

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**ESTUDO DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO AA
8011 NA CONDIÇÃO H18**

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA**

EMMANUEL PACHECO ROCHA LIMA

RECIFE, AGOSTO DE 2002.

AGRADECIMENTOS

Antes de tudo, agradeço a Deus por tudo que tem me proporcionado.

Ao Professor e amigo Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira pela confiança em mim e no meu trabalho, sempre me incentivando e apoiando em todas minhas as decisões.

Aos Professores Walter M. de Azevedo e Albino Aguiar do CCEN e aos seus técnicos João Carlos e Eliete Silva pela realização dos ensaios em DSC e Raios-X.

À Alcoa Alumínio S. A. pelo apoio técnico e financeiro e, em especial, ao seu técnico Hermes Lima pelos ensaios mecânicos realizados.

Ao LIKA/UFPE e, em especial, ao seu técnico Rafael Padilha pelas análises em microscopia eletrônica de transmissão.

Ao IPEN e, em especial, ao seu técnico Nildemar Ferreira pela preparação dos corpos de prova para microscopia eletrônica de transmissão.

Às Professoras Isabel Cristina Machado e Ariadna Lopes do Departamento de Botânica da UFPE pela contribuição nas análises em microscopia óptica;

Aos alunos de iniciação científica Jerusa Borges Cordeiro e Rodrigo de Sousa Mendonça pela preparação dos corpos de prova.

Ao meu amigo e então colega de mestrado Oscar Araújo pelo apoio e conselhos dados no início dos trabalhos.

Ao Professor Ney Freitas de Quadros pelo incentivo e contribuição na correção e execução dos trabalhos.

Ao Professor Yogendra Prasad Yadava pela contribuição prestada.

À Capes pelo suporte financeiro.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica e a todos os seus professores e funcionários.

À Raissa Lapa e família por tudo que me proporcionaram durante toda a nossa convivência e, principalmente, durante a execução deste trabalho;

Aos meus pais e familiares pela paciência que tiveram ao entender os momentos conturbados porque passei durante a elaboração deste trabalho;

A todos que, mesmo não sendo nominalmente citados, contribuíram para realização deste trabalho.

RESUMO

A liga AA 8011 é uma das mais versáteis ligas comerciais de alumínio. A diversidade de suas aplicações depende não só de sua composição química, mas, principalmente, das transformações microestruturais que ela venha a sofrer. Nesse contexto, o estudo da cinética de recristalização assume um papel relevante por possibilitar o controle do estado encruado em função do tempo de tratamento. O objetivo deste trabalho é determinar as cinéticas de recristalização para cada propriedade considerada e estudar seus mecanismos. Para tanto, foram realizadas, inicialmente, análises dinâmicas em DSC para determinação da temperatura de recristalização da liga encruada para cada composição analisada. Em seguida, diferentes amostras foram recozidas em temperaturas próximas à de pico da curva DSC em tempos que variaram de 5 a 180 minutos. Depois de tratadas, as amostras foram submetidas a ensaios mecânicos (dureza Vickers e tração uniaxial) para levantamento das curvas Propriedades versus Tempo. Os valores das propriedades mecânicas foram relacionados biunivocamente aos da fração transformada para determinação da cinética de recristalização. Para a caracterização do processo e de seus mecanismos, foram realizadas análises em raios-x, microscopia óptica e eletrônica de transmissão – MET.

Os resultados mostraram que a equação da fração recristalizada segue a lei empírica de formação prevista por Johnson-Mehl-Avrami para qualquer propriedade considerada, assim como, as modificações microestruturais que ocorrem, excluindo-se a recristalização, são decorrentes da decomposição spinodal e influenciam significativamente a plasticidade do material.

Concluimos que a cinética de recristalização tem um comportamento anisotrópico, no qual o do sentido longitudinal expressa-se diferentemente do transversal, e anômalo no que diz respeito à evolução das propriedades nos domínios elástico e plástico.

ABSTRACT

The AA 8011 alloy is one of the most versatile commercial aluminum alloys. The diversity of its applications depends not only on its chemical composition, but, mainly, on the microstructures transformations that it comes to suffer. In that context, the study of the recrystallization kinetics assumes an important role for facilitating the control of the work-hardened state in function of the time of treatment. The objective of this work is to determine the kinetic of recrystallization for each considered property and to study its mechanisms. For so much, they were accomplished, preliminary, dynamic analyses were made in DSC for determination of the temperature of recrystallization of the hardened alloy for each analyzed composition. Soon after, different samples were annealed in temperatures close to the pick of the DSC curves in times that varied from 5 to 180 minutes. After treated, the samples were submitted to mechanical tests (hardness measurements and stress-strain) for lifting of the Properties versus Time of Treatment curves. The values of the properties were related to the of the fraction transformed for determination of the kinetic of recrystallization. For the characterization of the process and its mechanisms, analyses were accomplished in x-ray, optical microscopy and transmission electron microscopy – TEM. The results showed that the equation of the recrystallized fraction follows the empiric law of the formation of Jonhson-Mehl-Avrami for any considered property, as well as, the microstructural modifications that it happen, being excluded the recrystallization, they are current of the spinodal decomposition and it influence the plasticity of the material significantly. It issues that the conclusion that the recrystallization kinetics has a anisotropical behavior, in which the longitudinal direction express itself differently of the traverse one, and anomalous in what says respect to the evolution of the properties in the domains elastic and plastic.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO	1
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	3
2.1. Transformações de Fase no Estado Sólido	3
2.1.1. Classificação de definição das transformações de fase	3
2.1.2. Teoria da nucleação e crescimento	4
2.2. Deformação em Sólidos Policristalinos	6
2.2.1. Microestrutura heterogênea de policristais deformados	6
2.2.2. Energia armazenada na deformação plástica	7
2.2.3. A deformação produzida nas transformações de fase	8
2.3. Recozimento	9
2.3.1. Recuperação e recristalização	9
2.3.2. Mecanismos de recristalização	12
2.3.3. Migração de contornos de alto ângulo	12
2.3.4. Nucleação por coalescimento de subgrãos	12
2.3.5. Nucleação de precipitados de soluções sólidas supersaturadas	13
2.3.6. O efeito de partículas de segunda fase na recristalização	13
2.4. Textura	16
2.4.1. Desenvolvimento da textura de deformação e de recristalização	16
2.4.2. Conseqüências da textura	18
2.4.3. Texturas especiais na recristalização	18
2.5. A Cinética das Transformações de Fase	18
2.5.1. Determinação da fração transformada	18
2.5.2. A cinética empírica das reações heterogêneas	19
2.5.3. A cinética de recristalização	20
2.5.4. Energia de ativação e fator de frequência	21
2.6. Ligas de Alumínio	23
2.6.1. Classificação e definição das ligas de alumínio	23
2.6.2. Sistema de classificação de têmperas (NBR 6835/1981)	25
2.6.2.1. Designação de têmperas	25
2.6.2.2. Classificação das têmperas H	26
2.6.3. Laminação do alumínio – Processo “ <i>Roll-Casting</i> ”	26
3. MATERIAIS E MÉTODOS	28
3.1. Material	28
3.2. Análise Térmica Diferencial	28
3.3. Tratamentos Térmicos	29
3.4. Ensaio Mecânicos	29
3.4.1. Propriedades mecânicas	29
3.4.2. Ensaio de embutimento – Ensaio Erichsen	30
3.5. Metalografia	30
3.6. Análise Microestrutural	31
3.6.1. Difração de raios-x	31
3.6.2. Microscopia e microanálise química	31
3.7. Determinação da cinética	32

ÍNDICE

4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS	34
4.1. Análise Térmica Diferencial	34
4.2. Dureza Vickers	35
4.2.1. Composição 1 – Al-0,8Fe-0,59Si	35
4.2.2. Composição 2 – Al-0,84Fe-0,63Si	39
4.3. Tração Uniaxial	44
4.3.1. Composição 1 – Al-0,8Fe-0,59Si	44
4.3.2. Composição 2 – Al-0,84Fe-0,63Si	48
4.4. Análise Microestrutural	61
4.5. Ensaio de Embutimento – Erichsen	66
5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	69
6. CONCLUSÕES	72
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	75
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	76

ÍNDICE DE FIGURAS

2.1. Esquema de um núcleo de raio r em formação numa matriz.	4
2.2. Diagrama esquemático mostrando a influência das energias livres.	5
2.3. Diagrama da energia armazenada no encruamento em função da deformação.	7
2.4. Diagrama da redução da energia livre no processo de recristalização.	10
2.5. Esquema da migração de contorno de grão induzida por deformação.	12
2.6. Representação esquemática de coalescimento de dois subgrãos.	13
2.7. Efeito retardador de partículas sobre um contorno de alto ângulo - MET.	14
2.8. Estrutura de subgrãos ao redor de uma partícula grosseira em material deformado.	14
2.9. Influência de uma dispersão de partículas na recristalização.	15
2.10. Ilustração esquemática da textura de fibra e de chapa.	17
2.11. Diagrama da fração transformada em função do tempo.	19
2.12. Variação de uma propriedade durante a recristalização.	21
2.13. Diagrama $\ln[-\ln(1-y)] \times \ln(t)$ para determinação dos parâmetros de J-M-A.	22
2.14. Diagrama $\ln(K)$ versus $1/T$ para determinação dos parâmetros cinéticos.	23
2.15. Esquema do processo “Roll-Casting”.	27
3.1. Análise térmica diferencial de varredura – DSC.	28
3.2. Diagrama dos tratamentos termomecânicos.	29
3.3. Esquema do ensaio de embutimento – Erichsen NBR 5902/1980.	30
3.4. Polimento eletrolítico de duplo jato.	30
3.5. Efeito da deformação na posição e na largura dos máximos de difração.	31
3.6. Variação de uma propriedade durante a recristalização	32
3.7. Diagrama $\ln[-\ln(1-y)] \times \ln(t)$ para determinação dos parâmetros de J-M-A.	33
4.1. Curva DSC da liga AA 8011 (composição 2).	34
4.2. Curva DSC da liga AA 8011 (composição 1).	34
4.3. Curva da dureza Vickers x tempo para o recozimento a 305°C (composição 1).	35
4.4. Curva da fração recristalizada x tempo para a temperatura de 305°C (composição 1).	35
4.5. Diagrama $\ln[-\ln(1-y)] \times \ln(t)$ para temperatura de 305°C (composição 1).	36
4.6. Curva da dureza Vickers x tempo para o recozimento a 315°C (composição 1).	36
4.7. Curva da fração recristalizada x tempo para a temperatura de 315°C (composição 1).	37
4.8. Diagrama $\ln[-\ln(1-y)] \times \ln(t)$ para temperatura de 315°C (composição 1).	37
4.9. Curva da dureza Vickers x tempo para o recozimento a 325°C (composição 1).	38
4.10. Curva da fração recristalizada x tempo para a temperatura de 325°C (composição 1).	38

ÍNDICE DE FIGURAS

4.11. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para temperatura de 325°C (composição 1).	38
4.12. Curva da dureza Vickers x tempo para o recozimento a 305°C (composição 2).	39
4.13. Curva da fração recristalizada x tempo para a temperatura de 305°C (composição 2).	39
4.14. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para temperatura de 305°C (composição 2).	40
4.15. Curva da dureza Vickers x tempo para o recozimento a 315°C (composição 2).	40
4.16. Curva da fração recristalizada x tempo para a temperatura de 315°C (composição 2).	41
4.17. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para temperatura de 315°C (composição 2).	41
4.18. Curva da dureza Vickers x para o recozimento a 325°C (composição 2).	42
4.19. Curva da fração recristalizada x tempo para a temperatura de 325°C (composição 2).	42
4.20. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para temperatura de 325°C (composição 2).	42
4.21. Curva da dureza Vickers x tempo para o recozimento a 335°C (composição 2).	43
4.22. Curva da fração recristalizada x tempo para a temperatura de 335°C (composição 2).	43
4.23. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para temperatura de 335°C (composição 2).	44
4.24. Curva dos limites de escoamento para as duas direções – 315°C (composição 1).	45
4.25. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 315°C (composição 1).	45
4.26. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 315°C (composição 1).	45
4.27. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 315°C (composição 1).	46
4.28. Curva dos alongamentos para as duas direções – 315°C (composição 1).	46
4.29. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 315°C (composição 1).	47
4.30. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 315°C (composição 1).	47
4.31. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 315°C (composição 1).	47
4.32. Curva dos limites de escoamento para as duas direções – 305°C (composição 2).	48
4.33. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 305°C (composição 2).	48
4.34. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 305°C (composição 2).	49
4.35. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 305°C (composição 2).	49
4.36. Curva dos alongamentos para as duas direções – 305°C (composição 2).	50
4.37. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 305°C (composição 2).	50
4.38. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 305°C (composição 2).	50
4.39. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 305°C (composição 2).	51
4.40. Curva dos limites de escoamento para as duas direções – 315°C (composição 2).	51
4.41. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 315°C (composição 2).	52
4.42. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 315°C (composição 2).	52

