

# RECUPERAÇÃO, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO NO COBRE ELETROLÍTICO COM DEFORMAÇÃO DE 30%<sup>1</sup>

Adriana Pereira Santos<sup>2</sup>  
Joina de Amadeu Ferreira<sup>2</sup>  
Raylla Gllian S. Lima Ribeiro<sup>2</sup>

## Resumo

Quando metais são plasticamente deformados, alguma fração da energia de deformação (~« 5%) é retida internamente; a parte remanescente é dissipada como calor. A porção maior desta energia armazenada está como energia de deformação associada com discordâncias. Durante a deformação, integridade mecânica e coerência são mantidas ao longo dos contornos de grão; isto é, os contornos de grão não se espedaçam ou não se abrem. Cada grão individual é constrangido, na forma em que ele pode assumir por seus grãos vizinhos. Contorno de grão age como uma barreira ao movimento da discordância, o endurecimento por deformação é um fenômeno pelo qual um metal dúctil se torna mais duro e mais resistente quando ele é plasticamente deformado. Alguma fração da energia expendida na deformação é armazenada no metal como energia de deformação que está associada com zonas trativas, compressivas e cisalhantes ao redor das discordâncias criadas. Outras propriedades como condutividade elétrica e resistência à corrosão, podem ser modificadas pela deformação plástica. Estas propriedades e estruturas podem ser revertidas aos estados anteriores ao trabalho a frio mediante apropriado tratamento térmico. Tal restauração resulta a partir de dois diferentes processos que ocorrem em elevadas temperaturas recuperação e recristalização, que pode ser seguida de crescimento de grão.

**Palavras-chave:** Recuperação; Recristalização; Crescimento de grão.

## RECOVERY, RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH IN COPPER ELECTROLYTE WITH DEFORMATION OF 30%

### Abstract

When metals are deformed plastically, some fraction of the energy of deformation (~"5%) is retained internally and the remaining part is dissipated as heat. The largest portion of this energy is stored as energy of deformation associated with disagreements. During deformation, mechanical integrity and consistency are maintained throughout the contours of grain, ie the shape of grain is not espedacion or not open. Each private grain is constrained as it may take him by his neighbors' grains. Outline of grain acts as a barrier to movement of the discrepancy, the hardening by deformation is a phenomenon by which a ductile metal becomes harder and more resistant when it is plastically deformed. Some fraction of the energy out in the metal deformation is stored as energy of deformation that is associated with administrative areas, and compressive cisalhantes around the differences created. Other properties such as electrical conductivity and corrosion resistance, can be modified by plastic deformation. These properties and structures may be reversed to the states prior to the cold work through appropriate heat treatment. This restoration follows from two different processes that occur in high recovery and recrystallization temperatures, which may be followed by growth of grain.

**Key words:** Recovery; Recrystallization; Grain growth.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Discentes do Curso de Engenharia de Materiais, UFPA

# 1 INTRODUÇÃO

O endurecimento por deformação é um fenômeno pelo qual um metal dúctil se torna mais duro e mais forte quando ele é plasticamente deformado, também denominado endurecimento por trabalho a frio, porque a temperatura na qual a deformação ocorre é "fria" em relação à temperatura absoluta de fusão do metal, muitos metais se endurecem por deformação à temperatura ambiente. Com isso são observados os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão.

Na recuperação parte da energia interna de deformação armazenada é aliviada em virtude do movimento das discordâncias (na ausência de uma tensão aplicada externamente), como um resultado da melhorada difusão atômica a elevada temperatura. Existe alguma redução no número de discordâncias e configurações de discordâncias, tendo baixas energias de deformação. Em adição, propriedades físicas tais como condutividades elétrica e térmica e outras parecidas são recuperadas de volta aos seus estados anteriores ao trabalho a frio. Na recristalização ocorre a formação de um novo conjunto de grãos equiaxiais e livres de deformação que têm baixas densidades de discordâncias e são característicos da condição anterior ao trabalho a frio. A força motriz para esta nova estrutura de grão é a diferença na energia interna entre material deformado e não deformado. Os novos grãos formam núcleos muito pequenos e crescem até que eles substituam completamente o material matriz, processos que envolvem difusão de curta distância.

