

EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGA DE ZINCO DEFORMADA PELO METODO NECAE¹

Priscila Rodrigues Verneck²
Raúl E. Bolmaro³
Martina Avalos³
Javier Signorelli³

Resumo

Nos últimos anos tem crescido o interesse pelos métodos de deformação severa (SPD). No seguinte trabalho foi selecionado o método Necaie (*Non-Equal Channel Angular Extrusion*) para o processamento de chapas de ligas de zinco. Vinte e uma chapas foram retiradas em cada uma das três direções, 0°, 45° e 90°, com respeito à direção de laminação, com 14 mm de largura, 45 mm de comprimento e 0,65 mm de espessura. As chapas foram superpostas no canal da matriz e deformadas com uma carga de 5.000 kg com apenas um passe de deformação. Para caracterização foram selecionadas as técnicas de microscopia óptica (MO), difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) mais EBSD. Nas direções de Necaie é possível observar as mudanças nas orientações e o acentuado refinamento dos grãos.

Palavras-chave: Zinco; Necaie; Microscopia eletrônica de varredura.

EVOLUTION OF THE MICROSTRUCTURE OF A ZINC ALLOY BY THE NECAIE METHOD

Abstract

In recent years, interest for methods of severe plastic deformation (SPD) has grown considerably. In the following we have selected the Necaie (*Non-Equal Channel Angular Pressing*) method for processing zinc alloy plates. Twenty one small pieces were drawn in each of three directions: 0°, 45° and 90° away from the original rolling one. The sheets, 14 mm wide, 45 mm long and 0.65 mm thick, were superposed on the channel matrix and pressed with a load of 5,000 kg with one pass of deformation. We have selected optical microscopy (OM), x-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM plus EBSD) techniques for characterization. In all directions of Necaie it is possible to observe the changes in orientations and sharp refinement of grains.

Key words: Zinc; Necaie; Scanning electron microscopy.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Aluno do curso de Pós-graduação em Engenharia, Faculdade de Ciências Exatas, Engenharia e Agrimensura, Universidade Nacional de Rosário, Província Santa Fé, Argentina.

³ Professor de Pós-graduação em Engenharia e Física, Faculdade de Ciências Exatas, Engenharia e Agrimensura, Universidade Nacional de Rosário, Província Santa Fé, Argentina.

1 INTRODUÇÃO

Um mecanismo importante para o aumento da resistência mecânica em materiais é o refinamento de grão.⁽¹⁾ Quando a resistência a deformação plástica é controlada por deslizamento de discordâncias, a redução do tamanho de grão leva ao endurecimento do metal de acordo com a relação de Hall-Petch.⁽²⁾

Os métodos ECAP, laminação assimétrica e outros, estão entre os mais utilizados atualmente.⁽³⁾ Outro método de deformação que não permite a repetição de passes, é o método Necae (*Non-Equal Channel Angular Extrusion*), o que tem a particularidade de impor uma deformação de corte coincidente com o eixo normal da amostra.

Este trabalho tem como objetivo o estudo do processamento de chapas de liga zinco previamente laminadas e deformadas pelo método Necae. As caracterizações das amostras foram por meio de MO (microscopia óptica), MEV (microscopia eletrônica de varredura), mais EBSD, e difração de raios-x.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

O material utilizado neste trabalho foi uma liga de zinco – sob a forma de chapa proveniente de laminação. Foram cortadas chapas nas direções de 0°, 45° e 90° do sentido de laminação com 14 mm de largura, 45 mm de comprimento e 0,65 mm de espessura. A matriz do Necae foi construída com ângulo externo de $\Psi = 81^\circ$ e ângulo interno de $\Phi = 150^\circ$.