ÍNDICE DE FIGURAS

4.43. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 315°C (composição 2).	52
4.44. Curva dos alongamentos para as duas direções – 315°C (composição 2).	53
4.45. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 315°C (composição 2).	53
4.46. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 315°C (composição 2).	54
4.47. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 315°C (composição 2).	54
4.48. Curva dos limites de escoamento para as duas direções – 325°C (composição 2).	55
4.49. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 325°C (composição 2).	55
4.50. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 325°C (composição 2).	55
4.51. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 325°C (composição 2).	56
4.52. Curva dos alongamentos para as duas direções – 325°C (composição 2).	56
4.53. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 325°C (composição 2).	57
4.54. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 325°C (composição 2).	57
4.55. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 325°C (composição 2).	57
4.56. Curva dos limites de escoamento para as duas direções – 335°C (composição 2).	58
4.57. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 335°C (composição 2).	58
4.58. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 335°C (composição 2).	59
4.59. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 335°C (composição 2).	59
4.60. Curva dos alongamentos para as duas direções – 335°C (composição 2).	60
4.61. Curva das frações recristalizadas para as duas direções – 335°C (composição 2).	60
4.62. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção longitudinal – 335°C (composição 2).	60
4.63. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)] \times \ln(t)$ para direção transversal – 335°C (composição 2).	61
4.64. Região recristalizada contendo soluto segregado.	62
4.65. Região parcialmente recristalizada linhas de discordâncias e soluto segregado.	62
4.66. Região próxima a um contorno de subgrão.	62
4.67. Linhas de discordâncias atravessando uma “partícula” de segunda fase.	63
4.68. Anéis de discordâncias limitados por um contorno de subgrão.	63
4.69. Micropartículas, sem uma interface definida, sendo atravessadas por discordâncias.	63
4.70. Segregados remanescentes (eutético). Região recristalizada rica em ferro e silício.	64
4.71. Micrografia da liga Al-0,84Fe-0,63Si encruada ($\delta = 80\%$).	64
4.72. Micrografia da liga Al-0,84Fe-0,63Si recozida por 40 min a 315°C.	65
4.73. Micrografia da liga Al-0,84Fe-0,63Si recozida por 120 min a 315°C.	65
4.74. Difractograma de raios-x da liga Al-0,80Fe-0,59Si encruada ($\delta = 80\%$).	66

ÍNDICE DE FIGURAS

4.75. Difractograma de raios-x da liga Al-0,80Fe-0,59Si recozida por 120 min a 315°C.	66
4.76. Corpo de prova submetido ao ensaio de embutimento.	67
4.77. Corpo de prova parcialmente recristalizado submetido ao ensaio de embutimento.	67

SIMBOLOGIA

Símbolo	Descrição
$\alpha, \alpha', \gamma, \beta, \theta$	Fases de equilíbrio
δ	Deformação plástica
η	Fator de forma
γ_s	Energia livre específica de superfície
$\Delta g^{\alpha\beta}$	Diferença de energia livre entre as fases α e β
Δg_δ	Energia livre de deformação
ΔA	Energia de ativação
ΔG	Variação de energia livre
ΔG_n	Variação da energia livre associada à formação do núcleo
ΔG_s	Variação da energia livre de deformação associada à superfície
ΔG_v	Variação da energia livre de deformação associada ao volume
ΔP	Potencial termodinâmico para recristalização
ΔV	Variação de volume
A_A	Fator de frequência
AA 8011	Liga de alumínio da série 8xxx
Al	Alumínio
Al_5FeSi	Fase eutética segregada rica em ferro e silício
AlFe, AlFeSi, $CuAl_2$	Fases segregadas produto da decomposição spinodal
Al-Fe-Si	Sistema de ligas de alumínio
ATD, DSC	Técnicas calorimétricas – análise térmica diferencial
Caster	Equipamento utilizado no processo Roll-Casting
CCC, CFC	Estruturas cúbica de corpo centrado e cúbica de faces centradas
CRX	Processo de recristalização contínua
dy/dt	Velocidade de transformação
E	Energia interna ou energia armazenada na deformação
E_A	Energia de ativação empírica da transformação
EDS	Espectroscopia à dispersão de energia
G	Energia livre de Gibbs
G_A, G_B	Energias livres nos instantes A e B
(h, k, l)	Índices dos planos cristalográficos

SIMBOLOGIA

Símbolo	Descrição
H18	Têmpera da liga de alumínio
HV ₅	Dureza Vickers com carga de 5 kg
IE	Índice de embutimento
J-M-A	Johnson-Mehl-Avrami
K, n	Parâmetros cinéticos
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
Nanopartículas	Partículas em escala nanométrica
Quasi-partículas	Soluto segregado sem uma interface definida
r	Raio do núcleo
R	Constante dos gases
r ₀	Raio inicial do núcleo
Roll-Casting	Processo que combina solidificação com laminação a quente
t	Tempo
T	Temperatura absoluta
S	Entropia
[u,v,w]	Índices das direções cristalográficas
V _(Prop.) , V _(Máx.) , V _(Min)	Valores das propriedades mecânicas
Y _(Rec.) , y(t)	Fração recristalizada

1. INTRODUÇÃO

O alumínio é o mais importante dos metais não ferrosos e o desenvolvimento de suas técnicas de fabricação permite que o produto acabado seja produzido mais facilmente e a um baixo custo. Uma grande combinação de propriedades, tais como o seu baixo peso específico, alta resistência à corrosão, boa condutibilidade térmica e elétrica, além de poder ser facilmente trabalhado em qualquer forma, faz do alumínio e de suas ligas uns dos materiais mais versáteis utilizados na indústria metal-mecânica moderna. Essa diversidade de aplicações depende não só da composição química da liga, mas, principalmente, das transformações microestruturais que ela venha a sofrer durante os tratamentos térmicos e termomecânicos realizados.

Normalmente, a indústria do alumínio produz suas ligas em linhas de lingotamento contínuo, para daí serem processadas termomecanicamente. Para a produção de chapas, o lingote, após a homogeneização, é laminado numa seqüência de passes que requer, muitas vezes, vários tratamentos intermediários. A fabricação de folhas finas por este processo fica condicionada a um rigoroso controle microestrutural ao longo da seqüência termomecânica imposta. Uma alternativa ao lingotamento contínuo é o “Roll-Casting”, processo patenteado pela Pichiney que combina, em uma única operação, solidificação rápida com laminação a quente (o metal líquido é vazado diretamente sobre os rolos de laminação os quais são refrigerados internamente). No entanto, de um modo geral, as ligas eutéticas de alumínio apresentam uma cinética de recristalização fortemente dependente da composição química e das condições de vazamento e solidificação do metal líquido no “caster” (Ferreira et al, 1998 e Moris, 1977). A microestrutura e as propriedades mecânicas da liga ao final do processo são condicionadas pela microestrutura inicial e, portanto, a seqüência termomecânica a ser imposta deve ser adequada em função das condições iniciais e do produto final para o qual a liga será destinada. Desta forma, para efeito de simplificação, os parâmetros de “caster” e as condições de vazamento foram fixados neste trabalho.

A liga AA 8011, produzida pela Alcoa Alumínio S.A., é uma das mais versáteis ligas comerciais de alumínio (Clemente, 1992 e Bray, 1989). Seu baixo teor em elementos de liga favorece a formabilidade e, quando processada adequadamente, é suficientemente resistente para suportar grandes esforços desenvolvidos ao longo da linha de produção. Por apresentar tais características, ela vem sendo uma das ligas mais usadas em produtos derivados de folhas finas, principalmente na indústria farmacêutica e de alimentos.

Para ampliar este espectro de multi-aplicabilidade da liga, são necessários que estudos sobre a cinética de recristalização e seus mecanismos sejam efetuados (Sakaguchi et al, 1986, Davies et al, 1998 e Lima et al, 2002) a fim de adequar as possíveis combinações, muitas vezes conflitantes, da relação formabilidade x resistência (Moris, 1977; Clemente, 1992 e Rodrigues et al, 1990). Desse modo, possibilita a indústria controlar o estado encruado da liga em função do tempo de tratamento (fração recristalizada), adequando-a às especificações relativas à fabricação dos diferentes produtos derivados.

Em alguns casos, diante da impossibilidade de se quantificar a recristalização através de métodos diretos, como o de imagens obtidas a partir da microestrutura, torna-se necessário o emprego de métodos indiretos. Neste caso, a fração recristalizada deve ser associada ao valor de uma propriedade mecânica que se modifica no decorrer da recristalização, tais como dureza, alongamento e tensão de escoamento (Ferreira, 2001). Existe sempre uma relação biunívoca entre a variação da propriedade considerada e a fração recristalizada.

A recristalização pode ser entendida como uma transformação de fase numa solução sólida heterogênea que ocorre por nucleação e crescimento. Normalmente, a cinética de transformação de fase de sistemas heterogêneos é muito complexa para ser tratada analiticamente, daí a necessidade de se recorrer a métodos empíricos para o estudo do fenômeno, conforme proposto por Zener e Johnson-Mehl-Avrami (Ferreira, 2002).

Para o estudo da cinética de recristalização em nosso trabalho, primeiramente, foram realizadas análises dinâmicas em DSC para determinação da temperatura e dos tempos de recristalização. Em seguida, diferentes amostras da liga foram recozidas em temperaturas próximas à de recristalização em tempos variados. Depois de tratadas, as amostras foram submetidas a ensaios mecânicos para levantamento das curvas Propriedades versus Tempo de Tratamento. Para a avaliação da influência dos elementos de liga sobre a recristalização, duas composições diferentes foram analisadas.

Com base nas propriedades mecânicas, nos tempos de tratamento e na fração recristalizada, serão determinadas as cinéticas de recristalização para cada propriedade analisada, segundo a Lei de Formação prevista por Johnson-Mehl-Avrami, (Gorelik, 1981 e Christian, 1975). Para a caracterização do processo de recristalização e de seus mecanismos, análises microestruturais em raios-x e microscopia (óptica e eletrônica de transmissão) foram também realizadas.

Uma vez determinada a cinética de recristalização para cada caso específico, foi, então, possível definir de antemão as condições de tratamento ideais (tempos e temperaturas), a fim de adequar as propriedades mecânicas do material às especificações do produto final. Do ponto de vista científico, este estudo dará um suporte fundamental para a compreensão dos fenômenos simultâneos envolvidos nesse processo, transformando o conhecimento científico em tecnologia fundamental à indústria de transformação.

2.0. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. Transformações de Fase no Estado Sólido

2.1.1. Classificação e definição das transformações de fase

A maioria das transformações de fase que ocorrem no estado sólido são reações termicamente ativadas e dependem da diferença de energia livre entre as fases, podendo ocorrer em condições isotérmicas e anisotérmicas. Normalmente, as transformações de fase devido a mudanças de temperatura ocorrem pela passagem de uma fase metaestável para uma ou várias fases estáveis à temperatura requerida. Porter & Easterling (1992) dividiram os diferentes tipos de transformações de fase possíveis nos seguintes grupos: (a) reações de precipitação, (b) transformações eutetóides, (c) reações de ordenamento, (d) transformações de volume e (e) mudanças polimórficas.

- (a) Transformações por precipitação podem ser expressas em termos de reação da seguinte maneira:



onde, α' é uma solução sólida supersaturada metaestável, β é um precipitado estável ou metaestável, e α é uma solução sólida mais estável, de mesma estrutura cristalina que α' , mas com uma composição química mais próxima do equilíbrio.

- (b) Transformações eutetóides envolvem a substituição de uma fase estável em altas temperaturas (γ) por uma mistura mais estável de duas outras fases ($\alpha + \beta$), após o resfriamento, e pode ser expressa como:



Precipitação e transformações eutetóides envolvem a formação de fases com composições diferentes da matriz e, dessa forma, requerem difusão de longo alcance. Os tipos restantes de reação podem, todavia, proceder sem qualquer mudança de composição ou difusão de longo alcance.

- (c) As reações de ordenamento podem ser escritas simplesmente como:



- (d) Numa transformação de volume, a fase original se decompõe em uma ou mais novas fases as quais têm a mesma composição que a original, mas com diferentes estruturas cristalinas, onde pelo menos uma delas tem um fator de empacotamento diferente. Esse tipo de transformação pode ser escrita como:



onde, a nova fase pode ser estável, em elementos puros ou meta-estável em ligas.

- (e) Transformações polimórficas ocorrem em sistemas monofásicos quando diferentes estruturas cristalinas são estáveis em determinadas faixas de temperaturas. O maior exemplo, na metalurgia, desse tipo de transformação é a da estrutura CCC para a CFC do ferro.

