

# EFEITO DA RECRISTALIZAÇÃO EM CHAPAS DE ZINCO DEFORMADAS POR NECAE\*

Rafael de Andrade Silva<sup>1</sup>  
Priscila Rodrigues Verneck<sup>2</sup>  
Saulo Brinco Diniz<sup>3</sup>  
Andersan dos Santos Paula<sup>4</sup>  
Raúl Eduardo Bolmaro<sup>5</sup>

## Resumo

O presente trabalho teve como principal objetivo estudar a evolução da recristalização em chapa de zinco, e para tal objetivo, chapas finas de zinco laminadas a quente foram sobrepostas e processadas pela técnica de deformação plástica severa conhecida como NECAE (*Non Equal Channel Angular Extrusion*). Em seguida, as amostras foram submetidas a um tratamento térmico de recozimento para recristalização com diferentes temperaturas e tempos de encharque. Para tal objetivo, foram utilizadas análises de microscopia óptica e dureza Vickers. De acordo com os resultados obtidos, observou-se que após o processamento via NECAE houve uma pequena fração recristalizada, e esta aumentou de acordo com o aumento do tempo e da temperatura de tratamento térmico.

**Palavras-chave:** Recristalização; Zinco; NECAE; Recozimento.

## RECRYSTALLIZATION EFFECT IN ZINC SHEETS DEFORMED BY NECAE

### Abstract

This work aims to study the recrystallization evolution zinc alloy originated from a cold rolled sheet. The cold rolled sheet was submitted a severe deformation known as NECAE (*Non Equal Channel Angular Extrusion*) deformation. Then, the NECAE samples were heat treated by box an nearing for recrystallization. Finally, each sample was analysed as to their microstructural and hardness evolution, based on pre-set parameters. The results obtained were generally expected, where there was an increase in the fraction of recrystallized because of increased thermal treatment temperature.

**Keywords:** Recrystallization; Zinc; NECAE; Annealing.

<sup>1</sup> Engenheiro Metalurgista, Mestrando em Engenharia de Exploração e Petróleo, Universidade Estadual do Norte Fluminense / LENEP, Macaé, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheira Metalurgista, D.Sc., Técnica de Laboratório, EEIMVR/UFF, Volta Redonda, RJ, Brasil; e Doutoranda em Engenharia, IFIR-Conicet, Universidade Nacional de Rosário, Santa Fé, Argentina.

<sup>3</sup> Engenheiro Metalurgista, M.Sc., Doutorando em Ciência dos Materiais, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil; e Técnico de Educação - Soldagem, CTS-Solda, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>4</sup> Engenheira Metalurgista, D.Sc., Professora Adjunta, SE-4/IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil; e orientadora credenciada PPGEM/UFF, Volta Redonda, RJ, Brasil.

<sup>5</sup> Físico, D.Sc., Professor Titular, IFIR-Conicet, Universidade Nacional de Rosário, Rosário, Santa Fé, Argentina. Contato: saulo\_brinco@hotmail.com.

## 1 INTRODUÇÃO

O zinco é um dos elementos mais comumente encontrados na crosta terrestre, e dentre suas principais aplicações está a sua utilização como metal de sacrifício para evitar a corrosão do aço. O zinco também é empregado como elemento de liga para a formação de alguns materiais na forma de ligas metálicas, como os latões, constituídos de cobre e zinco. No entanto, dentro do contexto da metalurgia física dos metais, o zinco ainda carece de estudos mais profundos acerca do seu comportamento [1].

Existem vários processos utilizados para modificar as propriedades dos materiais, e um deles é a deformação a frio, que consiste em deformar o material a temperaturas inferiores que ocorre a recristalização, tornando-o mais encruado devido ao aumento da densidade de discordâncias. De acordo com este cenário, novas tecnologias vêm sendo desenvolvidas, e dentre elas as técnicas de deformação plástica severa têm ganhado interesse nos últimos anos. A técnica NECAE (*Non Equal Channel Angular Extrusion*), é relativamente nova comparada as demais técnicas, e esta ainda carece de estudos tanto no que diz respeito ao operacional quanto da caracterização de materiais processadas por ela. Tal técnica consiste em forçar um corpo de prova a passar por uma matriz com dois canais que se interceptam formando um ângulo  $\phi$ , porém o canal de saída tem dimensão menor do que o canal de entrada [2, 3], e desta forma provocando uma grande deformação por cisalhamento em conjunto com esforços de compressão em regiões próximas a intercessão dos canais.

Os metais que são frequentemente submetidos a elevadas tensões cisalhantes têm multiplicados os defeitos microestruturais que causam sua deformação e, em consequência disto, modificam as suas propriedades. Outra característica comum aos materiais processados sob altas taxas de deformação é o aparecimento de bandas de cisalhamento, que são facilmente observadas em regiões que sofreram esforço cisalhante concentrado [2].

Outro processo que visa a modificação das propriedades dos metais são os tratamentos térmicos, como é o caso do recozimento, que provocam a recristalização e crescimento dos grãos recristalizados, em um material previamente deformado com um mínimo de energia armazenada [4]. Durante a recristalização, grãos provenientes do trabalho a frio ou a morno (neste caso, do processo NECAE) com alta densidade de discordância são consumidos por novos grãos contendo densidade de discordância relativamente baixa [5].