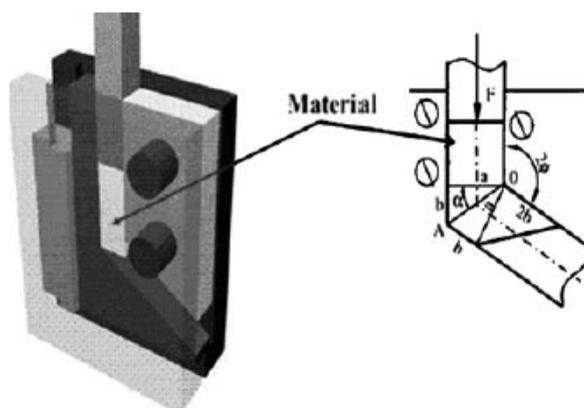


Figura 1. Esquema da matriz de Necae.⁽⁴⁾

2.2 Métodos

2.2.1 Deformação por Necae

As chapas foram superpostas no canal da matriz, previamente marcadas com círculos, para posterior medição da deformação e ângulo de corte, e sobre elas foi aplicada uma carga de 5.000 kg forçando um único passe.

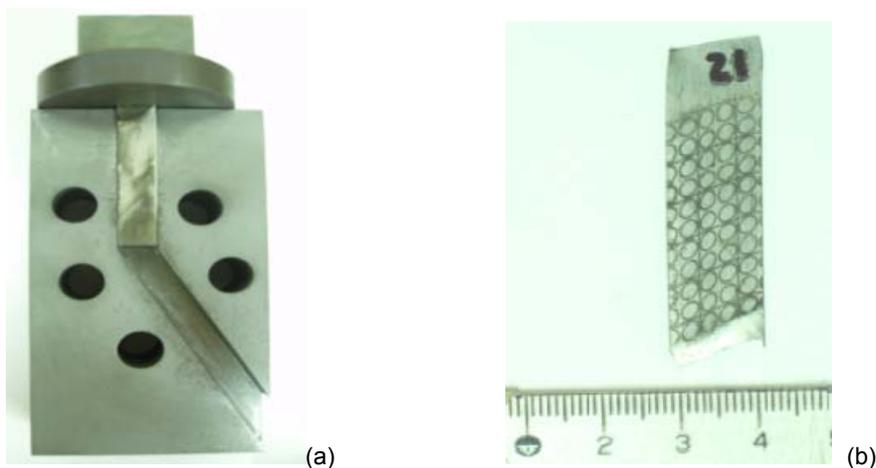


Figura 2. (a) Matriz para realização do ensaio de Neca; e (b) imagem de uma chapa deformada por Neca.

2.2.2 Metalografia

Para a caracterização das amostras, estas foram seccionadas da seguinte forma para análise (Figura 3).

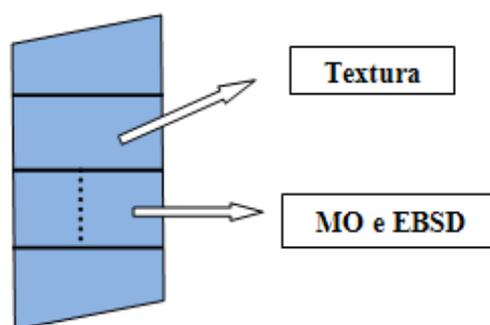


Figura 3. Esquema de corte para análise metalográfica.

As amostras selecionadas para textura no difratômetro foram lixadas até a grana 1.200 mesh, polidas com diamante 3 μm e 1 μm , alumina de 0,3 μm . Já as amostras para MO e EBSD respeitaram um rigoroso preparo para observação nos mesmos: As amostras foram embutidas em resina a frio, devido ao baixo ponto de fusão do zinco que diminui a temperatura de recristalização, lixadas até 1.200, polidas com diamante 3 μm , 1 μm , alumina 1 μm , 0,3 μm e sílica coloidal pura 0,05 μm .⁽⁵⁾ As amostras para microscopia óptica foram atacadas com solução de ácido nítrico e água.

3 RESULTADOS

Nas fotomicrografias obtidas por microscopia óptica (MO) é evidente uma microestrutura refinada com regiões bem deformadas e com uma possível recristalização dinâmica. Estes grãos acompanham a deformação de corte (Figuras 4b, 4c e 4d) que pode ser medida na grade marcada em uma das superfícies de cada chapa (Figura 2b). Também é possível medir os ângulos de inclinação das elipses na micrografia (Figura 4) e por EBSD (Figura 8). Observa-se também a presença de oxidação cerca dos contornos de grão, isto se deve á formação de TiO_2 , que está presente na composição química da referente liga de zinco.

