

EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DA LIGA ZAMAC 8 SUBMETIDA A UM E DOIS PASSES DE ECAP A QUENTE

Nayara Aparecida Neres da Silva, nayaraneresgpc@yahoo.com.br ⁽¹⁾

Maria Teresa Paulino Aguiar, teresa@ufmg.br ⁽²⁾

Elaine Carballo Siqueira Corrêa, elainecarballo@cefetmg.br ⁽³⁾

Pedro Henrique Rodrigues Pereira, ppereira@demet.ufmg.br ⁽⁴⁾

Paulo Roberto Cetlin, pcetlin@gmail.com ⁽¹⁾

¹ Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Minas Gerais – Av. Antônio Carlos, 6627, 31270-901, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

² Departamento de Engenharia de Materiais e Construção Civil – Universidade Federal de Minas Gerais – Av. Antônio Carlos, 6627, 31270- 901, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

³ Departamento de Engenharia de Materiais - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – Av. Amazonas 5253, 30421-169, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

⁴ Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – Universidade Federal de Minas Gerais – Av. Antônio Carlos, 6627, 31270- 901, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

Resumo. A liga pró-eutética Zn-3,5%Al-2,0%Cu-0,39%Mg, comercialmente conhecida como Zamac 8, foi submetida ao processamento por extrusão angular em canais iguais (*equal channel angular pressing* – ECAP) por um e dois passes. Seu comportamento mecânico e evolução microestrutural decorridos 2 e 60 dias após processamento foram avaliados por meio de medidas de microdureza e microscopia óptica (MO) com o objetivo de analisar possíveis variações no tamanho de grão das fases, interferência do tempo de espera em fenômenos termicamente ativados e seus efeitos nas propriedades mecânicas do material. Refino do constituinte rico em alumínio ($\eta + \alpha$) foi observado para ambos os passes e um amaciamento da estrutura foi detectado pelo ensaio de microdureza quando aumentado o número de passes de ECAP. Nenhuma interferência do tempo de espera foi notada na microestrutura e no comportamento mecânico da liga.

Palavras chave: Ligas Zn-Al. Extrusão Angular por Canais Iguais. Microestrutura. Propriedades Mecânicas.

1. INTRODUÇÃO

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 (Demirtas *et al.*, 2018).

Dentro das diversas técnicas de deformação plástica severa, dois tipos de processamento são mais comumente utilizados: a extrusão angular em canais iguais (*equal channel angular pressing* – ECAP) e torção sob elevada pressão (*high pressure torsion* – HPT) (Kawasaki e Langdon, 2011). Contudo, um número maior de estudos tem detectado a ocorrência de superplasticidade em metais submetidos ao ECAP (Kawasaki e Langdon, 2007).

No diagrama de fases binário Zn-Al, é possível notar a presença de três regiões principais resultantes de reações eutética, eutetoide e monotetoide. Ligas na região eutética ou pró-eutética com presença de cobre em sua composição são conhecidas como Zamac e têm sido amplamente utilizadas na fabricação de componentes mecânicos (Purcek *et al.*, 2005).

Neste contexto, o presente estudo buscou avaliar a evolução microestrutural e mecânica de amostras da liga Zamac 8 processadas por um e dois passes de ECAP, a fim de verificar a ocorrência de refino e possível interferência de fenômenos termicamente ativados ocorridos estaticamente decorridos 2 e 60 dias após processamento.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os experimentos foram conduzidos utilizando a liga comercial Zamac 8 (Zn-3,5%Al-2,0%Cu-0,39%Mg). O material, recebido no estado bruto de fusão, foi usinado em corpos de prova para ECAP com comprimento de ~70 mm e seção transversal de 10 x 10 mm. Com o propósito de homogeneizar a microestrutura, o metal usinado foi submetido a um ciclo térmico de aquecimento até a temperatura de 320°C, na qual permaneceu durante 24 horas, seguido por resfriamento em água (Demirtas *et al.*, 2015).