Neste trabalho (desenvolvido no âmbito do Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação de Silva [6]), foi estudado o comportamento do zinco após ser submetido aos processos de laminação a quente e a técnica de deformação plástica severa NECAE, e posteriormente ao tratamento térmico de recozimento para recristalização. Para tal análise foram analisados os efeitos da recristalização utilizando-se de técnicas de microscopia óptica e dureza Vickers. Os resultados obtidos foram confrontados com o comportamento do material quando submetido a cada um dos processos de deformação distintos (laminação a quente prévia e NECAE) e sua posterior evolução quanto a recristalização.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Material

O material para este estudo foi uma liga de zinco, na forma de chapa com espessura

de 0,65 mm na condição inicial laminada a quente. A composição química (% em Peso) da liga em estudo é apresentada na Tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química da liga de Zn em estudo, % em peso [7].

C	Al	Mn	P	Si	Ti	S	Mo	Ni	Cr	N(ppm)
0,043	0,062	0,243	0,0074	0,025	0,018	-	-	-	-	39

## 2.2 Métodos

Foram extraídos 22 pedaços de chapas finas de zinco de uma folha laminada a quente por meio de uma máquina de eletroerosão, sendo uma delas separadas para caracterização nesta condição (denominada de como recebida laminada).

As chapas extraídas da folha laminada a quente foram retiradas na direção de 90° de DL (direção de laminação) com dimensões de aproximadamente 45 mm de comprimento (DL) e 14 mm de largura (DT – direção transversal), as quais foram superpostas e processadas através da matriz NECAE. A matriz utilizada para tal ensaio foi uma matriz bipartida com um canal de entrada de 14 x 14 mm, e um canal de saída de 12 x 14 mm, no qual fazem um ângulo  $\phi$  de 150° [3]. Para tal processamento foi aplicada uma carga de 5000 kg e foi realizado um único passe. Sendo assim separada uma das amostras do processamento via NECAE, denominada de como deformada por NECAE. Após o processamento, a espessura individual das chapas foi reduzida devido ao estreitamento do canal de saída (de 14 mm para 12 mm), mantida a dimensão vinculada a largura da chapa de 14 mm (prévio DT) e incremento na dimensão vinculada ao comprimento (prévio DL).

Das amostras processadas por NECAE, 12 foram destinadas a tratamentos térmicos de recozimento para recristalização nas temperaturas de 100, 150, 200 e 250°C com tempos de encharque de 10, 15 e 20 minutos, e posterior resfriamento ao ar. Os tratamentos térmicos até a temperatura de 200°C foram realizados numa estufa PKK e o tratamento térmico a 250°C em um forno Brasimet. Em ambos os casos tinha-se um termopar junto a região de posicionamento das amostras, a fim de garantir um melhor controle das temperaturas adotadas.

A fim de conduzir a preparação metalográfica, as amostras foram embutidas a frio, a fim de que tal embutimento não provocasse uma recuperação e/ou recristalização das mesmas. Para tal embutimento, foi utilizado uma resina acrílica (Arotec, RPI) juntamente com um polimerizante (Arotec, A-2). Em seguida as amostras foram lixadas manualmente usando-se lixas nas granas de 220 a 4000 Mesh. Sendo posteriormente polidas com abrasivos de pasta de diamante de 6  $\mu$ m e 1  $\mu$ m e posteriormente com alumina de 0,05  $\mu$ m. O reagente utilizado para revelar a microestrutura foi uma solução de trióxido de cromo – CrO<sub>3</sub> (50 g), sulfato de sódio – Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (3,25 g) e água destilada (50 ml). O ataque das amostras foi através de esfregamento com algodão por 5 segundos, sendo imediatamente lavada após o ataque em água destilada e álcool etílico, e depois secadas com auxílio de um secador com ar quente.

A análise microestrutural das amostras após o ataque foi conduzida com auxílio de um microscópio óptico (Metallovert – Leitz), o qual possuía uma câmera digital acoplada e conectada a um sistema de aquisição/tratamento de imagens (software Image Pro Plus).