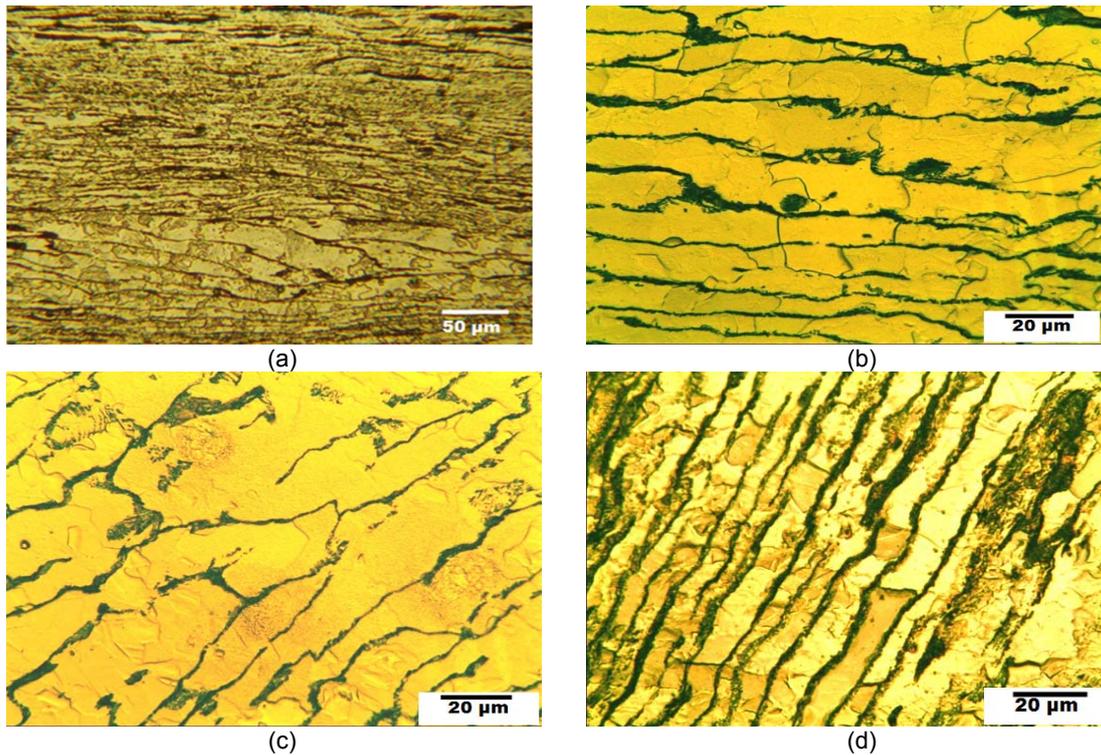


Figura 4. Microestrutura das amostras de zinco: (a) Laminado; (b) 0° de DL; (c) 45° de DL e (d) 90° de DL.

A diferença observada no comportamento entre as deformações de von Mises macro e microscópica, pode estar associada com a orientação preferencial dos cristais. Observamos na direção de 0° de DL que os ângulos que formam as elipses são menores que para 45° e 90° de DL. Estes dados concordam com que as deformações de Von Mises são maiores no primeiro caso que em os dois últimos (Figura 5).