2.1. ECAP

Os corpos de prova homogeneizados foram processados por ECAP com a utilização de uma matriz fabricada de aço ferramenta de seção transversal quadrada com aresta de 10 mm, cujos canais se interceptam formando um ângulo de 135° . Foram realizados 1 e 2 passes de ECAP a 300°C adotando a rota B_c , na qual as amostras são removidas da matriz após a extrusão e rotacionadas em 90° na mesma direção entre os passes. Esta rota foi selecionada por proporcionar ao material uma microestrutura mais homogênea de grãos refinados, de acordo com relatos de Oh-ishi *et al.* (1998). Após a realização dos passes de ECAP os corpos de prova foram imediatamente resfriados em água.

As amostras processadas foram armazenadas em um refrigerador ($\sim -5^\circ\text{C}$) com o objetivo de minimizar os fenômenos difusionais, visto que a temperatura homóloga do material à temperatura ambiente é próxima de $0,5T_f$ (onde T_f é a temperatura de fusão do material em K).

2.2. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Amostras da região central dos corpos de prova processados por ECAP foram retiradas e sequencialmente lixadas com lixas de granulometria 600 e 1200 *mesh*, polidas em pasta de diamante de 9, 3 e 1 μm e atacadas quimicamente com solução de 20g de CrO_3 , 1,5g de Na_2SO_4 e 100ml de H_2O (ASM International, 2004). A caracterização microestrutural das amostras foi realizada por microscopia óptica (MO) decorridos dois e sessenta dias após processamento e por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para o material em estado bruto de fusão e homogeneizada.

O tamanho dos grãos das fases η (rica em Zn) e do constituinte eutetóide ($\eta + \alpha$) foram medidos a partir da análise de imagens com o auxílio do *software* Image Pro Plus® por meio do cálculo de área, onde foram medidos 200 grãos para cada condição obtendo-se um valor médio.

2.3. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

A caracterização mecânica das amostras homogeneizadas e processadas por ECAP foi realizada por ensaio de microdureza, dois e sessenta dias após processadas. Utilizou-se um microdurômetro, da marca Shimadzu modelo HMV-2T, com penetrador Vickers aplicando uma carga de 245 mN durante 15 s. Oito indentações foram realizadas em cada amostra, obtendo-se o resultado médio dos valores de dureza e respectivos desvios padrões.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. ANÁLISE MICROESTRUTURAL

As imagens obtidas MO e MEV para a liga no estado bruto de fusão e homogeneizada apresentadas na Figura 2 permitem a identificação das fases e respectivas morfologias. Para a estrutura bruta de fusão, nota-se uma microestrutura relativamente grosseira composta por dendritas da fase primária (η) rica em Zn, de uma estrutura eutética na região interdendrítica composta por η mais o constituinte eutetóide ($\eta + \alpha$) lamelar, além de exibir uma estrutura eutetóide ($\eta + \alpha$), rica em alumínio, também de maneira isolada em regiões com morfologia lamelar refinada (Fig. 2a e Fig. 2d), corroborando com a microestrutura encontrada por Wu *et al.* (2016) ao estudar liga similar. A amostra na condição homogeneizada apresentou ainda partículas da fase ϵ (CuZn_4) dispersas na fase primária η em formato de ripas, também chamados de precipitados de Widmannstätten, bem como uma nova fase identificada como τ' proveniente da transformação da fase metaestável ϵ em uma fase mais estável, presente na região interdendrítica (Fig. 2b e Fig. 2e) (da Silva e da Costa, 2017; Sharma e Martin, 1981). Nota-se que o tratamento térmico de homogeneização resultou na eliminação da estrutura eutética lamelar. Verifica-se ainda que o período de dois meses não provocou apreciável variação microestrutural no material homogeneizado (Fig. 2c e Fig. 2f).