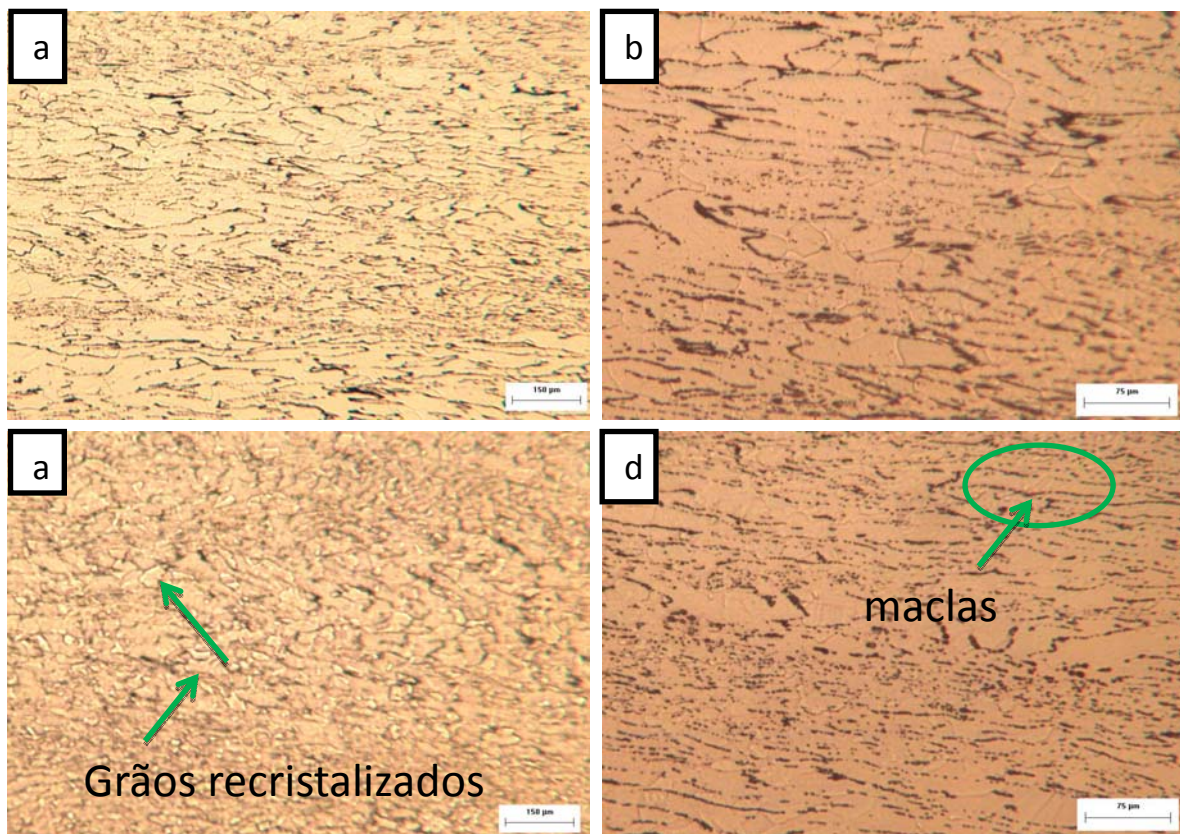
A partir das imagens obtidas após ataque químico, foi realizada a quantificação da fração recristalizada das amostras em estudo, exceto para aquela denominada como recebida laminada. Essa metodologia consistiu na sobreposição de uma grade (100



pontos) sobre a imagem observada pela lente ocular a micrografia e foi utilizada a relação que a fração coincidente ( $Pp$ ) é igual a fração volumétrica ( $Vv$ ). Sendo realizadas 10 medições em campos distintas de cada uma das amostras analisadas. A análise de dureza Vickers foi realizada com auxílio de um microdurômetro (Carl Zeiss – Jena), no qual foi utilizada uma carga de 15 g com uma permanência por 20 segundos. Foram realizadas 10 medidas de dureza em cada uma das amostras em estudo.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

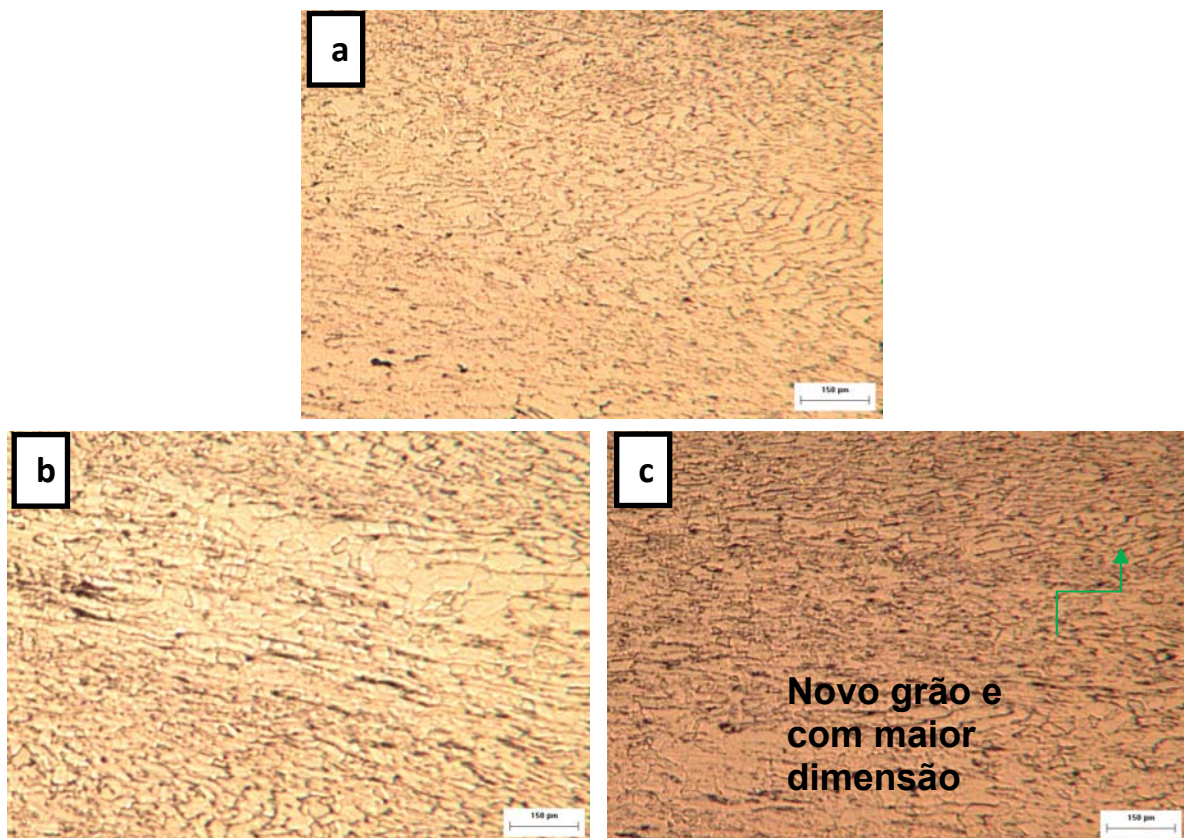
Nas Figuras 1 (a) e (b) são apresentados os aspectos microestruturais da condição inicial de processamento, ou seja, amostra apenas na condição de laminada a quente, onde se verifica grãos alongados e uma microestrutura não homogênea. A amostra recebida deformada por NECAE (Figuras 1 (c) e (d)) após o ataque para contraste da microestrutura, apresentou o aspecto microestrutural heterogêneo, com muitas bandas de deformações e maclas, com evidências de alguns grãos recristalizados. Na Figura 1 pode-se observar indícios de uma estrutura mais refinada após o processamento NECAE (Figura 1c,d) em comparação da amostra laminada a quente (Figura 1a,b).