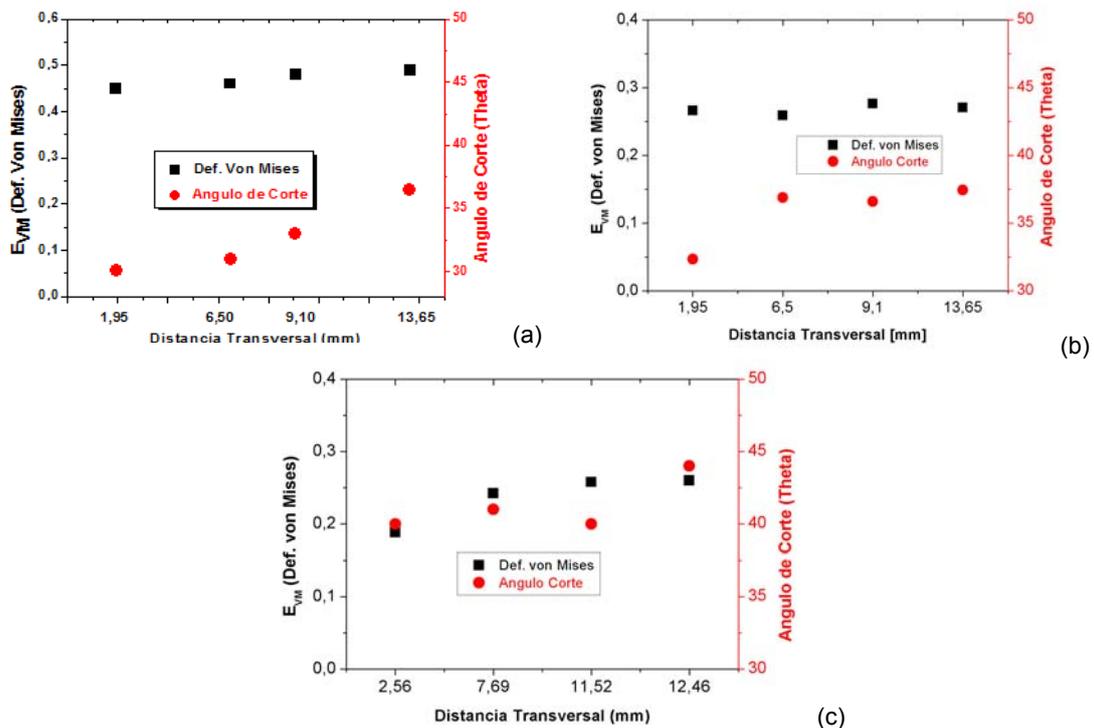


Figura 5. Resultados de deformação horizontal das amostras (a) 0°; (b) 45° e (c) 90° de DL.

Mediante observações realizadas nas ODF's, é possível avaliar a perda de simetria e a redução das intensidades nas figuras de polo. Em comparação com a Figura 6a que corresponde a amostra somente laminada (Figuras 6b, 6c e 6d), ocorre uma mudança de direção, como uma rotação da textura, por o que é visível que ocorreu o desenvolvimento duma textura de corte.