A microestrutura da amostra processada por um passe de ECAP é exibida na Figura 3. Pouco ou nenhum refino é observado para a fase primária, η ; por outro lado, é notória uma redução no tamanho de grão do constituinte eutetóide ($\eta + \alpha$). Esse comportamento é justificável ao considerar que a fase rica em alumínio é mais dúctil quando comparada a estrutura rica em Zn. Quando comparadas as microestruturas após 2 e 60 dias decorridos do processamento não foi possível notar qualquer alteração. Comportamento análogo pode ser observado para a amostra processada por um segundo passe de ECAP (Fig.4).

Os resultados dos cálculos do tamanho de grão médio para a fase η e do constituinte ($\eta + \alpha$) são apresentados na Tabela 1 e confirmam a estabilidade da microestrutura obtida por ECAP após 60 dias de processamento.

3.2. ANÁLISE DO COMPORTAMENTO MECÂNICO

Resultados de dureza de todas as condições de processamento também são apresentadas na Tabela 1. Nota-se redução na dureza com o aumento da quantidade de passes; comportamento similar foi observado por Hernandez-Rivera *et al.* (2017) ao estudar a liga Zn-22Al-2Cu que associou o amaciamento à recristalização da fase rica em Zn durante o processamento em ECAP. No entanto, o amaciamento observado neste estudo está provavelmente associado ao aumento

da facilidade da ocorrência de escorregamento de contornos de grão devido ao refino significativo do constituinte eutetóide ($\eta + \alpha$), como já constatado para a liga Zn-5Al processada por ECAP e deformada na temperatura ambiente (Demirtas *et al.*, 2015).