**Figura 1.** Aspecto microestrutural das amostras (a-b) como recebida laminada a quente, e (c-d) posteriormente processada por NECAE. Aumento de (a,c) 200x, (b,d) 500x, amostra atacada.

Nas Figuras 2, 3, 4 e 5 são apresentadas as microestruturas das amostras processadas por NECAE e submetidas aos tratamentos térmicos de recozimento para recristalização nas temperaturas de 100, 150, 200 e 250°C, com os tempos de encharque de 10, 15 e 20 minutos.

Após tratamento térmico de recozimento a 100°C nos distintos tempos adotados (10, 15 e 20 minutos) foi possível observar a presença de alguns grãos novos e em algumas regiões com grãos um pouco maiores, que pode ser explicado pelo crescimento dos grãos já recristalizados da amostra obtida por NECAE, conforme apresentado na Figura 2. Na Figura 3 é possível visualizar a presença de grãos recristalizados em maior quantidade desde o tempo mínimo de 10 minutos de exposição no recozimento a 150°C, quando comparamos com as amostras tratadas a 100°C. Outra evidência é a heterogeneidade desse material quanto a sua microestrutura, apresentando regiões bem distintas. Foi possível notar uma quantidade significativa de grãos recristalizados na Figura 3c. Isso se deve ao fato de que a partir de 20 minutos, com temperatura de encharque a 150°C, esse crescimento é mais acelerado do que outros tempos inferiores. Conseqüentemente como em amostras anteriores (recozidas a 100°C – Figura 2), algumas regiões com grãos muito grandes, que provavelmente são grãos anteriormente recristalizados no ensaio de NECAE que começaram a crescer.