Desconsiderando algumas pequenas exceções, as transformações difusionais em sólidos estão diretamente relacionadas a processos de nucleação e crescimento. A maioria dos processos de nucleação ocorre de forma heterogênea, no entanto, em alguns casos, a nucleação pode ser homogênea.

A transformação de fase por nucleação e crescimento é a transformação baseada na estabilidade e possibilidade de crescimento de um núcleo de uma nova fase numa matriz saturada de soluto para uma determinada temperatura (Ferreira, 2002). As regiões de mais alta energia, contendo defeitos como barreiras e contornos de grãos, constituem-se como substratos ou sítios preferenciais à nucleação. Nestes sítios, o soluto segregado tende a se adequar aos defeitos, ocupando as posições de rede de modo a reduzir localmente a energia e influenciar a forma na qual os núcleos vão se distribuir na matriz.

Admitindo-se que no interior dos grãos não existem defeitos, a nucleação é considerada homogênea quando ocorre no interior de uma única fase (estrutura cristalina) e na ausência de substrato (interface). Por outro lado, a nucleação é considerada heterogênea quando ocorre na presença de substrato.

2.1.2. Teoria da nucleação e crescimento

De acordo com Porter & Easterling (1992), admitindo-se que o núcleo tem uma forma esférica de raio r e é formado no interior de uma solução sólida supersaturada, tal como ilustrado na figura 2.1, a energia livre de deformação associada ao volume, durante a deformação, pode ser escrita da seguinte forma:

$$\Delta G_V = 4/3\pi r^3 (G_B - G_A) \quad \text{[equação 2.5]}$$

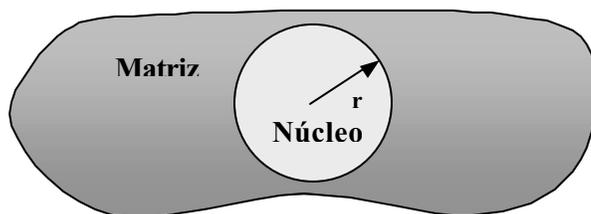


Figura 2.1. Núcleo de raio r em formação numa matriz.

De acordo com a equação 2.5, a condição termodinâmica para nucleação é a de que G_B seja menor G_A . Portanto, a curva $\Delta G_V \times r$ é uma parábola cúbica de concavidade voltada para baixo. Por outro lado, a energia livre associada à superfície é dada pela equação abaixo:

$$\Delta G_S = 4\pi r^2 \gamma_S \quad \text{[equação 2.6]}$$

Na equação 2.6, γ_S é a energia livre específica de superfície (interface). Como γ_S é sempre positiva, a curva $\Delta G_S \times r$ é uma parábola quadrática voltada para cima.

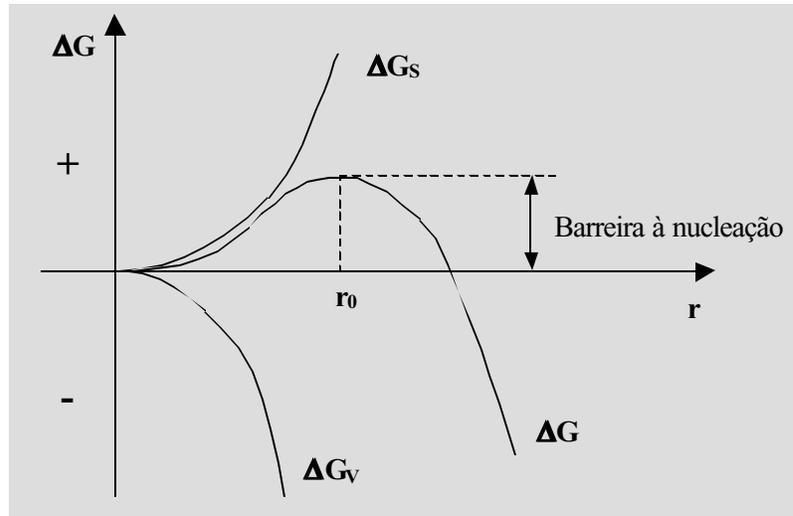


Figura 2.2. Diagrama esquemático $\Delta G \times r$ mostrando a influência das energias livres de superfície e de volume sobre o tamanho do raio crítico.

Durante a nucleação, estas duas componentes de energia livre devem ser somadas para a obtenção da energia livre total de formação do núcleo, como mostrado na equação 2.7.

$$\Delta G = \Delta G_V + \Delta G_S \quad [\text{equação 2.7}]$$

Traçando-se em separado as curvas de energia em função do raio e, em seguida, somando-se ponto a ponto os valores de ΔG_V e ΔG_S , obteremos uma nova curva ΔG como resultado desta soma, tal como mostrado anteriormente na figura 2.2.

Para valores de r menores que r_0 , os valores de ΔG_S são muito maiores, em módulo, que os valores de ΔG_V . Por outro lado, para valores de r maiores que r_0 , a situação se inverte, uma vez que o módulo de ΔG_V é maior que o módulo de ΔG_S . Se r_0 é um máximo, podemos então considerar que $\delta(\Delta G)/\delta r = 0$ e determinar o seu valor. Reescrevendo a equação 2.7 com a substituição dos valores de ΔG_V e ΔG_S teremos:

$$\Delta G = \frac{4}{3} \pi r^3 (G_B - G_A) + 4\pi r^2 \gamma_S \quad [\text{equação 2.8}]$$

Derivando-se a equação 2.8 em função de r e considerando que $r = r_0$ no ponto de máximo, teremos:

$$4\pi r_0 [(G_B - G_A) r_0 + 2 \gamma_S] = 0 \quad [\text{equação 2.9}]$$

Admitindo-se que r_0 é diferente de 0, podemos então considerar que:

$$(G_B - G_A) r_0 + 2 \gamma_S = 0 \quad [\text{equação 2.10}]$$

Dessa forma, r_0 pode ser expresso por:

$$r_0 = -2 \gamma_S / (G_B - G_A) \quad [\text{equação 2.11}]$$

Observa-se na figura 2.2 que no instante da nucleação o ΔG tende a crescer até um valor máximo e, depois, tende a diminuir continuamente à medida que o raio cresce. Com

base nestes resultados e em considerações termodinâmicas, podemos fazer algumas observações sobre a estabilidade do núcleo.

- (a) Se r é menor que r_0 , teremos $\delta(\Delta G)/\delta r > 0$, portanto, G_B é maior que G_A . Neste caso, com o aumento da energia livre do sistema o núcleo tenderá a desaparecer.
- (b) Se r é maior que r_0 , teremos $\delta(\Delta G)/\delta r < 0$, ou seja, G_B é menor que G_A . Neste caso, a redução da energia livre do sistema favorecerá a nucleação.

2.2. Deformação em Sólidos Policristalinos

2.2.1. Microestrutura heterogênea de policristais deformados

Em policristais, a natureza das mudanças estruturais devido à deformação e à forma da curva tensão-deformação, especialmente na fase inicial do encruamento, diferem grandemente daquelas encontradas para os monocristais. Por outro lado, as principais características das mudanças em monocristais na segunda e na terceira fase do encruamento são essencialmente iguais as dos policristais, conforme previsto por Seeger (1957).

As principais mudanças, segundo Honeycombe (1984), são resultantes do fato de que todo cristal, em um policristal, está orientado com relação à força externa aplicada de uma maneira diferente a do cristal adjacente, o qual está separado pelo contorno de grão. Então, até mesmo quando um policristal é submetido a tensões externas unidirecionais, estas assumem um caráter anisotrópico pelo papel desempenhado pelos contornos, ou seja, o deslizamento não começa simultaneamente em cristais individuais, processando-se ao longo de sistemas de deslizamento diferentemente orientados. Por conseguinte, mudanças dimensionais de vários cristais serão diferentes em várias direções, caracterizando a anisotropia. Por isso, a partir de forças externas, todo cristal sofre a ação de cristais vizinhos que geralmente têm uma orientação diferente. Para assegurar a integridade e a continuidade do material através dos contornos de grão, o deslizamento múltiplo deve ocorrer já nas fases iniciais da deformação.

A natureza e o resultado da influência de cristais adjacentes em um determinado cristal dependem apreciavelmente do tipo de contorno de grão e da habilidade deles de impedir o movimento das discordâncias.

Nos casos de deformação a frio, os contornos de grão são sempre mais resistentes (maior densidade de discordâncias) que o interior dos grãos. Já em altas temperaturas, quando há a contribuição de processos de difusão, as discordâncias escapam e voltam a deslizar livremente, diminuindo a resistência do contorno (Reed-Hill, 1982).

Na deformação a frio, a resistência dos contornos depende do ângulo de mesorientação e da densidade de discordâncias nos contornos. Chalmers e Clark (1954) demonstraram em bicristais de titânio e de alumínio que o limite elástico e o limite de resistência aumentam apreciavelmente (1,5 a 4 vezes) com o acréscimo no ângulo de mesorientação de aproximadamente 60° . Isso implica que os contornos de grão atuam como barreiras para movimento de discordâncias, causando o empilhamento destas. Todavia, isso não significa que a deformação cessa quando esta alcança um contorno de grão. O último pode ser, e usualmente é, o local de maior gradiente de deformação.

O gradiente de deformação tende a ser maior num grão de maior tamanho, principalmente para pequenos percentuais de deformação onde apenas as regiões próximas aos contornos são susceptíveis aos seus efeitos. Contrariamente, os grãos de menor tamanho são deformados mais homogeneamente, de modo que sempre apresentam um gradiente de deformação menor (Gorelik, 1981). Dessa forma, podemos dizer que materiais de fina granulometria suportam uma deformação a frio mais intensa que os de granulometria grosseira.

Uma natureza complexa do estado de tensões em vários grãos de um policristal explica porque alguns pesquisadores têm descoberto em policristais um grande número de sistemas de deslizamento em operação que normalmente não são observados em monocristais dos mesmos materiais. Boas e Ogilvie (1954) estudaram policristais de alumínio levemente deformados e detectaram seis sistemas de deslizamento em alguns grãos, referentes aos planos $\{111\}$, $\{100\}$ e $\{110\}$.

Considerando que diferentes sistemas de deslizamento podem ser operados em vários tamanhos de grão, os policristais exibem (muito mais freqüentemente que os monocristais) uma deformação não uniforme em vários volumes que causam dobramentos e várias rotações locais da rede, como maclação, bandas de deformação e microbandas. Estas estruturas específicas de policristais deformados são de fundamental importância para a compreensão dos mecanismos de recristalização.

2.2.2. Energia armazenada na deformação plástica

A maior parte da energia gasta no trabalho a frio se dissipa na forma de calor, mas uma fração finita é armazenada no metal como energia de deformação associada aos defeitos cristalinos criados pela deformação. De acordo com Hull & Bacon (1984), Swan (1963) e Keh & Weissman (1963), a quantidade de energia retida depende do processo de deformação e de outras variáveis, tais como composição química, estrutura cristalina do metal, energia de defeito de empilhamento, velocidade e temperatura de deformação. Alguns pesquisadores afirmam que a fração de energia armazenada no metal varia de baixas porcentagens até acima de 10%. Segundo Doherty (1974), de 2 a 10% da energia utilizada na deformação é armazenada no metal na forma de defeitos cristalinos, sendo que para altas deformações o percentual de energia armazenada tende ao limite inferior, como mostrado na figura 2.3.

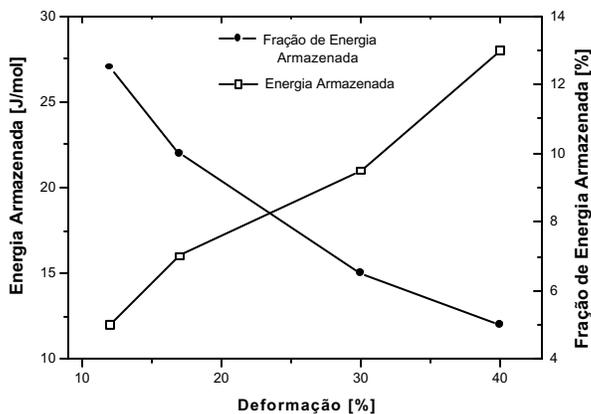


Figura 2.3. Energia armazenada no encruamento e fração da energia total de deformação em função da deformação (tração) para o cobre puro.

O máximo valor de energia armazenada, segundo o diagrama da figura 2.3, é somente 28 J/mol, que é a energia de deformação introduzida em um metal puro após uma deformação moderada (38%) à temperatura ambiente. A quantidade de energia armazenada pode crescer bastante pelo aumento da severidade da deformação, diminuição da temperatura de deformação e pela passagem de um metal puro para uma liga. É sabido que o encruamento aumenta muito o número de discordâncias em um metal. De acordo com Reed-Hill (1982), um metal recozido completamente tem uma densidade de discordâncias da ordem de 10^6 a 10^8 cm^{-2} e, quando fortemente encruado, pode ter aproximadamente 10^{12} . Conseqüentemente, a deformação a frio é capaz de aumentar o número de discordâncias de um metal de um fator da ordem de 10.000 a 1.000.000. Como cada discordância é um defeito cristalino com uma deformação do reticulado associada, o aumento da densidade de discordâncias torna maior a energia de deformação do metal.

