞKAN, T.; HEKİMOĞLU, A. P. Microstructure and mechanical properties of Zn-15Al-based ternary and quaternary alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 603, p. 52–57, 2014.

SEGAL, V. M. *Method and apparatus for equal channel angular extrusion of flat billets*. Depositante: Vladimir M. Segal. US 2005/0016243 A1, Depósito: Jun. 14, 2004, Concessão: Jan. 27, 2005.

SEGAL, V. M. *Methods of stress-strain analyses in metal forming*. 1974. Physical Technical Institute Academy of Sciences of Buelorussia, 1974.

SEGAL, V. M. *et al.* Plastic working of metals by simple shear. *Russian Metallurgy*, v. 1, p. 99–105, 1981.

SEGAL, V. M. Review: Modes and processes of severe plastic deformation (SPD). *Materials*, v. 11, n. 7, p. 1–29, 2018.

SEMIATIN, S. L.; PIEHLER, H. R. Deformation of sandwich sheet materials in uniaxial tension. *Metallurgical Transactions A*, v. 10, n. 1, p. 85–96, 1979.

SHAKHOVA, I. *et al.* Grain refinement in a Cu-Cr-Zr alloy during multidirectional forging. *Materials Science and Engineering A*, v. 606, p. 380–389, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.116>>.

SHARATH, P. C.; UDUPA, K. Rajendra; KUMAR, G. V. Preetham. Effect of Multi Directional Forging on the Microstructure and Mechanical Properties of Zn-24 wt% Al-2 wt% Cu Alloy. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, v. 70, n. 1, p. 89–96, 2017.

SHARMA, R. C; MARTIN, J.W. Metallography of Phase ϵ -phase Precipitation in Dilute Z i n c - C o p p e r Alloys. *Metallography*, v. 14, p. 99–106, 1981.

SITDIKOV, O. *et al.* Ultrafine-grain structure formation in an Al-Mg-Sc alloy during warm ECAP. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 44, n. 2, p. 1087–1100, 2013.

SKLENICKA, V. *et al.* Equal-channel angular pressing and creep in ultrafine-grained aluminium and its alloys. *Aluminium Alloys - New Trends in Fabrication and Applications*. [S.l: s.n.], 2013. p. 3–46.

- TAKAYAMA, A. *et al.* Continuous static recrystallization in ultrafine-grained copper processed by multi-directional forging. *Materials Science and Engineering A*, v. 478, n. 1–2, p. 221–228, 2008.
- TANAKA, T. *et al.* Study on practical application of a new seismic damper using a Zn-Al alloy with a nanocrystalline microstructure. *International Journal of Mechanical Sciences*, v. 45, p. 1599–1612, 2003.
- TANAKA, T.; HIGASHI, K. Superplasticity at room temperature in Zn-22Al alloy processed by equal-channel-angular extrusion. *Materials Transactions*, v. 45, n. 4, p. 1261–1265, 2004.
- TANAKA, T. *et al.* Capability of superplastic forming in the seismic device using Zn-22Al eutectoid alloy. *Scripta Materialia*, v. 49, n. 5, p. 361–366, 2003.
- TANAKA, T.; WATANABE, H.; HIGASHI, K. Microstructure in Zn–Al Alloys after Equal-Channel-Angular Extrusion. *Materials Transactions*, v. 44, n. 9, p. 1891–1894, 2003.
- TAO, J. Q. *et al.* Microstructural evolution and mechanical properties of ZK60 magnesium alloy prepared by multi-axial forging during partial remelting. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, v. 22, n. SUPPL.2, p. s428–s434, 2012. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(12\)61742-7](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(12)61742-7)>.
- TIAN, Y. Z. *et al.* Comparison of microstructures and mechanical properties of a Cu-Ag alloy processed using different severe plastic deformation modes. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, n. 13–14, p. 4331–4336, 2011.
- TOTH, L. S.; GU, C. Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation. *Materials Characterization*, v. 92, p. 1–14, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2014.02.003>>.
- UESUGI, T. *et al.* A Significance of Si impurities on exceptional room-temperature superplasticity in a high-purity Zn-22 % Al alloy. *Materials Science & Engineering A*, v. 645, p. 47–56, 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.07.087>>.
- UNGAR, T. Dislocation Densities, Arrangements and Character from X-ray Diffraction Experiments. *Materials Science and Engineering: A*, v. 310, n. A309-310, p. 14–22, 2001.
- VALIEV, R. Z. *et al.* Observations of high strain rate superplasticity in commercial aluminum alloys with ultrafine grain sizes. *Scripta Materialia*, v. 37, n. 12, p. 1945–1950, 1997.
- VALIEV, R. Z. *et al.* Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation: Ten years later. *JOM*, v. 58, n. 4, p. 33–39, 2006.
- VALIEV, R. Z. *et al.* Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation. *Acta Materialia*, v. 44, n. 12, p. 4705–4712, 1996.
- VALIEV, R. Z.; ALEXANDROV, I. V. *Nanostructured materials from severe plastic deformation*. [S.l.: s.n.], 2000. v. 45. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0965977399000616>>.
- VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, v. 51, n. 7, p. 881–981,

2006.

VILLEGAS-CARDENAS, J. D.; SAUCEDO-MUÑOZ, M. L.; LOPEZ-HIRATA, V. M. Effect of phase transformations on hardness in Zn – Al – Cu alloys. *Materials Research*, v. 17, n. 5, p. 1137–1144, 2014.