Durante a recristalização, as propriedades mecânicas são restauradas aos seus valores anteriores ao trabalho a frio; isto é, o metal se torna mais macio, mais fraco e também mais dúctil. A recristalização é um processo cuja extensão depende tanto do tempo quanto da temperatura. O grau (ou fração) de recristalização aumenta com o tempo.

O aumento da porcentagem de trabalho a frio aumenta a taxa de recristalização, com isso abaixando a temperatura de recristalização. Existe algum grau crítico de trabalho a frio abaixo do qual a recristalização não terá condições de ocorrer, este está entre 2% e 20% de trabalho a frio. Com isso a recristalização se processa mais rapidamente em metais puros do que em ligas. Assim a formação de liga eleva a temperatura de recristalização. Para metais puros, a temperatura de recristalização é normalmente  $0,3T_m$ , onde  $T_m$  é a temperatura absoluta de fusão; para algumas ligas comerciais ela pode chegar a um valor tão alto quanto  $0,7T_m$ . Após a recristalização ser completada os grãos livres de deformação continuarão a crescer se a amostra de metal é deixada em temperatura elevada -um fenômeno denominado crescimento de grão.

À medida que grãos crescem em tamanho, a área total de contorno decresce, fornecendo uma acompanhante redução na energia total; esta é a força motriz para o crescimento de grão. O crescimento de grão ocorre pela migração de contornos de grão. Obviamente, nem todos os grãos pode crescer, mas alguns crescem a expensas de outros que se encolhem, assim o tamanho médio de grão aumenta com o tempo e num particular instante existirá uma faixa de tamanhos de grão.

A rugosidade da superfície do material aumenta com o crescimento do grão. Outra propriedade afetada pelo tamanho de grão é a resistência à fluência (deformação em elevadas temperaturas), que aumenta com o aumento do tamanho de grão. A resistência à fadiga e à corrosão sob tensão também são afetadas pelo tamanho de grão.

O tamanho de grão pode ser determinado por diferentes métodos de metalográfica quantitativa. Um deles é o método comparativo, pelo qual uma imagem micrográfica da amostra é comparada com um padrão estabelecido pela ASTM. Outro método utilizado com a mesma finalidade é o dos interceptos, no qual o tamanho de grão é definido a partir do número de interseções que os contornos dos grãos fazem com uma linha horizontal com comprimento definido na norma relativa a esse tipo de ensaio. Embora seja um método mais lento, costuma ser mais preciso do que o método comparativo. Além disso, atualmente, com o avanço dos sistemas de processamento digital de imagens, o uso de programas computacionais específicos permite ainda melhorar essa precisão simultaneamente com uma redução acentuada do tempo de determinação do tamanho de grão.

Os valores nominais dos tamanhos de grãos no cobre monofásico (alfa) usualmente variam entre 0,015 mm e 0,120 mm, porém em geral o tamanho de grão máximo de uma mesma amostra atinge cerca de duas vezes o tamanho de grão mínimo.

## 2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Amostras de cobre eletrolítico (ETP) foram seccionadas em serra alternativa em dimensões reduzidas a barras. Dessas barras, amostras menores foram serradas manualmente com refrigeração forçada tomando-se cuidado para não haver superaquecimento. Em seguida foram submetidas a uma deformação de a 30%. As Amostras nas dimensões médias de 15 x 6 x 3 mm foram submetidas a tratamentos térmicos de recozimento em forno de mufla nas temperaturas de 400°C, 500°C, 600°C, 700°C, com precisão de leitura de mais ou menos 10°C durante uma hora. Após este tempo de exposição, as amostras foram resfriadas em água. A preparação metalográfica seguiu o procedimento convencional, que consistiu em embutimento a frio, lixamento nas lixas 100, 220, 320, 400, 600 e 1.200 e polimento em alumina granulometria de 3 µm. Empregou-se microscopia ótica pelo emprego de um microscópio ótico.

Adicionou-se uma pequena quantidade de reativo contendo 4 ml de NaCl, 2 g de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, 8 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e 100 ml de água destilada no pires, aguardando um tempo para sua evaporação e, logo em seguida, atacou-se a superfície da amostra por 8 segundos. Lavou-se a superfície atacada em água corrente, aplicou-se álcool para cessar a reação e a amostra foi seca com o secador elétrico para retirar todo o resíduo de álcool e água.