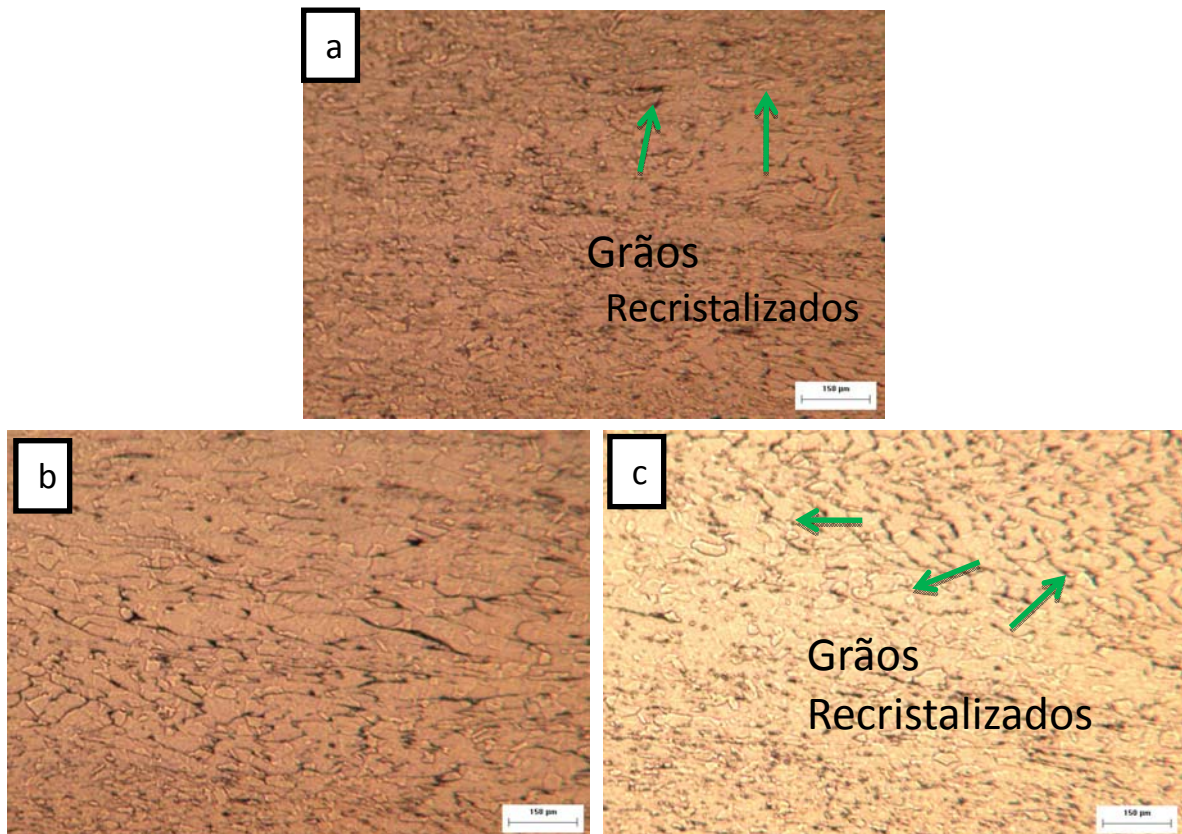


**Figura 2.** Micrografias das amostras da liga de Zn laminada, processada por NECAE e recozidas a 100°C por (a) 10 minutos; (b) 15 minutos e (c) 20 minutos. Aumento de 200x, amostra atacada.

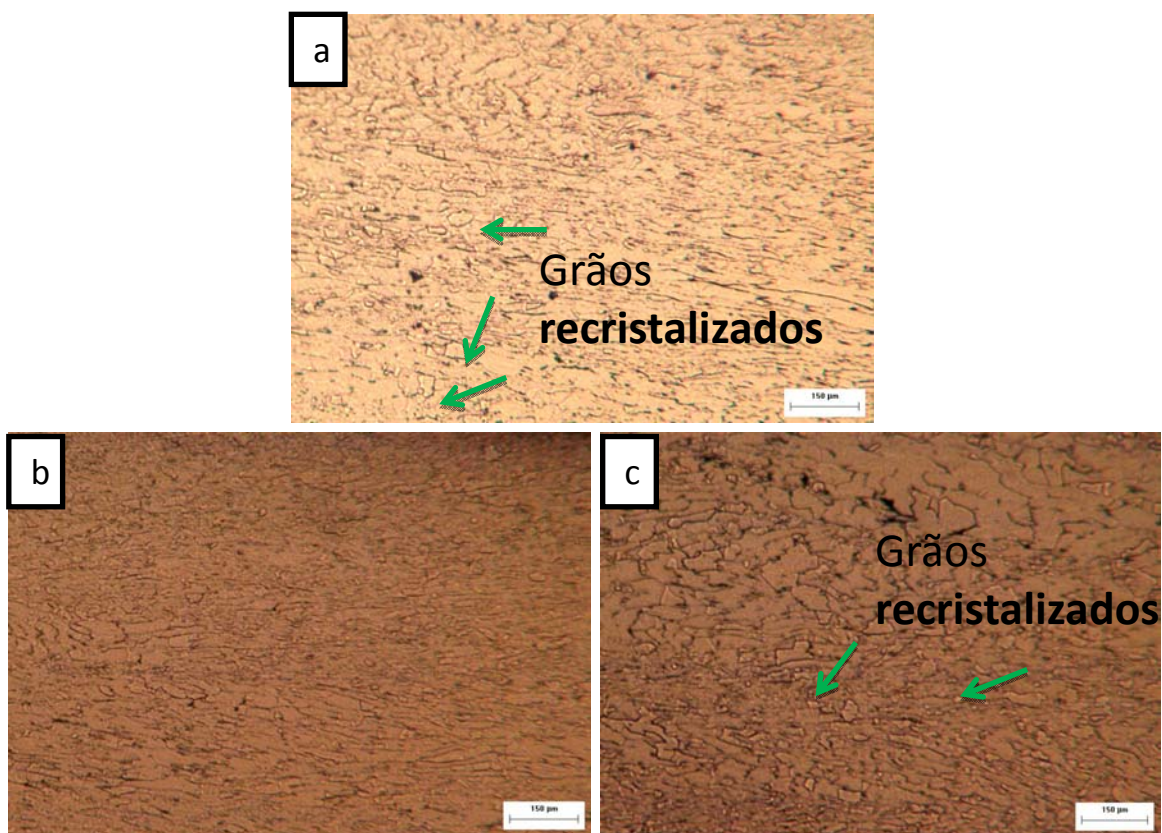
A partir do tratamento térmico de recozimento a 200°C (Figura 4), os grãos recristalizados já se tornam maiores em relação as outras temperaturas inferiores (100 e 200°C, Figuras 2 e 3, respectivamente).

Como mostrado na Figura 4a, recozida a 200°C por 10 minutos, verifica-se uma região bastante deformada, proveniente do processamento por NECAE. Enquanto na Figura 4c, recozida a 200°C por 20 minutos, foi possível a observação de grãos em uma maior quantidade e com tamanhos maiores em relação aos outros tempos (10 e 15 minutos) com a mesma temperatura de tratamento térmico (Figuras 4 (a) e (b)).