VORHAUER, A.; PIPPAN, R. The Influence of Type and Path of Deformation on the Microstructural Evolution During Severe Plastic Deformation. *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*, p. 684–690, 2004.

WANG, C. *et al.* In vitro evaluation of the feasibility of commercial Zn alloys as biodegradable metals. *Journal of Materials Science and Technology*, v. 32, n. 9, p. 909–918, 2016.

WANG, F. *et al.* Effect of Cu addition on microstructure and corrosion behavior of spray-deposited Zn–30Al alloy. *Materials Science and Engineering: A*, v. 532, p. 100–105, 2012. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.10.069>>.

WILLIAMSON, G. K.; SMALLMAN, R. E. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray Debye-Scherrer spectrum. *Philosophical Magazine*, v. 1, n. 1, p. 34–46, 1956.

WU, Z. *et al.* Mechanical behaviour of Zn – Al – Cu – Mg alloys : Deformation mechanisms of as-cast microstructures. *Materials Science & Engineering A*, v. 651, p. 675–687, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.020>>.

WU, Z. *et al.* Local mechanical properties and plasticity mechanisms in a Zn-Al eutectic alloy. *Materials and Design*, v. 157, p. 337–350, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.07.051>>.

XIA, S. H. *et al.* Improvement of room-temperature superplasticity in Zn – 22 wt .% Al alloy. *Materials Science & Engineering A*, v. 493, p. 111–115, 2008.

YAMAMOTO, S.; SAKAGUCHI, T.; UDA, T. Effect of thermomechanical treatment on work-softening of Zn-Al alloys. *J. Japan Inst. Metals*, v. 60, n. 3, p. 247–253, 1996.

YAMAMOTO, S.; UDA, T.; IMAHORI, J. Precipitation, recovery and recrystallization during working, and work-softening of Zn–Al alloys. *J. Japan Inst. Metals*, v. 60, n. 3, p. 254–260, 1996.

YAMASHITA, A. *et al.* Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A*, v. 287, p. 100–106, 2000.

YANG, C. F.; PAN, J. H.; CHUANG, M. C. Achieving high strain rate superplasticity via severe plastic deformation processing. *Journal of Materials Science*, v. 43, n. 18, p. 6260–6266, 2008.

YANG, C.; PAN, J.; LEE, T. Work-softening and anneal-hardening behaviors in fine-grained Zn – Al alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 468, p. 230–236, 2009.

YAO, C. *et al.* Effect of Mg content on microstructure and corrosion behavior of hot dipped

- Zn e Al e Mg coatings. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 670, p. 239–248, 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.02.026>>.
- YOO, M.H. Slip, Twinning, and Fracture in Hexagonal Close-Packed Metals. *Deutsche Medizinische Wochenschrift*, v. 12A, p. 409–418, 1981.
- YOUNG, R. A. *The Rietveld method*. 1. ed. New York: Oxford University Press, 1996.
- ZHANG, H *et al.* The influence of Mg / Cu on tensile properties of ZA27 alloy. In: *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, v. 605, 012015, 2019. <<http://doi.org/10.1088/1757-899X/605/1/012015>>
- ZHANG, P.; LI, S. X.; ZHANG, Z. F. General relationship between strength and hardness. *Materials Science and Engineering A*, v. 529, n. 1, p. 62–73, 2011.
- ZHANG, S. *et al.* Microstructure evolution and deformation behavior of ultrafine-grained Al-Zn-Mg alloys with fine η' precipitates. *Acta Materialia*, v. 58, n. 20, p. 6695–6705, 2010.
- ZHANG, W.; MA, X.; DING, D. Aging behavior and tensile response of a SiCw reinforced eutectoid zinc-aluminium-copper alloy matrix composite. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 727, p. 375–381, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.130>>.
- ZHANG, X. *et al.* Studies of deformation mechanisms in ultra-fine-grained and nanostructured Zn. *Acta Materialia*, v. 50, n. 19, p. 4823–4830, 2002.
- ZHILYAEV, A. P.; LANGDON, T. G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, v. 53, p. 893–979, 2008.
- ZHU, Q. F. *et al.* Structure uniformity and limits of grain refinement of high purity aluminum during multi-directional forging process at room temperature. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, v. 24, p. 1301–1306, 2014.
- ZHU, Y. H. Decomposition reactions in a quench-aged eutectoid Zn-Al Based alloy AlZn75Cu3Si2.pdf. *Chinese Journal of Metal Science & Thecnology*, v. 6, p. 125–131, 1990.
- ZHU, Y. H. General rule of phase decomposition in Zn-Al Based alloys (II) — On Effects of External Stresses on Phase Transformation —. *Materials Transactions*, v. 45, n. 11, p. 3083–3097, 2004.
- ZHU, Y. H.; LEE, W. B.; TO, S. Ageing characteristics of cast Zn-Al based alloy (ZnAl7Cu3). *Journal of Materials Science*, v. 38, n. 9, p. 1945–1952, 2003a.
- ZHU, Y. H.; LEE, W. B.; TO, S. Tensile deformation-induced phase transformation in cast Zn – Al-based alloy (ZnAl 7 Cu 3). v. 38, p. 1851–1858, 2003b.
- ZHU, Y. H.; MAN, H. C.; LEE, W. B. Exothermic reaction in eutectoid Zn – Al based alloys. *Materials Science and Engineering A*, v. 268, p. 147–153, 1999.
- ZHU, Y. T.; LOWE, T. C. Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process. *Materials Science and Engineering A*, v. 291, n. 1, p. 46–53, 2000.