A variação do tamanho dos grãos com o tempo e a temperatura foi medida utilizando-se o método de Hilliard, que consiste em sobrepor à superfície da amostra um segmento de reta de comprimento conhecido e contar o número de contornos de grão que atravessam esse segmento, em diferentes direções. Para obter o valor médio do tamanho dos grãos, utilizou-se a seguinte expressão:

$$L_{Médio} = \frac{L}{N.M}$$

onde N é o número de interseções, M o aumento obtido no microscópio e L o comprimento do segmento de reta. As medidas de tamanho de grão e a análise metalográfica das amostras foram efetuadas utilizando-se um microscópio ótico.

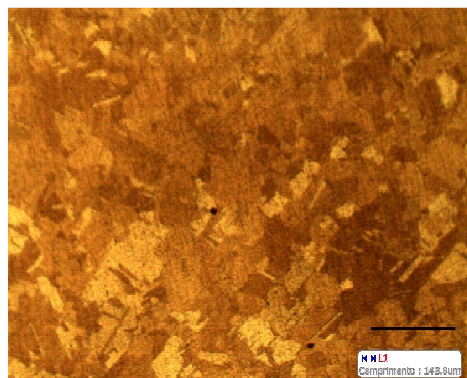
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Durante a deformação de um metal a distribuição de defeitos cristalinos em uma mesma amostra é heterogênea, pois enquanto uma micro-região (mais deformada) passa pelo processo de recristalização, outra micro-região vizinha (menos deformada) sofre recuperação. Isso é explicado, pois a velocidade de crescimento (função direta da densidade de discordâncias) diminui com o tempo de recozimento devido à diminuição do potencial termodinâmico para a recristalização em síntese quanto maior a temperatura menor o tamanho de grão.<sup>(4)</sup>

Conforme mostra a Figura 1, que é uma amostra de cobre eletrolítico, sua micrografia foi obtida por microscopia óptica, submetido à deformação de 30% a 400°C durante 1 hora, onde apresenta grãos menores, sendo um dos fatores a temperatura ao qual o material foi submetido, e a Figura 2 de uma, amostra de cobre eletrolítico, micrografia obtida por microscopia óptica para o cobre eletrolítico submetido à deformação de 30% a 500°C durante 1 hora, onde percebe – se que os grãos já encontram – se maiores.



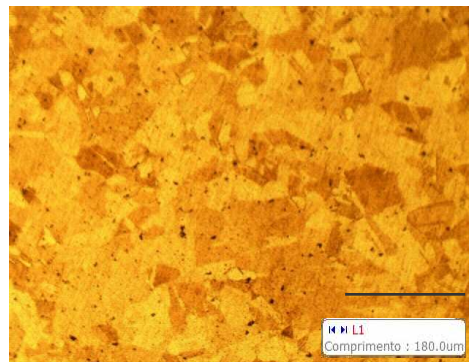
**Figura 1** – Aspecto micrográfico da amostra 01 de Cobre ETP com deformação de 30% Recozida por 1h a 400°C e temperada, mostrando o andamento do processo de recristalização. Ampliação: 100 vezes



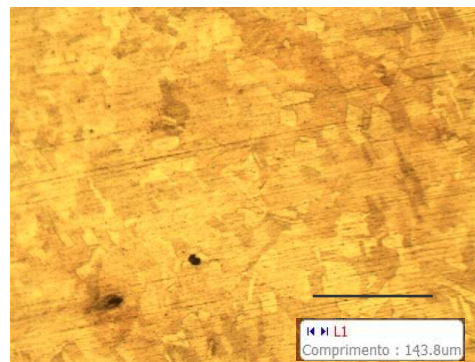
**Figura 2** – Aspecto micrográfico da amostra 02 de Cobre ETP com deformação de 30% Recozida por 1h a 500°C e temperada, mostrando o andamento do processo de recristalização. Ampliação: 100 vezes

A Figura 3 mostra a micrografia obtida por microscopia óptica para o cobre eletrolítico submetido à deformação de 30% a 600°C durante 1 hora, a 4 mostra a micrografia obtida por microscopia óptica para o cobre eletrolítico submetido à deformação de 30% a 700°C durante 1 hora. Nessas micrografias pode-se observar que com o aumento da temperatura a um aumento no tamanho médio dos grãos.