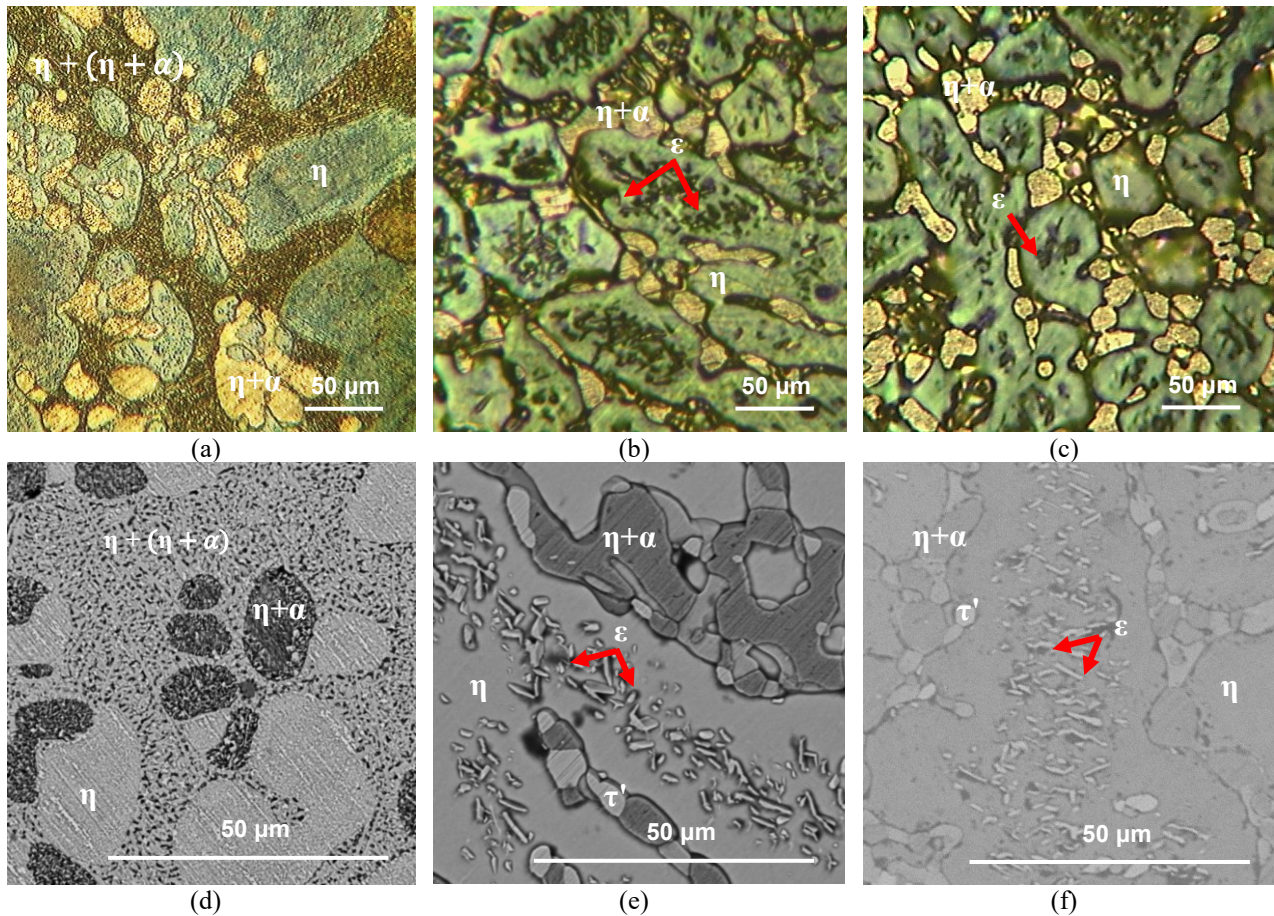


Figura 2: Evolução microestrutural de amostras de Zamac-8: a) e d) MO e MEV amostra em estado bruto de fusão, b) e e) MO e MEV após 2 dias do tratamento térmico de homogeneização e c) e f) MO e MEV após 60 dias do tratamento térmico de homogeneização.

η : fase primária rica em Zn; α : fase rica em Al; ϵ : fase metaestável CuZn_{14} ; τ' : fase estável proveniente de ϵ .

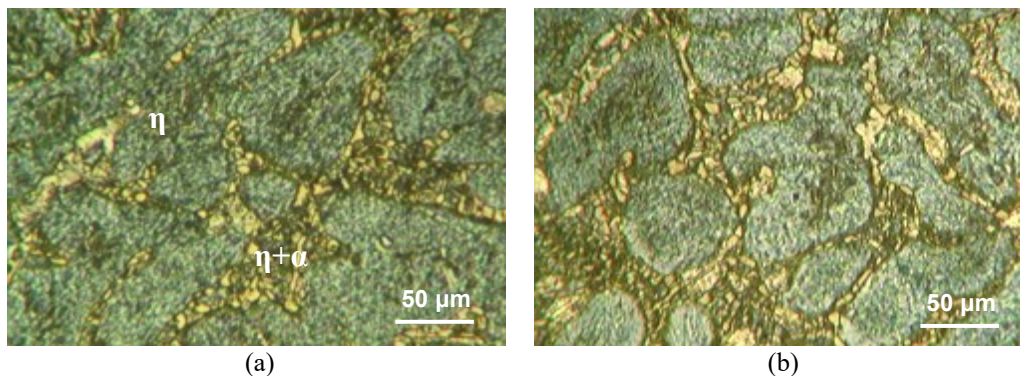


Figura 3: Evolução microestrutural de amostras de Zamac-8 processadas por 1 passe de ECAP a 300°C.
(a) Após 2 dias; (b) Após 60 dias.

Esta tendência de amaciamento de ligas Zn-Al quando processadas por diferentes técnicas de deformação plástica serena vem sendo observada por diversos pesquisadores (Ha *et al.* 2009, Kawasaki e Langdon, 2011, Demirtas *et al.* 2015). Acredita-se que este comportamento esteja associado a ocorrência de escorregamento de contornos de grão, que devido a morfologia bimodal única e refinada apresentada pela microestrutura processada favorece o deslizamento entre os contornos de η/α e η/η , ocasionando o fenômeno da superplasticidade.

Verifica-se que o tempo de espera praticamente não alterou os valores de dureza, indicando que os possíveis fenômenos de amaciamento estático não foram pronunciados e que a forma de armazenamento do material tem sido eficaz para manter a microestrutura após processada.