Embora a deformação plástica aumente a entropia do metal, o efeito é pequeno quando comparado com o aumento da energia interna (energia de deformação armazenada). Dessa forma, o termo “ $- TS$ ” da equação da energia livre (equação 2.12) pode ser desprezado e, assim, o aumento de energia livre se relaciona diretamente com a energia armazenada. Portanto, considerando-se o sólido incompressível ($\Delta V = 0$),

$$G = E - TS \quad [\text{equação 2.12}]$$

torna-se

$$G = E \quad [\text{equação 2.13}]$$

onde G é a energia livre associada ao encruamento, E a energia interna ou de deformação armazenada, S o aumento de entropia devido ao encruamento e T a temperatura absoluta.

Como a energia livre dos metais encruados é maior que a dos recozidos, eles podem “amolecer” espontaneamente (envelhecer). Um metal normalmente não retorna à condição recozida por uma reação simples, dada a complexidade do estado encruado. Ocorrem várias reações, sendo o efeito global o de restauração de uma condição equivalente à apresentada pelo metal antes do encruamento. Muitas dessas reações envolve alguma forma de movimentação de átomos ou lacunas (difusão) e, principalmente, discordâncias, pois são termodinamicamente instáveis. Dessa forma, aquecendo-se o metal deformado, a velocidade de retorno ao estado “amolecido” aumenta consideravelmente (Reed-Hill, 1982).

Informações sobre a natureza das reações, que ocorrem quando um metal encruado retorna ao seu estado original, podem ser obtidas pelo estudo da liberação de energia armazenada. Dentre os diversos métodos para o acompanhamento do fenômeno, os mais recomendáveis são os calorimétricos observados ao longo dos recozimentos anisotérmico e isotérmico (Speyer, 1994).

2.2.3. A deformação produzida nas transformações de fase

As reações que ocorrem entre líquido e sólido ou sólido e sólido são chamadas de reações de sistemas condensados. O tipo mais simples possível em um sistema condensado é a segregação de soluto em uma liga. No entanto, em um caso mais geral, como na precipitação de uma nova fase em uma solução sólida monofásica, devemos considerar que a reação pode ser, em grande parte, controlada por difusão (Christian, 1975). Essa situação pode ocorrer quando o soluto, presente em uma concentração relativamente pequena, se ordena (segrega) pela matriz para haver crescimento do embrião.

Segundo a teoria clássica de nucleação e crescimento, não há variação de volume durante a reação. Entretanto, resultados experimentais mostram que, para a grande maioria das transformações de fase, a variação de volume não pode ser desprezada (Cahn, 1983). Durante a nucleação, a variação de volume pode, em parte, ser aniquilada por uma deformação plástica se as fases presentes forem suficientemente dúcteis, ou por uma deformação elástica se as referidas fases forem rígidas. Para se avaliar a extensão da deformação produzida pela variação de volume durante as transformações de fase é necessário conhecer-se a natureza das fases presentes na reação. Se a variação de volume é muito grande durante a nucleação, a deformação (δ) entre as duas fases poderá gerar interfaces coerentes ou incoerentes, dependendo da compatibilidade entre as estruturas cristalinas das fases matriz e produto. Diante da possibilidade da interface sofrer deformação, a formulação clássica do núcleo esférico torna-se inconsistente. Em sistemas condensados que envolvem reações no estado sólido, a energia de deformação é de grande importância, pois a formação de uma nova fase em um sólido normalmente produz algum tipo de deformação.

Como a energia superficial, a energia de deformação também se opõe à formação de um núcleo. Admite-se normalmente que a energia de deformação é proporcional ao volume do embrião e, portanto, ao número de átomos do embrião. Se isso for verdadeiro, segundo Becker & Doring (1935), a energia livre associada ao embrião pode ser expressa por:

$$\Delta G_n = n(\Delta g^{\alpha\beta} + \Delta g_\delta) + \eta\gamma n^{2/3} \quad [\text{equação 2.14}]$$

onde, Δg_δ é a energia livre de deformação por átomo, $\Delta g^{\alpha\beta}$ a diferença de energia livre entre um átomo na matriz (fase α) e no embrião (fase β), η o fator de forma, n o número de átomos do embrião e γ a energia livre superficial específica. Deve-se notar que $\Delta g^{\alpha\beta}$ é negativa enquanto que Δg_δ e γ são positivas. Se Δg_δ for menor, em valor absoluto, que $\Delta g^{\alpha\beta}$, ΔG_n deve decrescer com o aumento do número de átomos do embrião. Nessas condições, será possível a formação de um núcleo. Em geral, espera-se que Δg_δ seja bem menor para embriões coerentes. Quando a interface entre o embrião e a matriz é coerente, existe um ajuste perfeito entre os planos e direções através da interface que separa as duas estruturas. No entanto, essas características cristalográficas podem sofrer uma mudança de direção quando se cruza a interface. Como a energia total de deformação associada ao embrião tende a crescer com o seu tamanho, ele pode eventualmente perder sua coerência. Quando isso acontece, a interface que separa o embrião da matriz se torna incoerente, o que equivale a um contorno de grão de grande ângulo. A partícula sendo incoerente, Δg_δ aumenta consideravelmente. Há assim uma tendência para que as mudanças que ocorrem nos dois termos de energia se compensem quando uma partícula perde sua coerência. Dessa forma, quando o termo de energia de deformação aumenta, o termo de energia superficial diminui.

Deve-se mencionar que existe ainda um terceiro tipo de interface entre a matriz e a segunda fase, que é o contorno semicoerente, basicamente uma interface coerente contendo uma rede de discordâncias. Numa interface coerente, o desajuste entre as duas estruturas cristalinas é suficientemente pequeno para ser acomodado por deformações elásticas, mas, na interface semicoerente, ele é acomodado por discordâncias.

2.3. Recozimento

2.3.1. Recuperação e recristalização

Os mecanismos envolvidos na restauração da estrutura deformada pelos processos de conformação plástica de metais e ligas, os quais resultam em modificações nas propriedades físicas e mecânicas, devem ser discutidos com o intuito de ser entender e classificar os fenômenos envolvidos. Como esses mecanismos de restauração são, de uma forma geral, termicamente ativados, os materiais deformados devem ser aquecidos (recozidos) a fim de proporcionar a redução ou eliminação dos danos causados pela deformação.

O primeiro desses mecanismos é a recuperação. O termo recuperação engloba todas as mudanças microestruturais que não envolvem a migração de contornos de alto ângulo em estruturas previamente deformadas (Cahn, 1983). A estrutura deformada mantém sua identidade, enquanto a densidade e a distribuição de defeitos no cristal é alterada. Uma forma especial de recuperação ocorre quando tensões residuais de longo alcance resultantes do trabalho mecânico são removidas através do aquecimento do material.

Na recristalização, a orientação do cristal em qualquer região do material deformado é alterada, pelo menos uma vez, devido à passagem de um contorno de alto ângulo através da estrutura deformada. Durante a recristalização primária, uma população de novos grãos é nucleada geralmente nos contornos de grão. Estes núcleos, por sua vez, crescem às custas da estrutura deformada até consumi-la como um todo. Em seguida, os contornos de grão passam a migrar mais lentamente, caracterizando um terceiro estágio denominado de crescimento de grãos. Alguns grãos crescem a uma mesma taxa enquanto outros diminuem, em taxa

equivalente, até desaparecerem completamente. Todavia, as migrações podem estar restritas a um certo grupo de contornos, originando, dessa forma, o crescimento anormal de alguns grãos. A este estágio dá-se o nome de recristalização secundária.

O termo recuperação também é freqüentemente aplicado no sentido de restaurar as propriedades físicas e aliviar as tensões residuais, independente do mecanismo pelo qual a restauração ocorre. Dentre todos os processos que modificam a estrutura de metais e ligas deformados, a recristalização primária é o que reduz mais radicalmente a quantidade de energia armazenada na deformação. Isso ocorre devido a migração dos contornos de alto ângulo (recristalização primária) “varrendo” a microestrutura e eliminando defeitos cristalinos, reduzindo, portanto, a energia livre do sistema, como mostrado na figura 2.4 abaixo. Dessa forma, a energia livre de um metal encruado é maior que a de um metal recozido (recristalizado), cuja diferença (ΔG) é aproximadamente igual à energia de deformação armazenada (potencial termodinâmico ΔP). A redução da quantidade de energia de materiais deformados é a principal força motriz da recristalização primária.

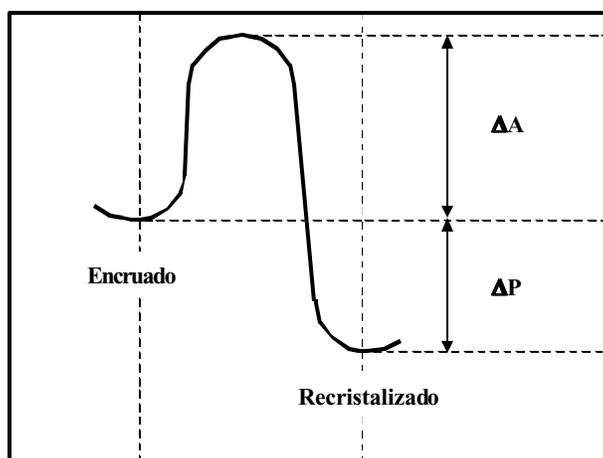


Figura 2.4. Redução da energia livre no processo de recristalização. ΔA é a energia de ativação e ΔP é o potencial termodinâmico para recristalização ($\Delta P = \Delta G$).

De acordo com Burke e Turnbull (1952), uma grande quantidade de experimentos e estudos envolvendo recristalização primária nos últimos setenta anos, podem ser resumidas em sete postulados abaixo discriminados:

1. uma quantidade mínima de deformação é necessária para iniciar a recristalização;
2. um pequeno grau de deformação requer uma alta temperatura para o início da recristalização;
3. um maior tempo de recozimento requer uma menor temperatura para recristalização;
4. o tamanho final do grão, depende fortemente do grau de deformação e fracamente da temperatura de recozimento. Quanto maior o grau de deformação e/ou menor a temperatura de recozimento, menor será o tamanho final do grão;
5. um maior tamanho de grão original requer uma quantidade maior de deformação a fim de proporcionar uma temperatura e um tempo de recristalização equivalentes;

6. uma grande quantidade de deformação é requerida a fim de proporcionar um encruamento equivalente com o aumento da temperatura de trabalho, exigindo, dessa forma, uma elevada temperatura de recozimento, a qual dará origem a um grão recristalizado grosseiro;
7. o aquecimento continuado após o término da recristalização causa crescimento de grão.

Esses postulados podem ser entendidos, de uma maneira geral, se eles forem examinados em termos das componentes do processo de recristalização primária, isto é, nucleação de novos grãos e seus crescimentos. Evidências metalográficas (Doherty et al, 1997) têm estabelecido que os núcleos são formados em regiões onde a concentração de discordâncias e o encruamento são grandes, ou seja, uma certa concentração local de energia elástica é requerida para formar o núcleo. Como o processo de nucleação é termicamente ativado, um longo tempo e uma alta temperatura de recozimento aumentam a probabilidade de produzir um núcleo, reduzindo, portanto, o limiar de deformação.

O tamanho de grão depende do balanço entre a nucleação e a taxa de crescimento. Normalmente, enquanto a taxa de nucleação cresce com o aumento do encruamento, a de crescimento aumenta com a temperatura. No que diz respeito aos contornos e ao tamanho grão, mais núcleos são formados nos contornos ou próximo a eles, portanto, em policristais quanto maior for a área de contornos, maior a taxa de nucleação. O processo de recristalização de metais e ligas deformadas é de grande importância no processamento de ligas metálicas por duas razões. A primeira é por restaurar a ductilidade do material previamente encruado pela deformação a frio e, a segunda, é por controlar a estrutura dos grãos do produto final. Em metais como aço, titânio e cobalto, que sofrem transformação alotrópica no resfriamento, a estrutura do grão é diretamente modificada pelo controle da transformação de fase. Para outras ligas metálicas, especialmente aquelas a base de cobre, níquel e alumínio, a recristalização após a deformação é o único método para produzir uma estrutura de grãos completamente nova, com uma modificação no tamanho, forma e, em particular, na orientação média ou textura de grão. O assunto tem sido bem abordado recentemente em uma longa revisão na monografia de Humphreys & Hatherly (1995) e por outros autores em um volume editado por Haessner (1978).