**Figura 3.** Micrografias das amostras da liga de Zn laminada, processada por NECAE e recozidas a 150°C por (a) 10 minutos; (b) 15 minutos e (c) 20 minutos. Aumento de 200x, amostra atacada.

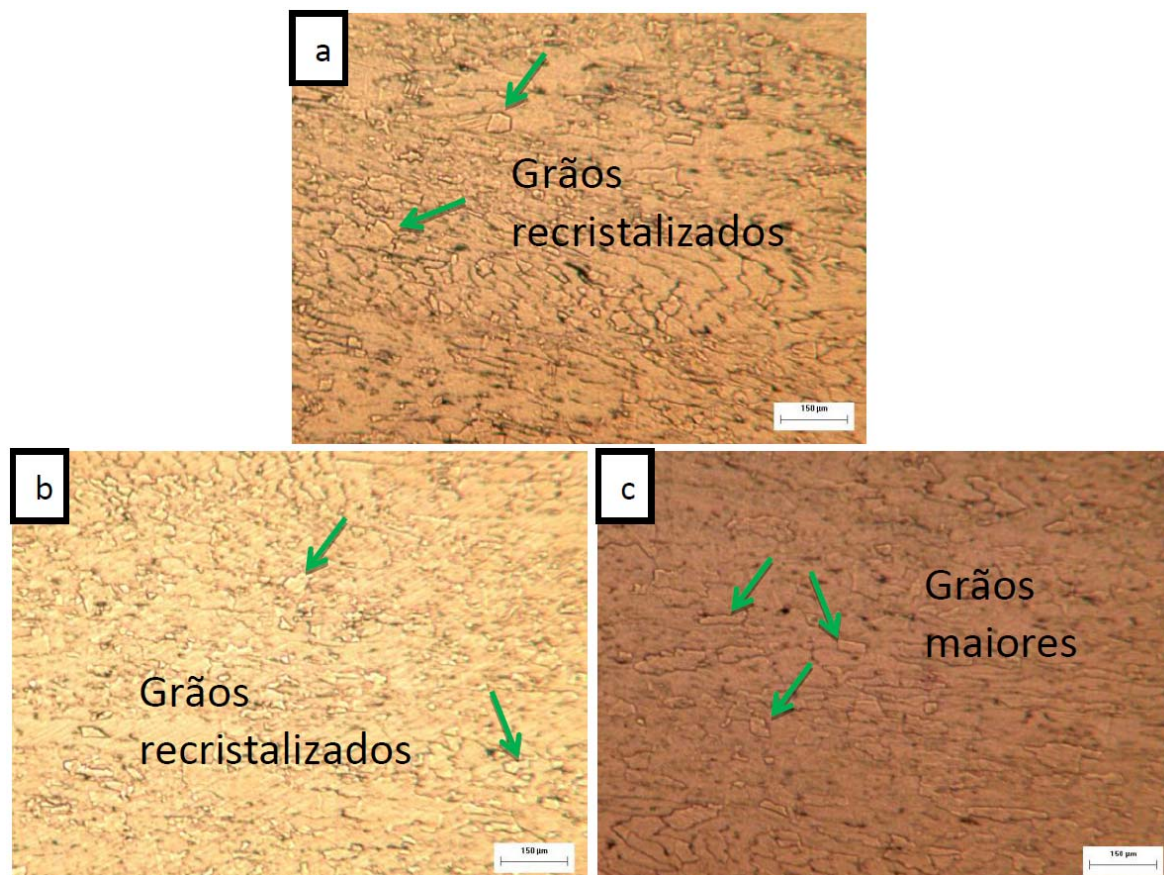


**Figura 4.** Micrografias das amostras da liga de Zn laminada, processada por NECAE e recozidas a 200°C por (a) 10 minutos; (b) 15 minutos e (c) 20 minutos. Aumento de 200x, amostra atacada.



Na Figura 5 é apresentado o resultado microestrutural do recozimento a 250°C por 10, 15 e 20 minutos, onde percebe-se uma significativa evolução na recristalização que retratam uma distribuição de tamanho de grãos heterogêneas e maiores grãos que os demais apresentados nas temperaturas inferiores estudadas (100, 150 e 200°C, Figuras 2, 3 e 4, respectivamente).

Na micrografia apresentada pela Figura 5c os grãos maiores são provenientes por consequência de uma maior temperatura (250°C) e por ter sido exposto ao forno por 20 minutos. Nessas condições já se torna possível haver o crescimento dos grãos.



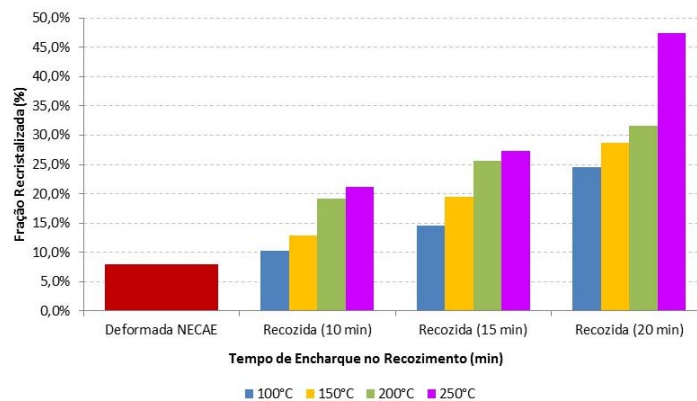
**Figura 5.** Micrografias das amostras da liga de Zn laminada, processada por NECAE e recozidas a 250°C por (a) 10 minutos; (b) 15 minutos e (c) 20 minutos. Aumento de 200x, amostra atacada.