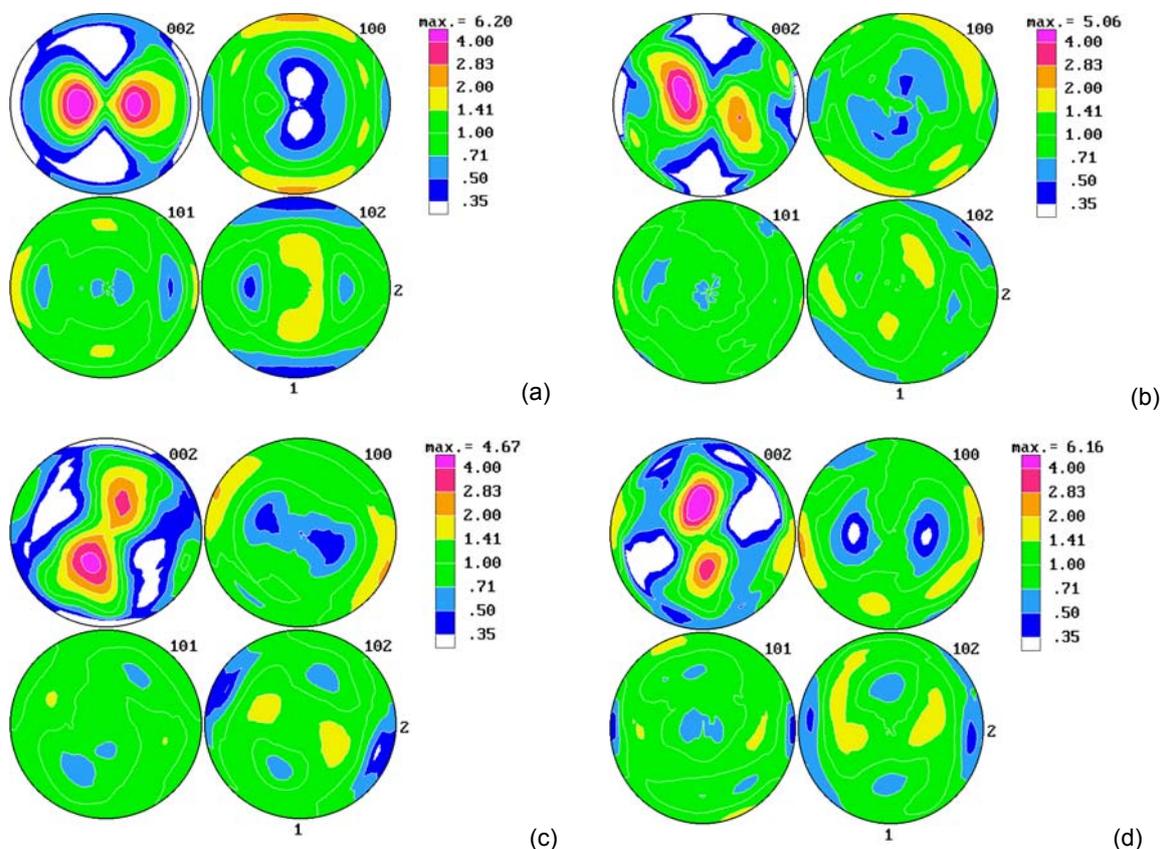


Figura 6. Figuras de pólo das amostras de zinco deformadas (a) laminação; e Necaes (b) 0° de DL; (c) 45° de DL; e (d) 90° de DL.

As amostras foram observadas com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) antes e depois da deformação de corte. A técnica de EBSD permite observar grãos de tamanhos não homogêneos (Figura 7), provavelmente devido à recristalização dinâmica, que não se encontram presentes na chapa original. Avaliaram-se as distribuições de misorientações classificando em baixo e alto ângulo (Figura 8).

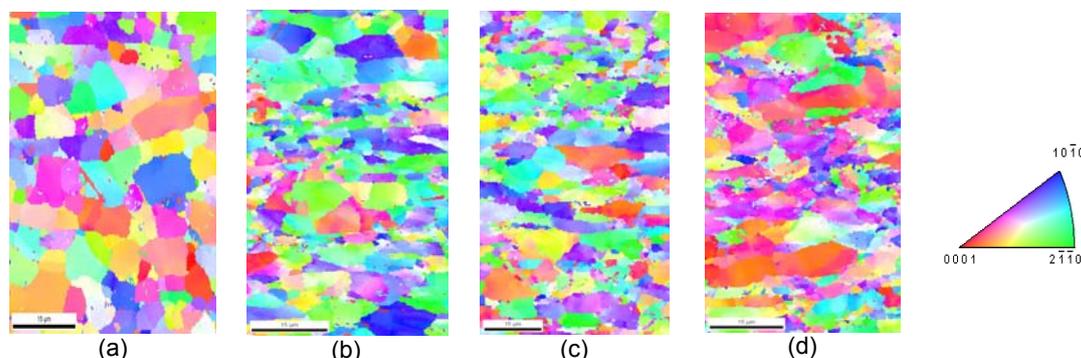


Figura 7. Mapas IPF obtidas por MEV das amostras de zinco deformadas por (a) laminação; e Necaes (b) 0° (c) 45°; e (d) 90° de DL.