Embora exista uma grande quantidade de conhecimentos empíricos sobre as microestruturas que podem ser desenvolvidas durante o processamento industrial, a habilidade para produzir novas microestruturas ideais para diferentes aplicações é muito limitada. Portanto, para melhorar o controle sobre o processo de recristalização é necessário aumentar a compreensão científica sobre esse assunto.

Durante a deformação energia é armazenada no material, principalmente na forma de discordâncias. Essa energia é liberada em três importantes processos: recuperação, recristalização e crescimento de grão. A definição usual, postulada por Doherty et al (1988), é a de que recristalização é a formação e migração de contornos de grão de alto ângulo movidos pela energia armazenada durante a deformação. Nessa definição, recuperação inclui todos os processos de liberação de energia armazenada que não requer o movimento de contornos de grão de alto ângulo. Tipicamente, o processo de recuperação envolve o rearranjo de discordâncias a fim de diminuir sua energia livre, por exemplo, pela formação de contornos de baixos ângulos (contornos de subgrãos). De acordo com Novikov (1996) e Martin et al (1997), o crescimento de grãos se dá pelo aumento no tamanho médio dos grãos através da diminuição da área de contornos de grão. O crescimento de grãos pode ser “normal”, onde o principal mecanismo é o simples desaparecimento de pequenos grãos, ou “anormal”, que envolve o crescimento acima da média de alguns grãos em detrimento dos outros.

2.3.2. Mecanismos de recristalização

Os mecanismos de recristalização estão associados ao rearranjo de discordâncias de modo a formar uma região livre de defeitos nucleada junto a um contorno de alto ângulo. Por sua alta mobilidade, a fronteira é capaz de migrar rapidamente sobre a matriz encruada, deixando atrás de si uma região livre de deformação.

Bollmann (1959) mostrou que a teoria clássica de nucleação homogênea não é aplicável no caso da recristalização, devido ao baixo potencial termodinâmico para a transformação quando comparado, por exemplo, aos valores do potencial para solidificação ou precipitação no estado sólido. Além disso, a energia interfacial dos contornos de grão é alta se comparada com as energias interfaciais das outras reações.

Trabalhos recentes têm provado a validade de duas teorias, uma baseada no processo de migração de contornos de alto ângulo induzida por deformação e outra, baseada na coalescência de subgrãos vizinhos.

2.3.3. Migração de contornos de alto ângulo

Este modelo foi originalmente proposto por Beck e Sperry (1950), a partir de observações em microscopia óptica e posteriormente estudado através de microscopia eletrônica de transmissão por diversos autores. Quando há a formação de uma região livre de defeitos circundada por um contorno de alto ângulo, a recristalização prossegue por crescimento desse núcleo sobre a matriz encruada. Em condições isotérmicas, a recristalização primária geralmente apresenta um tempo de incubação, associado ao processo lento de formação do núcleo (Beck, 1954). A ausência do período de incubação está normalmente relacionada à nucleação do tipo migração de contornos pré-existent, não havendo neste caso, a necessidade de tempo para a formação de um contorno com alta mobilidade (Christian, 1975). O crescimento das regiões recristalizadas pela migração de contornos de alto ângulo continua até que os grãos recristalizados se toquem mutuamente, ou seja, quando as frentes de reação (recristalização) se encontram. Frequentemente, a distribuição das regiões recristalizadas é heterogênea e as frentes de reação começam a tocar-se mutuamente já para baixas frações volumétricas recristalizadas.

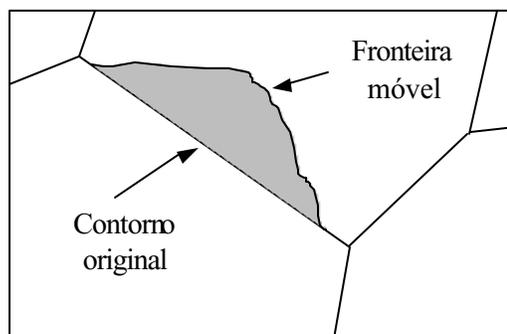


Figura 2.5. Representação esquemática da migração de contorno de grão induzida por deformação. O contorno se move no sentido de afastamento do seu centro de curvatura.

2.3.4. Nucleação por coalescimento de subgrãos

O coalescimento é um mecanismo que promove crescimento de subgrão, eliminação de subcontornos (diminuindo a energia armazenada) e alteração das diferenças de orientação entre o grupo que sofreu coalescimento e os subgrãos vizinhos. O aumento dessas diferenças de orientação leva ao aparecimento de um contorno de grande ângulo capaz de migrar com grande velocidade, constituindo um núcleo de recristalização. Este modelo foi postulado por Smith (1948) e estudado posteriormente por Hu (1963). Em observações por microscopia eletrônica de transmissão realizadas por Jones et al em 1979, foi mostrada a ocorrência de

coalescimento de subgrão em alumínio. O mecanismo consiste em coalescimento de dois subgrãos vizinhos o que equivale a uma rotação, normalmente inferior a 2° , tornando seus reticulados cristalinos coincidentes, como mostrado esquematicamente a seguir.

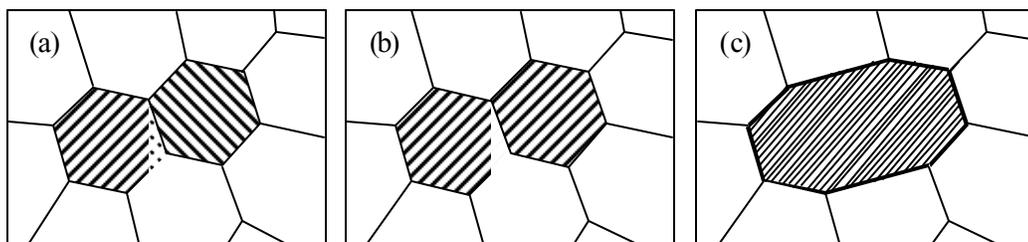


Figura 2.6. Representação esquemática da formação de um grão recristalizado pelo coalescimento de dois subgrãos. (a) estrutura original antes do coalescimento; (b) rotação de um dos subgrãos e (c) estrutura final após migração de subcontornos. As linhas espessas (c) indicam contornos de alto ângulo.

2.3.5. Nucleação de precipitados de soluções sólidas supersaturadas

O mecanismo de nucleação de precipitados de soluções sólidas supersaturadas é de considerável importância visto que este determina a escala de dispersão dos precipitados, fator mais importante na determinação das propriedades das ligas tratadas a quente. De acordo com Embury & Nicholson (1965), a supersaturação de soluto não é o principal fator controlador da nucleação, porque:

- (a) nas ligas supersaturadas o grau de dispersão dos precipitados é bastante diferente;
- (b) após um tratamento a quente, o grau de dispersão dos precipitados em qualquer liga é altamente heterogêneo;
- (c) o grau de dispersão dos precipitados em muitas ligas é sensível à taxa de resfriamento, à taxa de aquecimento até a temperatura de envelhecimento e à presença de elementos de liga.

Embury & Nicholson (1963), num trabalho preliminar, sugerem que as lacunas são muito importantes na nucleação de precipitados. Após o resfriamento, uma liga típica de alumínio tem uma supersaturação de lacunas da ordem de 10^{10} , ou seja, bem maior que a supersaturação de soluto. O excesso de lacunas tende a precipitar como laços de discordâncias e como pequenos agrupamentos.

2.3.6. O efeito de partículas de segunda fase na recristalização

A importância do efeito de partículas de segunda-fase na recristalização se deve, principalmente, a três fatores: (a) a maioria das ligas industriais contém partículas de segunda-fase; (b) tais partículas têm uma influência forte na cinética de recristalização, na microestrutura e na textura do material e (c) por combinação de elementos de liga e processamento termomecânico, é possível controlar a distribuição de partículas de segunda-fase na microestrutura com relativa precisão.

Em uma liga contendo precipitados, o comportamento quanto à deformação e recristalização depende fundamentalmente de dois parâmetros: o diâmetro médio das partículas e o espaçamento interpartículas. Os efeitos das partículas na recristalização são complexos. As partículas afetam a deformação da microestrutura e a textura através do aumento da densidade de discordâncias e da produção de grandes heterogeneidades de

deformação para partículas grosseiras durante deformação. Durante o recozimento, o efeito primário de partículas de curto espaçamento é de fixar contornos de grão (“Zener pinning”), mas, para partículas grosseiras, as heterogeneidades de deformação podem ser locais aos quais origina a recristalização (nucleação estimulada por partículas ou PSN). De acordo com Mandal & Baker (1996), os efeitos de partículas indeformáveis na recristalização primária podem ser divididos em três categorias distintas, baseadas nos tamanhos das partículas e no espaçamento interparticular, são elas:

partículas com diâmetro < 25 nm e espaçamento interparticular < 8 nm: materiais com parâmetros dispersos neste regime revelam um retardo na recristalização, como primeiramente reportado por Arkel & Burgers (1930). O retardo é devido à fixação dos contornos de subgrãos pelas partículas, retardando então o crescimento e a mobilidade dos subgrãos, os quais atuam como núcleo para recristalização;

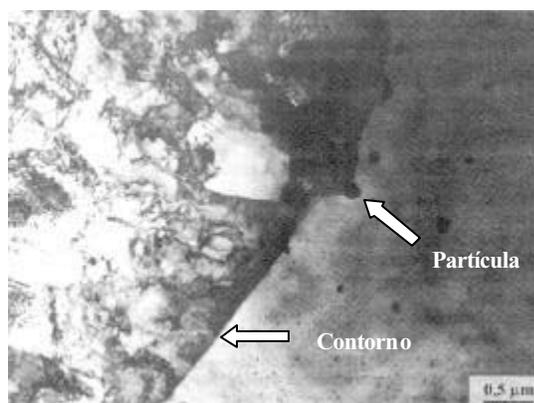


Figura 2.7. Efeito retardador de partículas sobre um contorno de alto ângulo durante a recristalização (MET).

partículas com diâmetro > 1 μm e espaçamento $> 0,3$ μm : a causa da aceleração da recristalização nos materiais com dispersão característica deste regime está na nucleação estimulada por partículas (PSN), como demonstrado por Humphreys (1977). PSN está associada com a rotação da rede local que ocorre ao redor de grandes partículas, gerando uma deformação acentuada nas vizinhanças dos precipitados, como mostrado esquematicamente na figura a seguir:

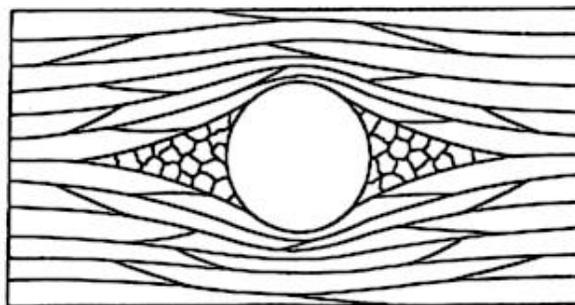


Figura 2.8. Estrutura de subgrãos esquemática ao redor de uma partícula grosseira de um material altamente deformado.

a rotação da rede local é grande para grandes partículas e aumenta com o acréscimo da deformação. Todavia, PSN também pode ocorrer para partículas pequenas desde que a deformação seja grande. A nucleação e a cinética de recristalização são favorecidas nessas regiões devido à alta desorientação no reticulado. A aceleração da recristalização está associada com o aumento da taxa de nucleação. Se o espaçamento interpartículas for suficientemente grande de modo a não interferir na movimentação de subcontornos e na formação do núcleo, o aumento da fração volumétrica das partículas causa um aumento na taxa de nucleação e, conseqüentemente, a aceleração da recristalização.

partículas com diâmetro entre 25 nm e 1 μm : Doherty & Martin (1963) primeiro demonstraram que tanto a aceleração como o retardo da recristalização podem ocorrer num mesmo sistema contendo partículas, como, por exemplo, a liga Al-Cu com precipitados $\theta\text{-CuAl}_2$. Para este caso, a aceleração foi atribuída ao forte encruamento da liga, o qual levou a uma alta energia armazenada no trabalho a frio e, por conseqüência, uma grande força motriz para recristalização. Já o atraso, foi atribuído à fixação (ancoramento) dos contornos de subgrãos, dificultando a nucleação. A figura abaixo mostra que a cinética de recristalização é dependente do espaçamento interpartículas das ligas estudadas.

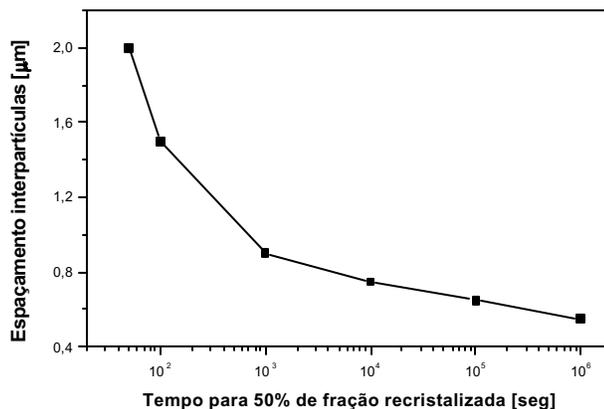


Figura 2.9. Influência de uma dispersão de partículas na recristalização em liga Al + CuAl_2 . Variação do tempo para 50% da recristalização em função do espaçamento interpartículas.