Com base em estudos prévios realizados por Verneck [7] utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi constatado de que na condição recebida laminada a quente o material apresentava-se completamente recristalizado.

A soma de todos os fatores que envolvem a deformação do material, principalmente as que tem forte relação com o a ocorrência das discordâncias e defeitos de ponto, representa a energia total armazenada na deformação. Essa energia é a principal responsável pelas transformações que ocorrem no material, incluindo o estado recristalizado. Sendo o zinco um material de alta EDE (Energia e defeito de empilhamento) as discordâncias tem maior mobilidade o que faz com que ele tenha uma alta capacidade de deformação e conseqüentemente o surgimento das bandas de transição que podem facilitar a recristalização e o crescimento de grãos em materiais submetidas a deformação severa.

O Gráfico apresentado na Figura 6 faz um comparativo entre a amostra processada por NECAE, e posteriormente recozida a 100, 150, 200 e 250°C. Com os resultados obtidos, sumarizados no Gráfico da Figura 6, na determinação da fração

recristalizada das chapas de zinco recozidas nas respectivas temperaturas citadas anteriormente é possível observar o aumento gradual da fração de grãos recristalizados à medida que há variações de tempo e aumento de temperatura nos tratamentos térmicos realizados. É notório um grande aumento na fração recristalizada da amostra de 20 minutos a 250°C, que pode estar relacionada com o fato deste material apresentar uma microestrutura muito heterogênea na condição deformada por NECAE, podendo ter ocorrido uma significativa de recristalização em algumas regiões preferenciais.



**Figura 6.** Relação entre as temperaturas de 100, 150, 200 e 250°C em comparação com a condição prévia deformada por NECAE.

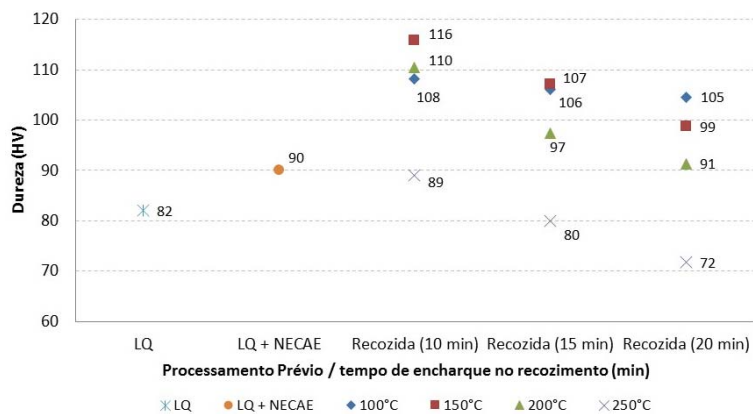
De acordo com a figura 6, pode-se observar que quanto maior a temperatura e quanto maior o tempo do tratamento térmico de recozimento obtém-se maiores frações recristalizadas, pois a cinética global de recristalização é acelerada com o aumento da temperatura de recozimento e o tempo de encharque [8]. Vale notar que em temperaturas maiores (250°C) essa fração recristalizada tem um acelerado crescimento e isso pode estar associado com o potencial para que a recristalização tem em se completar em um tempo menor e então o início do crescimento de grão posteriormente. Vale ressaltar que neste trabalho foi utilizado um microscópio óptico para observar a microestrutura, e de certo se fosse utilizado o MEV, seria possível observar a microestrutura com maiores aumentos e percebendo-se detalhes daqueles não observados na microscopia óptica.

Ao serem comparados os resultados para cada temperatura de tratamento (Figura 6), observa-se que para a amostra como recebida na condição deformada por NECAE, houve uma fração recristalizada em torno de 8%, e quando o mesmo material foi submetido a temperaturas de 100°C durante tempos distintos, essa fração incrementou bem pouco em relação a amostra recebida na condição deformada por NECAE. Os resultados também evidenciam que para as temperaturas de 150 e 200°C a fração recristalizada foi um pouco mais acentuada, e que apenas a 250°C observa-se uma acelerada recristalização, o que pode ser explicado pelo aumento da temperatura, tendo em vista que a recristalização é um fenômeno termicamente ativada e temperatura está associada a um exponencial.

No gráfico apresentado na Figura 7 é evidenciado a evolução da dureza em relação a tempo e temperatura de tratamento e ainda evidencia uma comparação com as condições prévias de processamento (somente laminada a quente, e laminada a quente seguida de deformação por NECAE). Comparando a amostra de Zinco processada via NECAE com a condição recebida laminada a quente, pode-se observar que a dureza apresentou um pequeno aumento, porém o valor da dureza poderia ter sido maior por um efeito combinado: incremento significativa da



densidade de discordâncias imposto pelo grau de deformação do processo de deformação plástica severa NECAE, e alguma recristalização inicial de grãos diminutos pelo calor gerado durante a deformação que promoveu um aquecimento significativo tendo vista a baixa temperatura de fusão da liga. Mesmo se tratando de outra liga, Diniz, 2014 [3], realizou o mesmo processamento NECAE e obteve um incremento de dureza numa liga de alumínio solubilizada de 43% em relação a dureza antes do processamento, descartando a possibilidade da ineficiência da técnica NECAE em refinamento / encruamento da estrutura devido ao alto ângulo entre os canais da matriz.