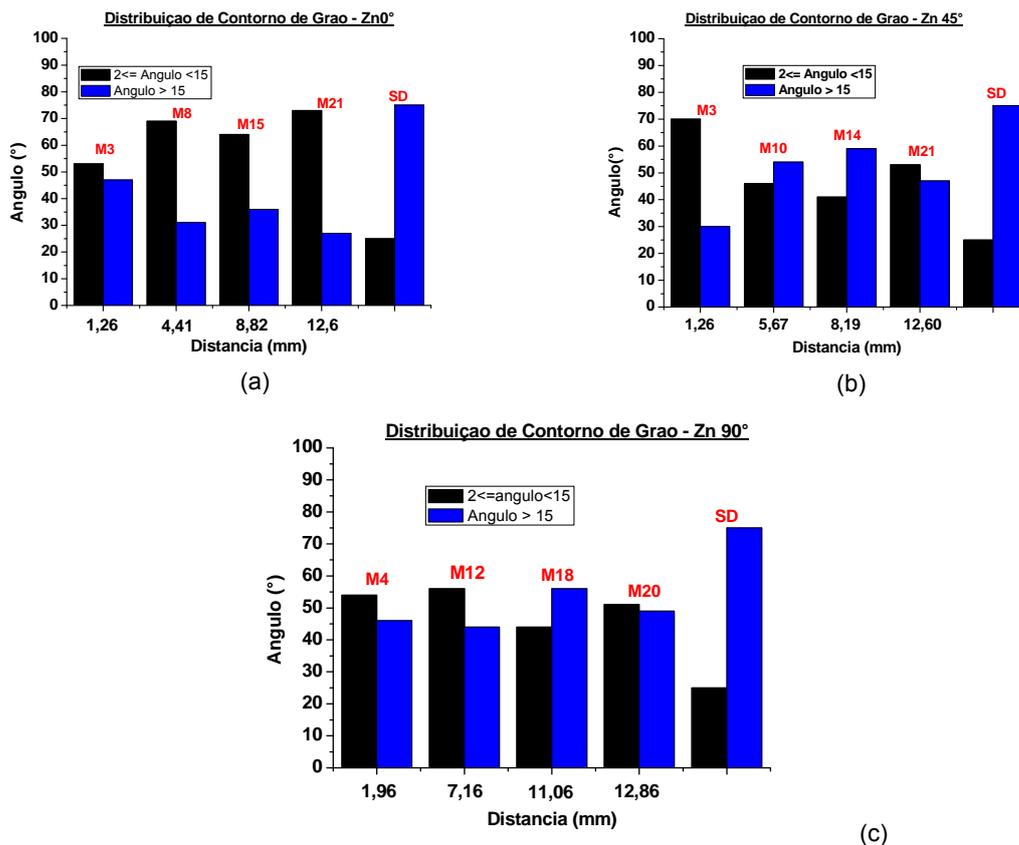


Figura 8. Resultados de distribuição de contorno de grão obtidos por EBSD nas amostras de zinco deformadas por NECAE (a) 0° (b) 45°; e (c) 90° de DL.

Na análise de EBSD também é possível observar um aumento na fração de contorno de baixo ângulo com média de 50%, já a amostra somente laminada apresentava uma média de 28% (Figura 8).

Resultados obtidos por EBSD mostram que para um tamanho de grão mais refinado maior é a deformação de von Mises. A misorientação se mantém estável (Figura 9).

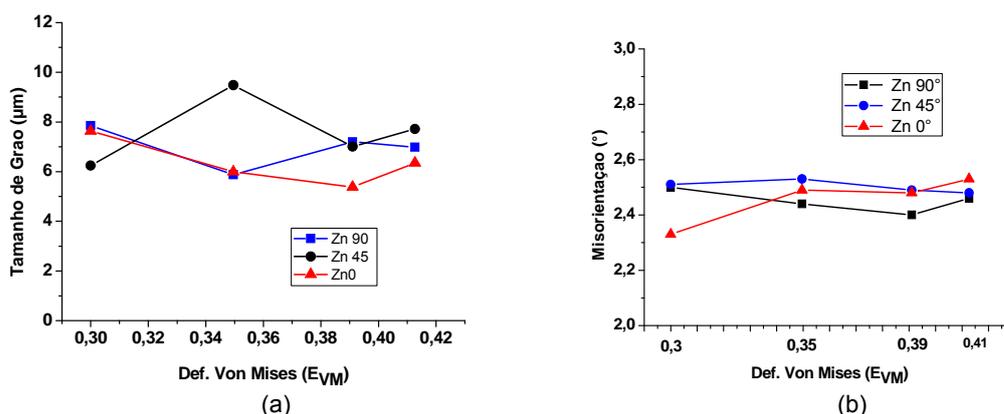


Figura 9. Resultados obtidos por EBSD (a) tamanho de grão; e (b) misorientação média vs deformação de von Mises.