Estudos sobre o comportamento da recristalização de ligas de alumínio contendo partículas têm revelado que, sob certas condições, uma subestrutura deformada é capaz de se transformar em uma estrutura de grãos recristalizados na ausência de nucleação e crescimento – recristalização contínua (CRX). De acordo com Oscarsson et al (1993), sob um aspecto prático, os grãos muito finos obtidos pela CRX proporcionam uma ótima combinação de resistência e formabilidade. Além disso, já que a taxa de amolecimento se encontra além do intervalo de temperatura correspondente à recristalização descontínua (DRX), o processo de recozimento pode ser mais precisamente controlado na prática comercial. Segundo Davies et al (1998), até então existem duas diferentes explicações para a ocorrência da recristalização contínua. A primeira explicação, que é a mais comumente aceita das duas, associa a

recristalização contínua com a presença de uma distribuição de partículas de segunda fase na subestrutura ou a precipitação de partículas de segunda fase durante o recozimento após a laminação a frio. Este mecanismo é visto como o ancoramento dos subcontornos devido às pequenas partículas a baixas temperaturas de recozimento e seus subseqüentes crescimentos em altas temperaturas, habilitando (liberando) o crescimento via migração de contornos de alto e baixo ângulos. Sob essas condições, a taxa de crescimento de subgrãos é controlada pela taxa de crescimento das partículas.

A segunda teoria sugere que a natureza da CRX depende da relativa proporção de contornos de alto e baixo ângulo presentes na subestrutura deformada. Tem sido demonstrado (Oscarsson et al, 1994) na liga Al-Fe-Si que durante a laminação a frio o tamanho dos grãos diminui na proporção em que a espessura da chapa é reduzida. Sob tais condições, é inevitável que o tamanho médio dos grãos seja então igual ao tamanho médio dos subgrãos para grandes reduções, não restando subgrãos, uma vez que todos os contornos são, agora, predominantemente de alto ângulo.

2.4. Textura

2.4.1. Desenvolvimento da textura de deformação e de recristalização

Cada grão em um agregado policristalino tem orientação cristalográfica diferente de seus vizinhos. As diferenças são normalmente da ordem de dezenas de graus. De um modo em geral, as orientações dos grãos podem estar distribuídas de forma aleatória ou concentradas, em maior ou menor grau, segundo uma determinada orientação particular. Nesta última condição, o agregado policristalino apresenta uma orientação preferencial ou textura. Portanto, de acordo com Cullity (1978), a textura pode ser definida como uma condição na qual a distribuição de orientações não é aleatória.

A textura pode se desenvolver em um metal ou liga durante uma operação de processamento, tais como fundição, conformação mecânica e recozimento. Em peças fundidas, os grãos alongados na zona colunar apresentam forte orientação preferencial, enquanto que, os grãos da zona central (equiaxial) apresentam distribuição aleatória.

Na conformação mecânica, a deformação plástica ocorre principalmente por deslizamento de determinados planos cristalinos. Nesse processo, o reticulado sofre rotação, por deslizamento de planos ou por maclação, para orientações mais favoráveis, estabelecendo a chamada textura de deformação. A textura final depende principalmente da orientação inicial dos grãos antes da deformação, da mudança de forma imposta na conformação e da temperatura em que o material foi deformado. Esta teoria foi desenvolvida mais consistentemente por W. G. Burgers. Ele sugeriu vários possíveis mecanismos de nucleação orientados com base nos conceitos de discordâncias.

Quando o material deformado é recozido pode ocorrer recuperação e/ou recristalização, dependendo do tempo e da temperatura de recozimento. Geralmente, o recozimento em baixas temperaturas causa apenas recuperação e pequena ou nenhuma modificação da textura. Recozimento em temperaturas mais elevadas causa freqüentemente recristalização e o aparecimento de uma nova textura, normalmente diferente da textura de deformação. Essa nova textura é denominada textura de recristalização.

Em temperaturas ainda mais altas, pode ocorrer, durante o recozimento e após a recristalização, o crescimento exagerado de grãos ou recristalização secundária. A textura resultante neste caso é geralmente diferente das texturas de deformação e de recristalização.

Existem dois tipos principais de textura segundo Cullity (1978): a textura de fibra e a textura de chapa. A figura abaixo ilustra esses dois tipos de textura.

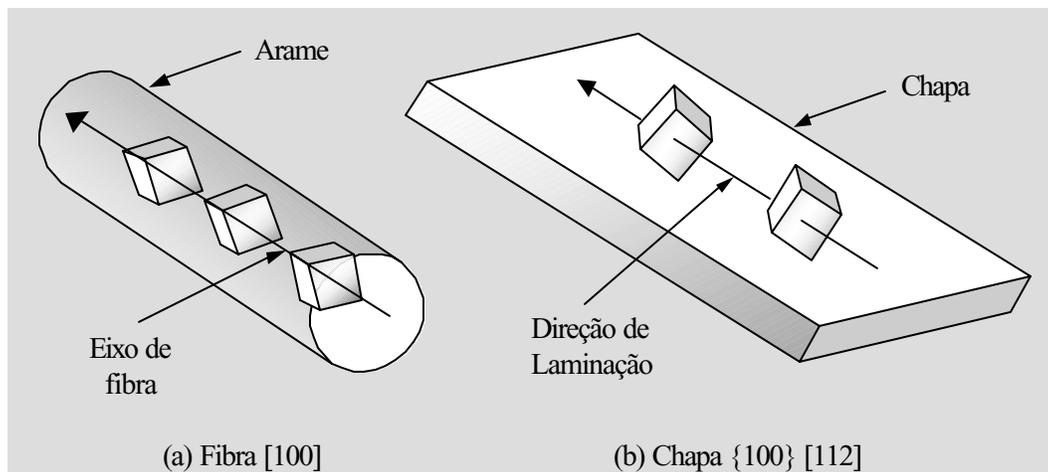


Figura 2.10. Ilustração esquemática da textura de fibra em um arame (a) e da textura de chapa em uma chapa (b). As posições das diferentes células unitárias representam as orientações dos diferentes grãos.

Os grãos em um arame estão orientados de maneira tal que a mesma direção cristalográfica $[uvw]$ na maioria dos grãos está paralela ou quase paralela ao eixo do arame. A textura em fibra é esperada em materiais que foram conformados por processos em que as forças têm simetria rotacional com relação a um eixo, tais como fios ou barras conformadas por trefilação, forjamento rotativo ou extrusão.

A textura de chapa é tal que a maioria dos grãos está orientada com um determinado plano cristalográfico (hkl) , aproximadamente paralelo ao plano da superfície da chapa, e com uma determinada direção $[uvw]$ do plano (hkl) , aproximadamente paralela à direção de laminação. Dessa forma, a orientação dos grãos na chapa é fixada com relação aos eixos da chapa, isto é, não existe neste caso a liberdade rotacional de orientação como no caso da textura de fibra. É interessante destacar que a ocorrência de textura de chapa não está restrita a chapas laminadas e pode ocorrer em tubos extrudados e arames achatados.

Três tipos de textura de recristalização são freqüentemente mencionadas na literatura para chapas laminadas de materiais CFC: (a) textura cúbica $\{100\}$ $[001]$, (b) textura retida da deformação e (c) textura ao acaso. De acordo com Gorelik (1981), a formação da textura cúbica é geralmente associada com a ocorrência de nucleação em bandas de deformação ou bandas de transição, enquanto a textura retida da deformação é atribuída à ocorrência do mecanismo de migração de contornos induzida por deformação. O desaparecimento de componentes de textura após a recristalização pode, segundo Mandal & Baker (1997), resultar da nucleação da recristalização ao redor de partículas de precipitados.

As mudanças na textura (orientação) que ocorrem durante o processo de recristalização podem ser drásticas no sentido de que, em alguns casos, uma textura de deformação pode ser substituída por uma textura completamente nova. A substituição de uma textura de deformação por uma de recristalização está consistente com o entendimento de recristalização como sendo um processo de nucleação e crescimento; novos grãos com (possivelmente) novas orientações crescem na estrutura deformada, eliminando o trabalho (energia) armazenado na deformação plástica. A ocorrência, ou não, de mudanças na textura foram investigadas e relatadas por Lüke (1984) para cada parâmetro como composição da liga, nível de deformação e temperatura de deformação. A mais notável característica das evidências experimentais é, todavia, a ausência de sensibilidade (de desenvolvimento de textura) para as condições de recozimento e a forte dependência da deformação plástica.

Como em uma transformação de fase no estado sólido, o crescimento de grãos recristalizados pode levar a mudanças drásticas na microestrutura e na textura. Uma importante característica dessa transformação de fase, todavia, é que não há necessariamente qualquer relação de orientação entre o material deformado e o recristalizado. Relações de orientação aproximadas foram utilizadas por Ray et al (1994) nas previsões (simulações) quantitativas de texturas de recristalização com relativo sucesso. Na prática, o modelamento da evolução da textura durante a recristalização requer que só algumas variantes sejam avaliadas. Embora várias hipóteses tenham sido levantadas mais adiante, a validade destas aproximações leva a contestações devido às heterogeneidades do processo (Hutchinson et al, 1995).

A recristalização nem sempre leva a mudanças na textura, porém, essa será modificada apenas quando grandes quantidades (frações) de partículas de segunda fase e contornos embarreirados estiverem presentes. Estudos de mudança de textura durante a recristalização têm se concentrado na recristalização estática. No entanto, trabalhos recentes envolvendo testes de torção a quente de aços livre de interstícios, como o de Baczynski et al (1997), têm mostrado que texturas definitivas podem ser desenvolvidas durante a recristalização dinâmica (deformação à quente).

2.4.2. Conseqüências da textura

Todo policristal é anisotrópico em alguma ou algumas de suas propriedades. O controle da textura em policristais é importante, pois é uma maneira de utilizar as propriedades físicas e/ou mecânicas em determinadas direções.

Várias texturas são encontradas em um grande número de metais e ligas como conseqüência dos vários processos de fabricação. Para a laminação de uma liga de alumínio, por exemplo, foi encontrado um elevado grau de anisotropia no que diz respeito às propriedades mecânicas (limite de escoamento e alongamento) nas direções longitudinal e transversal à deformação. Dependendo da propriedade, algumas texturas são desejáveis e outras não.

Na grande maioria dos metais e ligas é possível variar a textura por meio de deformação, recristalização ou crescimento de grão. Os diferentes processos de conformação podem impor diferentes texturas e, além disso, combinando-se diferentes processos de conformação pode-se obter texturas diferentes daquelas obtidas utilizando um único processo.

2.4.3. Texturas especiais na recristalização

Hutchinson (1974) publicou uma revisão envolvendo as características básicas das texturas de recristalização em metais CFC e CCC. De acordo com Hutchinson (1994), a maior parte dos interesses em aços está voltada à laminação a quente e à estampagem profunda de aços baixo carbono. Nestes casos, a exigência tecnológica visa, geralmente, maximizar os componentes $\{111\}$ do fibramento (textura). O componente $\{111\}$ possui um alto fator de Taylor para a textura padrão de metais CCC laminados, portanto, alta energia armazenada. Se a nucleação ocorre com maior intensidade em regiões de alta energia armazenada, por analogia para metais CFC, espera-se que a componente $\{111\}$ seja mais rapidamente consumida durante a recristalização pelos outros componentes.

2.5. A Cinética das Transformações de Fase

2.5.1. Determinação da fração transformada

A fração transformada instantânea pode ser definida como sendo a razão entre o volume da fase produto e volume total de fases presentes, incluindo-se a matriz, no instante

considerado (Ferreira, 2001). Se considerarmos que as áreas de diferentes fases presentes numa microestrutura são proporcionais aos seus respectivos volumes, então, várias técnicas experimentais, diretas e indiretas, podem ser utilizadas para se medir a fração transformada a partir desta microestrutura. Como exemplo de técnica direta, temos a análise de imagens que utiliza uma seqüência de imagens, reproduzidas durante o experimento. Cada imagem da seqüência contém uma informação sobre a fração transformada $Y(T)$ instantânea, relativa ao tempo em que foi obtida. Deste modo, a cinética da transformação pode ser estabelecida em função desta seqüência.

Como exemplo de técnicas indiretas para se medir fração transformada temos a difração de raios-x, considerada a mais importante e precisa, a análise térmica diferencial de varredura e a resistividade. Para o caso específico da recristalização, qualquer variação de uma propriedade mecânica, como a dureza, o alongamento e a tensão de escoamento, pode ser associada a uma variação da fração recristalizada (Ferreira, 2001). Existe sempre uma relação biunívoca entre a variação da propriedade considerada e a fração recristalizada.