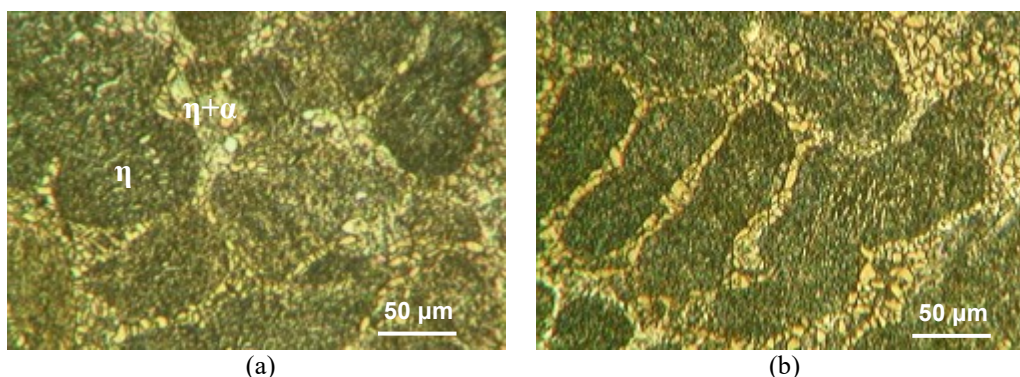


Figura 4: Evolução microestrutural de amostras de Zamac-8 processadas por 2 passes de ECAP a 300°C
(a) Após 2 dias; (b) Após 60 dias.

Tabela 1. Tamanho médio dos grãos da fase η e do constituinte eutetóide ($\eta+\alpha$) da liga Zamac 8 e respectivos valores de dureza.

Amostra	Tamanho médio dos grãos fase η (μm)		Tamanho médio dos grãos de ($\eta+\alpha$) (μm)		Microdureza 0,025HV	
	Período	Media	Período	Media	Período	Media
Zamac-8-Homogeneizada 320°C/24 h	2 dias	67 $\pm$ 27	2 dias	19 $\pm$ 6	2 dias	183 $\pm$ 13
	60 dias	60 $\pm$ 22	60 dias	19 $\pm$ 8	60 dias	169 $\pm$ 23
Zamac8-1ECAP- 300°C	2 dias	64 $\pm$ 27	2 dias	10 $\pm$ 3	2 dias	143 $\pm$ 6
	60 dias	63 $\pm$ 25	60 dias	10 $\pm$ 5	60 dias	142 $\pm$ 12
Zamac8-2ECAP- 300°C	2 dias	69 $\pm$ 22	2 dias	8 $\pm$ 3	2 dias	137 $\pm$ 6
	60 dias	62 $\pm$ 29	60 dias	8 $\pm$ 3	60 dias	138 $\pm$ 4

4. CONCLUSÕES

1. Nenhuma variação apreciável de tamanho de grão foi causada na fase η por um e dois passes de ECAP a 300°C. No entanto, redução de aproximadamente 45% e de 56% para o tamanho de grão do constituinte eutetóide ($\eta+\alpha$) foi verificada após um e dois passes de ECAP, respectivamente, quando comparadas a condição inicial.
2. O tempo de espera de 2 e 60 dias não alterou a microestrutura e suas propriedades mecânicas.
3. Resultados de microdureza apontaram amaciamento da liga com o aumento do número de passes, indicando a maior ocorrência de escorregamento de contornos de grão na liga processada por ECAP.