4 DISCUSSÃO

Primeiramente é necessário dar ênfase a alta heterogeneidade das microestruturas obtidas. Ela abrange não só a escala macroscópica, onde podemos observar

diferenças relacionadas com a posição das chapas no interior da matriz, e conseqüentemente no interior das mesmas. Em escala macroscópica, o processo de Necae é mais heterogêneo quando for aplicado a chapas independentes, o mesmo não ocorre quando aplicado a uma amostra massiva. A vantagem principal da presente utilização desta técnica é a possibilidade de usar materiais com uma alta anisotropia prévia obtida por laminação. Já na escala microscópica, a heterogeneidade pode ser relacionada com a anisotropia dos materiais hexagonais assim como com o processo de recristalização dinâmica do Zn.

A análise metalográfica por microscopia ótica foi capaz de revelar em detalhes a mudança de orientação dos grãos após a deformação por Necae. De fato, se observa o refinamento acentuado dos grãos e a presença de pequenas bandas de deformação (Figuras 4b, 4c e 4d) que provavelmente são provenientes do processo de laminação anterior ao Necae (Figura 4a). As bandas favorecem a identificação do gradiente de velocidade a esse nível. Foi possível também observar a formação de pequenos núcleos próximos aos contornos de grãos, que explicaria o favorecimento da recristalização dinâmica⁽⁴⁾ e que a conseqüente deformação dos grãos em RD conduz a formação desses grãos equiaxiais com alta concentração de contorno de baixo ângulo, com resultados próximos a 50% (Figura 8).

Nas texturas é possível avaliar a deformação de corte, com a mudança de direção (Figura 6), isto é, uma rotação da textura. Outro dado importante é a perda de simetria e a redução da intensidade nas figuras de pólo, o que é muito comum em amostras severamente deformadas com passo de deformação não estável como é o corte simples.

Nos mapas de IPF obtidas por MEV-EBSD (Figura 7), confirma-se o que foi avaliado nas microestruturas e textura, em que verificamos a inclinação dos grãos, que corresponde ao ângulo de corte, e o refinamento dos grãos em comparação com a amostra laminada.

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho, foi possível analisar como se comportam mecanicamente as diferentes direções de laminação posteriormente deformadas por um método de deformação severa, Necae, utilizando técnicas de microscopia ótica, Difração de raios-x e MEV-EBSD.

Os resultados de microscopia obtidos estão relacionados entre si, quando comparamos as direções e ângulo de corte das amostras estudadas e o conseqüente refinamento do grão. Outro dado que confere com os resultados anteriores é o percentual de contornos de baixo ângulo que representam quase 50% das amostras deformadas por Necae com um valor muito reduzido com aproximadamente 30% para a amostra somente laminada.

Com relação à heterogeneidade de comportamento das deformações de von Mises macro e microscópica, no nível macroscópico pode estar associada com a orientação preferencial dos cristais que favorece a componente rotacional ou de alongação do gradiente de velocidade local na chapa para satisfazer a deformação macroscópica que se impõe. Isto também acontece no nível mais microscópico onde há regiões que mostram grãos redondos e pequenos e outras regiões com grãos maiores e alongados. Sendo a microestrutura das regiões de grãos pequenos totalmente modificados pela recristalização dinâmica, fica ainda como tarefa entender se nas regiões de grãos grandes os comportamentos são dirigidos pelas

restrições macroscópicas do gradiente de velocidade ou pelas interações locais de grão a grão devido a alta anisotropia do Zn.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Conicet, IFIR e Agencia Nacional de Promoção Científica e Tecnológica da Argentina (Projeto PICT 1128) pelo financiamento deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 ZHAO, Y.H, LIAO, X.Z., JIN, Z., VALIEV, R.Z., ZHU, Y.T; Acta Materialia 52, 2004.
- 2 DIETER, G., Mechanical Metallurgy. Materials Science and Engineering, Mc Fraw-Hill Book Company, 1988.
- 3 CHENG, X.; ZENJI, H., TERENCE, G.L.; Microstructural evolution in an aluminum solid solution alloy processed by ECAP. Mat. Sci. and Eng. Vol. 528, 2011.
- 4 SEEWAS, S.; BHOWAIK, A.; BISWAR, S.; Microstructure and Texture in Steels. International Conference, India, 2009.
- 5 SOLAS D.E., TOMÉ C.N., ENGLER O., WENK H.R., Deformation and recrystallization of hexagonal metals: modeling and experimental results for zinc. Acta materialia, vol. 49, 2001.