**Figura 7.** Evolução da dureza em função do tempo e temperatura de recozimento para recristalização em comparação com as condições prévias (laminada a quente (LQ), e laminada a quente posteriormente deformada por NECAE (LQ + NECAE)).

Foi possível notar (Figura 7) que após o recozimento do material as durezas aumentaram para as temperaturas de 100, 150 e 200°C e apenas 250°C decresceu. A hipótese para o crescimento inicial da dureza, após recozimento, é que à temperaturas mais baixas e tempos curtos inicialmente há uma recuperação mais acentuada dos grãos e início de estágios de grãos bem pequenos começando a recristalizar e sendo assim, a dureza medida nesses pequenos grãos e entre eles e a matriz tende a ser maior. Ou seja, como já era esperado a microestrutura formada pela recristalização de materiais severamente deformada apresenta grãos diminutos associadas a escala nanométrica (não perceptível por microscopia óptica), o que resulta em um incremento mais significativo no endurecimento do material do que o simples encruamento, podendo-se associar este comportamento as temperaturas de recozimento de 100, 150 e 200°C para o tempo de 10 minutos. Com o incremento do tempo de encharque no recozimento (15 e 20 minutos) já são significativos para incrementar o tamanho do grão e assim ocorrer uma inversão no comportamento, pelo decréscimo na dureza. No entanto a temperatura de 250°C (nos tempos de 10, 15 e 20 minutos) já suficiente alta para promover a formação de grãos numa faixa granulométrica onde sua contribuição no endurecimento da estrutura é inferior a daquela promovida pelo processamento NECAE. Se o material continuasse no forno por mais tempo, o fenômeno de crescimento de grão se acentuaria e com isso certamente o material sofreria o amolecimento esperado em função maior de um maior tamanho de grão.

#### 4 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos, conclui-se que:

- (i) a recristalização já se inicia na deformação por NECAE e com um avanço contínuo com incremento do tempo e da temperatura de recozimento, acelerando-se a partir de 200°C;
- (ii) comparando apenas as amostras recebidas (somente laminada a quente, a condição posteriormente deformada por NECAE), verificou-se um aumento na dureza na condição submetida a deformação plástica severa. Porém esse aumento não foi tão acentuado como se imaginava, possivelmente pelo fato de ter ocorrido uma recristalização inicial durante processamento via NECAE, associado ao ganho de temperatura vinculado ao atrito entre a amostra e a matriz e o processo de deformação na intercessão dos canais da matriz, o que impôs que durante o processamento o material se encontrava em uma faixa de temperatura próxima a 0,5  $T_f$  da liga – caracterizando assim um processo de deformação a quente;
- (iii) após o recozimento até temperatura de 200°C, a dureza apresentou-se com valores superiores, a condição deformada por NECAE, pela provável formação de grãos recristalizados manométricos em conjunto com uma estrutura recuperada. O decréscimo da dureza só ocorreu após um tempo mais longo de tratamento ou temperatura mais elevada (250°C), pela formação de grão com tamanho consideravelmente superiores do que nas condições anteriores citadas para o recozimento.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a Universidade Nacional de Rosario pelo processamento das amostras via NECAE, e ao EEIMVR/UFF pela infraestrutura laboratorial para realização dos tratamentos térmicos, preparação metalográfica e análises apresentadas. PRV agradece a CONICET, IFIR e Agencia Nacional de Promoção Científica e Tecnológica da Argentina (Projeto PICT 1128) pelo financiamento deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

- 1 ASM HANDBOOK, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. ASM International: volume 2, 1991.
- 2 Hasani A, Tóth LS, Beausir B. Principles Non Equal Channel Angular Pressing. Laboratoire de Physique et Mécanique des matériaux, Université Paul Verlaine de Metz, Metz, France. 2010.
- 3 Diniz, S. B. Avaliação das Características Microestruturais de Ligas de Alumínio Submetidas a Técnicas de Deformação Plástica Severa. Volta Redonda, 2014. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, Rio de Janeiro, Brasil, 2014.
- 4 Humphreys FJ, Hatherly M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. 2ª Edição. Manchester: Elsevier; 2004, 658p.
- 5 Hosford WF. Physical Metallurgy. Boca Raton: CRC Press; 2005.
- 6 Silva RA, Avaliação do Efeito da Recristalização em Chapas de Zinco Deformadas pelo Método NECAE, Trabalho de Conclusão de Curso, EEIMVR/UFF, Volta Redonda/RJ - Brasil, 2014.
- 7 Verneck PR, Bolmaro RE, Avalos M, Signorelli J. Evolução Microestrutural de Liga de Zinco Deformada pelo Método NECAE. 66º Congresso Anual da ABM, Rio de Janeiro/RJ - Brasil, 2012.
- 8 Padilha AF. Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura. 3ª Edição. São Paulo: ABM Livraria, 2005.