5. REFERÊNCIAS

- ASM International. 2004. "Metallography and Microstructures of Zinc and Its Alloys". In: *Metallography and Microstructures. ASM Handbook*. Vol. 9, p- 933-941.
- Demirtas, M., Kawasaki, M., Yanar, H. e Purcek, G. 2018. "High temperature superplasticity and deformation behavior of naturally aged Zn-Al alloys with different phase composition". *Materials Science Engineering A*, Vol. 730, p. 73-83.
- Demirtas, M., Pürçek, G., Yanar, H., Zhang, Z.J e Zhang, Z.F. 2015. "Achieving room temperature superplasticity in Zn-5Al alloy at high strain rates by equal-channel angular extrusion". *Journal of Alloys Compounds*, Vol. 623, p. 213-218.
- Ha T. K., Jung J. Y., Kim K. J., Na K. H. 2009. Superplastic deformation behavior of Zn- 0.3 wt% Al alloy fabricated by ECAP. *Trans. Mater. Process*, Vol. 18, p. 448-452.
- Hernández-Rivera, J. L., Flores, E. M., Contreras, E. R., Rocha, J. G., Cruz-Rivera, J. J., Torres-Villaseñor, G. 2017. Evolution of hardening and softening behaviors in Zn-21Al-2Cu alloy processed by equal channel angular pressing. *Journal of Materials Research and Technology*. Vol. 6, p- 329-333.

- Kawasaki, M. e Langdon, T. 2011. "Developing superplasticity and a deformation mechanism map for the Zn-Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion". *Materials Science Engineering A*, Vol. 528, p. 6140 – 6145.
- Kawasaki, M. e Langdon, T. 2007. "Principles of superplasticity in ultrafine-grained materials". *Materials Science Engineering A*, Vol. 42, p. 1782 – 1796.
- Oh-ishi, K., Horita, Z., Furukawa, M., Nemoto, M. e Langdon, T. G. 1998. "Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing". *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 29, p. 2011-2013.
- Pürçek, G. 2005. "Improvement of mechanical properties for Zn-Al alloys using equal-channel angular pressing". *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 169, p. 242 – 248.
- Sharma, R. C. e Martin, J. W. 1981. "Metallography of ϵ -phase precipitation in dilute Zinc-Copper alloys". *Metallography*, Vol. 14, p. 99-106.
- Silva, D. S. e Costa, E. M. 2017. "Ligas de zinco-alumínio hipoeutéticas: efeito do cobre e tratamento térmico da microestrutura". *Destaques Acadêmicos*, Vol.9, p- 174-192.
- Wu, Z., Sandlöbes, S., Wu, L., Hu, W., Gottstein, G., & Korte-kerzel, S. (2016). "Mechanical behaviour of Zn – Al – Cu – Mg alloys : Deformation mechanisms of as-cast microstructures". *Materials Science & Engineering A*, Vol. 651, 675–687.

6. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

Mechanical properties and microstructural evolution of a Zn-Al alloy processed by ECAP at a high temperature.

Nayara Aparecida Neres da Silva, nayaraneresgpc@yahoo.com.br ⁽¹⁾

Maria Teresa Paulino Aguilar, teresa@ufmg.br ⁽²⁾

Elaine Carballo Siqueira Corrêa, elaine@deii.cefetmg.br ⁽³⁾

Pedro Henrique Rodrigues Pereira, ppereira@demet.ufmg.br ⁽⁴⁾

Paulo Roberto Cetlin, pcetlin@gmail.com ⁽¹⁾

¹ Department of Mechanical Engineering, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 31270-901, Brazil.

² Department of Materials Engineering and Civil Construction, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 31270-901, Brazil.

³ Department of Materials Engineering, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 30421-169, Brazil.

⁴ Department of Metallurgical and Materials Engineering, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, 31270-901, Brazil.

Abstract. The pro-eutectic alloy Zn-3.5% Al-2.0% Cu-0.39%Mg, commercially known as Zamak 8, was processed by equal channel angular pressure (ECAP) for one and two passes. Its microstructural and mechanical behavior with 2 and 60 days after processing were analyzed by optical microscopy (OM) and microhardness measurements to examine the grain sizes and phase distributions, the occurrence of thermally activated phenomena during the holding period and their impact on the mechanical properties of the Zn-Al alloy. The refinement of the aluminum rich constituent ($\eta + \alpha$) was observed for both passes and softening of the structure was detected by microhardness measurements as the number of passes increased. No influence of the holding time was noticed in the microstructure and mechanical behavior of Zamak 8.

Keywords: Zn-Al alloys, Equal Channel Angular Pressing, Microstructure, Mechanical Properties

RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.