Dessa forma, seja qual for a técnica utilizada para determinação da fração recristalizada, uma sucessão de pontos $(Y(T), t)$ possibilita a construção de um diagrama $Y(t)$ x t que mostra a evolução da transformação em função do tempo. O domínio I da figura a seguir corresponde ao período de incubação da transformação, o domínio II, ao período de aceleração e, o domínio III, ao período de desaceleração. Conhecendo-se a equação de $Y(t)$, a velocidade da transformação, para qualquer instante, será dada pela tangente à curva, ou seja, $dY(t)/dt$.

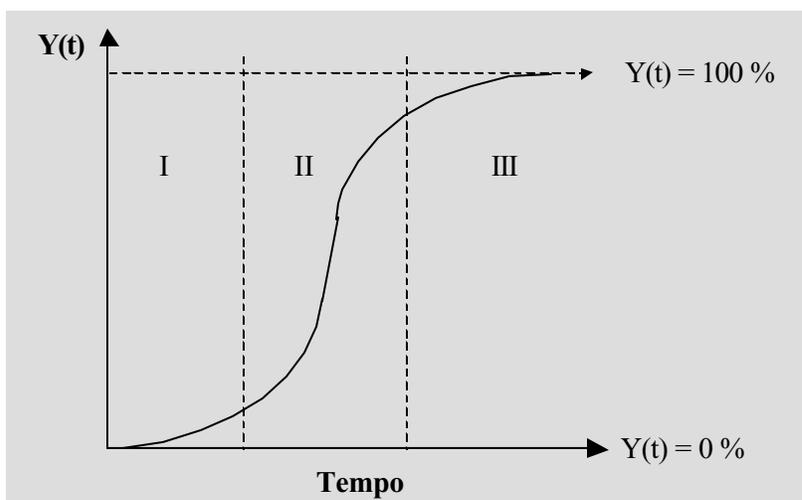


Figura 2.11. Diagrama da fração transformada em função do tempo.

2.5.2. A cinética empírica das reações heterogêneas

A cinética de transformação de fase de sistemas heterogêneos é, normalmente, muito complexa para ser tratada analiticamente. Daí a necessidade de se recorrer a métodos empíricos para o estudo de alguns casos (Ferreira, 2002). A equação 5.1 descreve grande parte das transformações isotérmicas nos metais e pode descrever a cinética de um grande número de sistemas a partir do ajuste dos parâmetros K , n e t à curva experimental.

$$\frac{dy}{dt} = K^n t^{n-1} (1 - y) \quad [\text{equação 2.15}]$$

Na equação anterior, K e n são constantes independentes de Y e de t, para a temperatura considerada. O fator (1-y) é considerado o freio da transformação. Feitas as considerações necessárias, integrando-se a equação acima, considerando a temperatura constante durante a transformação, obtemos:

$$\ln \frac{1}{(1-y)} = (kt)^n \quad [\text{equação 2.15}]$$

Na equação 2.15, o fator 1/n foi incluído na nova constante K. Colocando-se esta equação na sua forma exponencial, teremos:

$$y = 1 - \exp[-(kt)^n] \quad [\text{equação 2.16}]$$

A equação 2.16 é denominada de equação de Johnson-Mehl-Avrami e se aplica não apenas às equações autocatalíticas, mas a um grande número de reações no estado sólido. Várias outras equações empíricas foram usadas por pesquisadores para estudo das transformações de fase, tais como a equação 2.17 formulada por Zener para o estudo de transformações de fase em materiais metálicos e cerâmicos (Cahn, 1983).

$$y = 1 - \exp[-kt^n] \quad [\text{equação 2.17}]$$

A equação de Zener, apesar de descrever muito bem as reações no estado sólido de certos materiais, apresenta uma dificuldade na sua utilização. As dimensões de K e t são diferentes. Assim, as energias de ativação, calculadas a partir de variações destas constantes com a temperatura, não podem ser comparadas com os valores calculados a partir de constantes com dimensões $[t^{-1}]$. Por esta dificuldade, a equação 2.16 é utilizada com muito mais freqüência. Na equação de Johnson-Mehl-Avrami, os valores do expoente n e da constante K são parâmetros empíricos que descrevem com boa aproximação a cinética de uma transformação isotérmica.

2.5.3. A Cinética de Recristalização

As discordâncias são mecanicamente estáveis e, por isso, um material pode permanecer encruado por um longo período de tempo, desde que sua temperatura não ultrapasse certos limites. Por outro lado, as discordâncias são termodinamicamente instáveis de modo que, quando aquecido, um material deformado pode ter suas desbloqueadas. O processo é termicamente ativado, uma vez que a elevação da temperatura aumenta a força motriz entre os estados deformado e não-deformado, favorecendo a recristalização. A recristalização pode ser entendida como uma transformação de fase numa solução sólida heterogênea, que ocorre por nucleação e crescimento, podendo sua cinética ser descrita por uma equação do tipo Johnson-Mehl-Avrami ou Zener.

Diante da impossibilidade de se quantificar a recristalização através de imagens obtidas a partir da microestrutura, torna-se necessário o emprego de métodos indiretos. Nestes métodos indiretos, a fração recristalizada deve ser associada ao valor de uma propriedade mecânica que se modifica no decorrer da recristalização (Ferreira, 2002). Se o valor da propriedade diminui com o aumento da fração recristalizada, então seu valor máximo (V_{\max}) deve corresponder a 0 % da fração recristalizada e, o valor mínimo (V_{\min}), a 100 % da fração recristalizada. A escala de tempo não é alterada. A figura 2.12 ilustra o modo como esta correspondência deve ser feita.

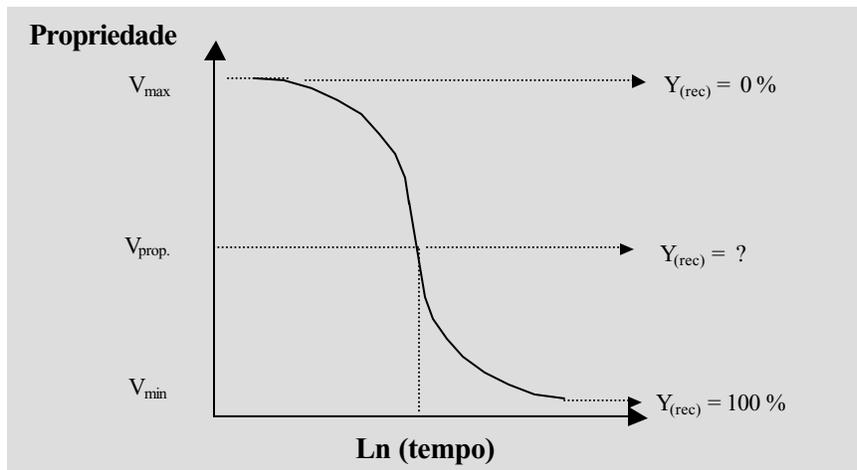


Figura 2.12. Variação de uma propriedade durante a recristalização.

Através de uma relação algébrica como a tipo mostrado na equação 2.15, um valor numérico de uma propriedade (V_{prop}) pode ser transformado num número fracionário equivalente à fração recristalizada (Y_{rec}). Após a transformação dos valores, realizada ponto-a-ponto, a curva da fração recristalizada em função do tempo pode ser levantada e a cinética de recristalização pode ser conhecida.

$$Y_{rec} = 1 - \frac{V_{prop} - V_{min}}{V_{max} - V_{min}} \quad [\text{equação 2.18}]$$

Várias técnicas experimentais, diretas e indiretas, podem ser utilizadas para a determinação da fração recristalizada em metais previamente deformados. Woldt e Juul Jensen, num trabalho publicado em 1995, compararam seis técnicas diferentes no acompanhamento da recristalização em amostras de cobre. Foram utilizadas calorimetria, espalhamento de elétrons (electron backscattering pattern - EBSP), micro e macrodureza, orientação de contraste em microscopia eletrônica de varredura e difração de nêutrons. Neste caso, observou-se que cinco dessas técnicas revelaram a mesma cinética, com suas respectivas precisões, enquanto que, a difração de nêutrons indicou uma recristalização mais acelerada.

Outros métodos indiretos podem ser utilizados na determinação da fração recristalizada, tais como o alongamento, a tensão de escoamento, a resistividade elétrica e a difração de raios-x.

2.5.4. Energia de ativação e fator de frequência

No estado sólido, toda transformação de fase pode ser pensada como um processo termicamente ativado, sejam elas homogêneas ou heterogêneas. Sendo assim, a energia de ativação empírica E_A pode ser determinada facilmente (Krüger & Woldt, 1992). Tomando como exemplo uma evolução segundo J-M-A, se a fração transformada for obtida experimentalmente, os valores de K e n podem ser determinados a partir da equação 2.19.

$$y = 1 - \exp[-(kt)^n] \quad [\text{equação 2.19}]$$

Aplicando-se o logaritmo natural a ambos os membros, teremos:

$$\ln(1 - y) = -(kt)^n \quad [\text{equação 2.20}]$$

Aplicando-se mais uma vez o logaritmo natural a ambos os termos, teremos:

$$\ln[-\ln(1 - y)] = n \ln K + n \ln t \quad [\text{equação 2.21}]$$

Traçando-se um diagrama $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(t)$, obteremos uma reta cuja declividade é igual ao expoente n e sua interseção com o eixo $\ln[-\ln(1-y)]$ é igual a $n \ln(K)$.

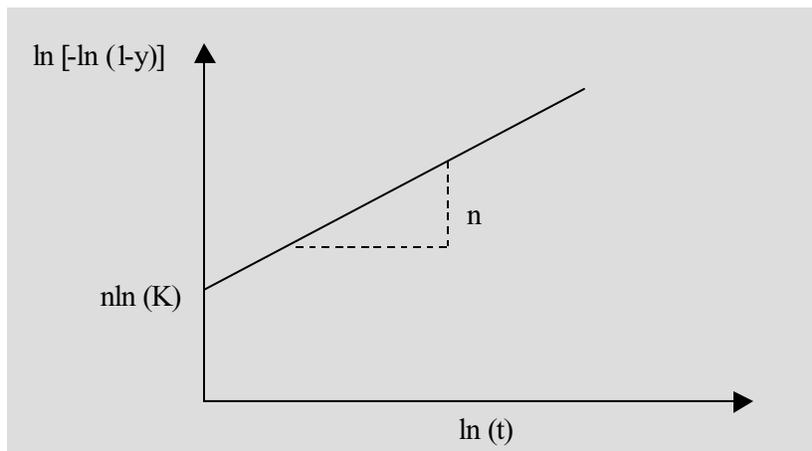


Figura 2.13. Diagrama $\ln[-\ln(1-y)]$ x $\ln(t)$ para determinação dos parâmetros de J-M-A.

Conhecidos os valores de K para pelo menos três temperaturas, a energia de ativação empírica pode ser determinada. Admitindo-se que o processo é termicamente ativado, podemos dizer que:

$$K = A_A \exp\left[-\frac{E_A}{RT}\right] \quad [\text{equação 2.22}]$$

Na equação 2.22, A_A é o fator de frequência, E_A é a energia de ativação empírica da transformação, R é a constante dos gases e T é a temperatura absoluta. Aplicando o logaritmo natural a ambos os membros, teremos:

$$\ln K = \ln A_A - \frac{E_A}{RT} \quad [\text{equação 2.23}]$$

Traçando-se o diagrama $\ln(K)$ versus $1/T$, como mostrado na figura 2.14, obteremos uma reta cuja declividade é igual a E_A/R e sua interseção com o eixo $\ln(K)$ é igual a $\ln(A_A)$.

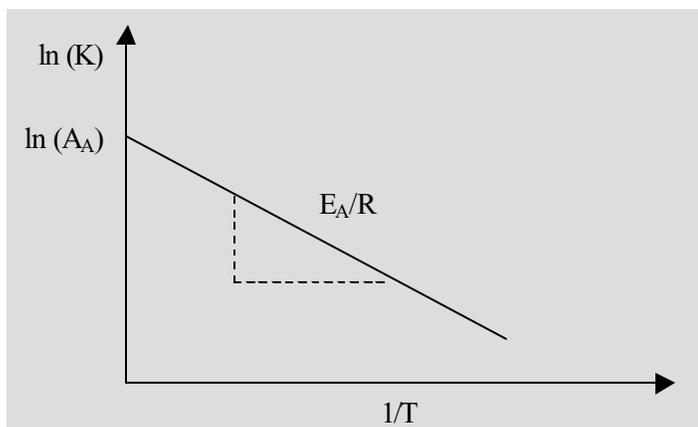


Figura 2.14. Diagrama $\ln(K)$ versus $1/T$ usado para determinação dos parâmetros cinéticos.