As fotomicrografias (Figuras 3 e 4) mostram os estágios da recristalização e crescimento de grão do cobre eletrolítico; (3) Estágio de recristalização após aquecimento durante 1 hora a 600°C; os grãos muito pequenos são aqueles que se recristalizaram em seguida à substituição parcial dos grãos trabalhados a frio por grãos recristalizados e a 700°C por 1 hora tem-se a recristalização completa.



**Figura 3** – Aspecto micrográfico da amostra 03 de Cobre ETP com deformação de 30% Recozida por 1h a 600°C e temperada, mostrando o andamento do processo de recristalização. Ampliação: 100



**Figura 4** – Aspecto micrográfico da amostra 04 de Cobre ETP com deformação de 30% Recozida por 1h a 700°C e temperada, mostrando a recristalização completa. Ampliação: 100 vezes

O tamanho de grão inicial medido foi de 0,059 μm. O gráfico abaixo representa a temperatura em função do tamanho médio de grão. Neste podemos distinguir distintamente que com o aumento da temperatura tem-se um aumento no tamanho e grão. Como já era esperado, o aumento na temperatura acelera o

crescimento dos grãos. Na curva da Figura 5, correspondente ao cobre ETP com deformação de 30%, observa-se que com o aumento da temperatura os grãos crescem rapidamente até certo ponto e depois o crescimento é mais lento devido ao tamanho dos grãos.

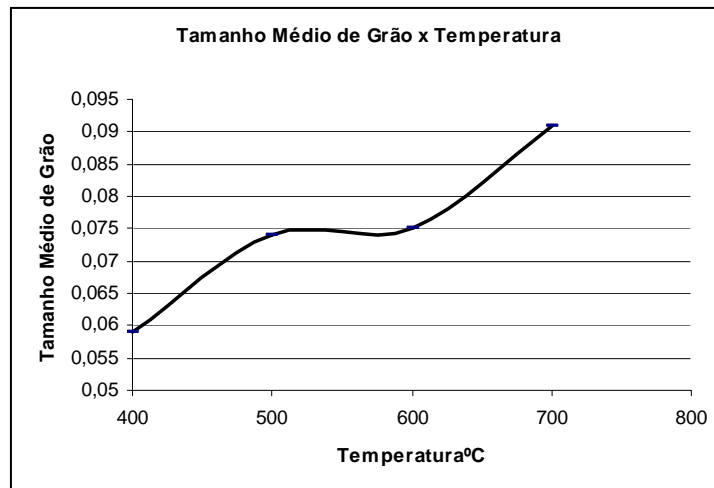


Figura 5 - Gráfico do tamanho médio de grão x Temperatura.

#### 4 CONCLUSÃO

Em geral os cobsres comercialmente puros sofrem recristalização completa em temperaturas relativamente baixas, porém a taxa de crescimento de grão com o aumento da temperatura de recozimento é baixa. Em temperaturas intermediárias é comum aparecerem grãos com diferentes tamanhos misturados. Isso torna o controle de tamanho de grão dos cobsres comercialmente puros bem mais complicado assim quanto maior o grau de deformação, mais alta será a temperatura na qual ocorrerá o crescimento rápido de grão.

#### REFERÊNCIAS

- 1 NOVIKOV, ILIA. Teoria dos tratamentos térmicos dos metais. Editora UFRJ, 1994.
- 2 REED-HILL, R. E. Physical Metallurgy Principles, p 230- 233, 1982
- 3 CALLISTER, W.D., Ciência e Engenharia de Materiais, uma introdução – LTC 2002
- 4 PADILHA, Ângelo Fernando; Siciliano Jr, Fúlvio. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2a. edição. São Paulo, 1996.
- 5 CHIAVERINI, VICENTE, Tratamento Térmico dos Metais, ABM, 4ª edição, São Paulo, 2001, páginas 294 a 296.
- 6 N. TAVARES, Lucas; Rhary G. V. de OLIVEIRA; GAMA J. L. L. Estudo da Cinética de Crescimento de Grão Em Metal. II CONNEP-2007
- 7 VOLTA Roberto Ângelo; Chojnowski, Edmundo A. Recristalização do cobre com 99,95% de pureza Laminado a frio e fatores que influenciam na energia de ativação do processo. XXVII Congresso anual da ABM, São Paulo, SP. Julho, 1972.