Em alguns casos de decomposição isotérmica, a transformação de fase segue estritamente a lei de Arrhenius e, portanto, a energia de ativação empírica é independente da temperatura. Nestes casos, quando o fator de frequência for igual à unidade ($A_A = 1$), a energia de ativação pode ser estimada pela relação:

$$E_A = -RT \ln(K) \quad [\text{equação 2.24}]$$

Para metais puros, a recristalização primária é caracterizada principalmente pela clássica cinética de Zener ou Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK). Valores da energia liberada durante a recristalização de metais deformados podem ser calculados diretamente através da análise térmica (isotérmica e não isotérmica) em equipamento DSC ou, indiretamente, através da cinética de JMAK. Segundo Krüger & Woldt (1992), se for conhecida a distribuição de energia de ativação, será possível prever o comportamento da recristalização de forma mais precisa que a derivada do modelo de JMAK, o qual tende a superestimar consideravelmente a velocidade de reação na segunda metade da transformação.

2.6. Ligas de Alumínio

2.6.1. Classificação e definição das ligas de alumínio

As ligas de alumínio estão sendo cada vez mais utilizadas na indústria metal-mecânica e de transformação. Isso ocorre devido a uma grande combinação de propriedades físico-químicas inerentes ao material e a possibilidade de se obter uma vasta diferença nas propriedades mecânicas decorrentes do controle da composição química, do processamento e dos tratamentos térmicos associados.

Independente do processo de produção e da configuração do produto, as ligas de alumínio trabalháveis podem ser classificadas em séries, usando-se um sistema de designação numérica de quatro dígitos segundo as normas da Aluminum Association.

São elas:

- Série 1xxx

Ligas de alumínio alta pureza com teor de alumínio a partir de 99%. São caracterizadas pela excelente resistência a corrosão, alta condutividade térmica e elétrica, baixas propriedades mecânicas e ótima trabalhabilidade. Moderado aumento na resistência mecânica pode ser obtido por deformação a frio. São tipicamente

utilizadas em equipamentos químicos, refletores, trocadores de calor, condutores elétricos e como folha em embalagens.

- Série 2xxx

Têm como principal elemento de liga o cobre e em seguida o magnésio. Requerem tratamentos térmicos para se obter grandes melhorias nas propriedades mecânicas. Dependendo do tratamento realizado, a resistência mecânica pode, em alguns casos, exceder a de um aço de baixo teor de carbono. Não possuem boa resistência a corrosão e, em alguns casos, podem sofrer corrosão intergranular. São comumente utilizadas em rodas de automóveis e aeronaves, fuselagem de aviões e peças estruturais que requerem boa resistência a temperaturas acima de 150°C.

- Série 3xxx

Têm como principal elemento de liga o manganês (até 1,5%). Geralmente não são tratáveis termicamente e possuem uma resistência mecânica 20% maior que as ligas da série 1xxx. São ligas de moderada resistência e de boa trabalhabilidade. Têm como principais aplicações utensílios domésticos, trocadores de calor, latas de bebidas, tanques de armazenamento e elementos decorativos.

- Série 4xxx

Têm como principal elemento de liga o silício, o qual pode ser adicionado em quantidade suficiente (até 12%) para causar uma diminuição substancial da profundidade da poça de fusão durante a soldagem, sem fragilizar o material. Por esta razão, as ligas de alumínio-silício são usadas como metal de adição em soldagem de ligas de alumínio onde se requer uma baixa penetração do cordão de solda no metal base. As ligas contendo quantidades apreciáveis de silício escurecem quando submetidas ao processo de anodização, tendo a arquitetura como principal utilização. Possuem um baixo coeficiente de expansão térmica e alta resistência mecânica e à abrasão, podendo ser utilizadas na produção de peças forjadas e pistões.

- Série 5xxx

Têm o magnésio como principal elemento de liga. Quando possui como segundo elemento de adição o manganês, o resultado é uma liga trabalhada a frio de moderada a alta resistência. O magnésio é considerado mais eficiente que o manganês no efeito do endurecimento da liga, além de poder ser adicionado em quantidade superior que o manganês. As ligas da série 5xxx possuem boa soldabilidade e boa resistência à corrosão em atmosfera marinha. São utilizadas na arquitetura, em elementos decorativos, na produção de tanques criogênicos, barcos, automóveis e latas de bebidas e alimentos.

- Série 6xxx

Têm como principais elementos de liga o silício e o magnésio. Possuem boas formabilidade, resistência à corrosão, soldabilidade e moderada resistência mecânica. Aplicam-se à arquitetura, equipamentos de transporte e estruturas soldadas. São largamente utilizadas em produtos extrudados como tubos e perfis.

- Série 7xxx

Têm como principal elemento de liga o zinco (até 8%). Quando adicionado um pouco de magnésio, resultam em ligas de alta resistência tratáveis termicamente. Usualmente outros elementos de liga, como o cobre e o cromo, são adicionados às ligas da série 7xxx, as quais são utilizadas como elementos estruturais e equipamentos móveis. Possuem boa resistência à corrosão quando tratadas termicamente.

- Série 8xxx

São as que têm como principais elementos de liga o ferro, o silício, o cobre e o manganês, formando geralmente uma liga ternária como Al-Fe-Si, por exemplo. Neste sistema, a quantidade de silício pode variar de 0,1 a 2 % e a de ferro, de 0,1 a 8,9%. Possuem ótima formabilidade e uma boa resistência mecânica quando tratada adequadamente. São normalmente utilizadas em produtos laminados, como chapas, lâminas e, principalmente, folhas ultrafinas.

De acordo com a série, as ligas de alumínio são comumente divididas em dois grupos: as ligas de alumínio não tratáveis e as tratáveis termicamente. No primeiro grupo estão aquelas cujo aumento da resistência mecânica se consegue apenas por deformação plástica a frio. Neste grupo se enquadram as séries 1xxx, 3xxx, 4xxx e 5xxx. Enquanto que, no segundo grupo, o aumento da resistência mecânica pode ser obtido através de um tratamento térmico ou termomecânico apropriado. As séries 2xxx, 6xxx, 7xxx e 8xxx fazem parte deste grupo.

Embora qualquer liga trabalhável de alumínio possa ser laminada, existem séries de ligas que oferecem uma ampla faixa de propriedades e que podem ser laminadas com a máxima eficiência de acordo com as características do produto final, dentre as quais, se destacam as ligas da série 8xxx.

2.6.2. Sistema de classificação de têmperas (NBR 6835/1981)

Têmpera – estado que o material adquire pela ação das deformações plásticas a frio ou a quente, por tratamentos térmicos, ou pela ação de ambos, que dão ao produto estruturas e propriedades características.

O sistema de designação de têmperas é baseado na seqüência de tratamentos básicos, usados para produzir as várias têmperas nos produtos laminados e consiste de uma letra seguida de um ou mais dígitos.

2.6.2.1. Designação de têmperas

As têmperas classificam-se de acordo com os processos a que se submete o material, da seguinte forma:

- (a) “F” - como fabricado – Aplica-se aos produtos obtidos através de processos de conformação nos quais não se emprega nenhum controle especial sobre as condições térmicas ou de encruamento. Não se especificam limites para as propriedades mecânicas.
- (b) “O”- recozido – Aplica-se aos produtos acabados, no estado em que apresentam o menor valor de resistência mecânica.
- (c) “H”- encruada – Aplica-se aos produtos nos quais aumentou-se a resistência mecânica por deformação plástica a frio e que podem, ou não, ser submetidos a um recozimento complementar, para produzir amolecimento parcial, ou a um processo de estabilização. É utilizado para as ligas não tratáveis termicamente. A letra H será seguida de dois ou mais dígitos.
- (d) “W”- solubilizado – Aplica-se somente a algumas ligas, as quais envelhecem naturalmente à temperatura ambiente, após o tratamento de solubilização. Esta classificação é específica somente quando o período de envelhecimento natural, após o resfriamento brusco, é indicado.

- (e) “T”- tratado termicamente – Aplica-se aos produtos que sofrem tratamento térmico com ou sem deformação plástica complementar que produz propriedades físicas estáveis e diferentes das obtidas com “F”, “O” e “H”. A letra “T” deve ser seguida por um ou mais dígitos que indicam a seqüência dos processos básicos realizados: tratamentos térmicos ou deformações plásticas.

2.6.2.2. Classificação das têmperas H:

- (a) O primeiro dígito indica o processo a que foi submetido o material:

H 1 – Somente encruado – aplica-se aos produtos que sofrem deformação plástica a frio, a fim de se obter a resistência desejada sem recozimento complementar. O segundo dígito indica o grau de encruamento.

H 2 – Deformado plasticamente a frio e parcialmente recozido – aplica-se aos produtos que sofrem deformação plástica a frio em grau maior que o desejado e, em seguida, recozidos parcialmente para reduzir a sua resistência ao nível especificado. Para as ligas que amolecem espontaneamente à temperatura ambiente, as têmperas H 2 têm a mesma resistência à tração mínima que as têmperas H 1 correspondentes, com alongamento ligeiramente maior. O segundo dígito desta designação indica o grau de encruamento que permanece depois que o produto foi parcialmente recozido.

H 3 – Deformado plasticamente a frio e estabilizado – aplica-se aos produtos que sofrem deformação plástica a frio e cujas propriedades mecânicas são estabilizadas por um tratamento térmico a baixa temperatura, do qual resulta uma resistência à tração ligeiramente menor e melhor ductilidade. Esta designação aplica-se somente àquelas ligas que, se não forem estabilizadas, amolecem gradativamente à temperatura ambiente. O segundo dígito indica o grau de encruamento antes do tratamento de estabilização.

- (b) O segundo dígito indica o grau de encruamento em ordem crescente, sendo os mais utilizados:

Tabela 2.1. Grau de encruamento

Grau	Termo comumente usado
1	1/8 duro
2	1/4 duro
4	1/2 duro
6	3/4 duro
8	duro
9	extra duro

O grau de encruamento é especificado em função da resistência mecânica. Os graus geralmente correspondem a uma determinada porcentagem de redução a frio (o grau 8 corresponde a aproximadamente 80% de deformação).

2.6.3. Laminação do alumínio – Processo “Roll-Casting”

A evolução tecnológica dos processos de fabricação também é responsável pela utilização cada vez maior das ligas de alumínio nos diversos setores produtivos, tais como, o de embalagens e as indústrias aeroespacial e automotiva. Fatos relativos à racionalização de custos têm contribuído para o desenvolvimento de ligas especiais com alta formabilidade e

resistência que possam adequar-se aos processos de fabricação de variados produtos derivados.

Tradicionalmente, a indústria de alumínio produz suas ligas em linhas de lingotamento contínuo, para em seguida, serem processadas termomecanicamente em conformidade com o produto final. Para a produção de chapas, o lingote, após a homogeneização, é laminado numa seqüência de passes que requer, em muitos casos, vários tratamentos térmicos intermediários. Dessa forma, a fabricação de folhas finas por esse processo fica condicionada a um rigoroso controle microestrutural ao longo da seqüência térmica imposta. Uma alternativa ao lingotamento contínuo é o processo conhecido por “Roll-Casting”. Neste processo, que combina solidificação com laminação a quente, o metal líquido é vazado diretamente sobre os rolos de laminação que, por sua vez, são refrigerados internamente, proporcionando uma taxa de resfriamento da ordem de 3000°C/seg. Neste caso, tem-se como resultado a produção contínua de chapas com microestrutura bastante refinada e baixa quantidade de elementos segregados. Através desse processo, tornou-se possível e viável a produção de lâminas e folhas ultrafinas de alumínio comumente encontradas em embalagens de alimentos e medicamentos.

Cada um destes processos de produção de ligas tem suas vantagens e desvantagens, um em relação ao outro. No processo de lingotamento contínuo são observadas três zonas distintas: a zona coquilhada, a zona colunar e a zona equiaxial. No processo “Roll-Casting” observa-se apenas uma zona colunar dendrítica, muito embora, em alguns casos de chapas espessas, a zona equiaxial também possa ser observada na região central da chapa (Li Ben Q., 1995). Neste processo a macro e a microestrutura tendem a se superpor e, portanto, sua grande vantagem é que o material pode ser trabalhado até bitolas mais finas, imediatamente após um único tratamento de homogeneização.

As altas taxas de resfriamento, proporcionadas pelo processo “Roll-Casting”, associadas a uma redução de espessura, produzem um estado complexo de tensões, principalmente na frente de solidificação, que contribui para o desenvolvimento de uma fina microestrutura de células dendríticas de 2 a 3 μm , em média. As tensões mecânicas desenvolvidas durante a solidificação e conformação simultâneas (Li Ben Q., 1995 e Westengen, 1984) concorrem para a fragmentação dos cristais dendríticos em crescimento e, conseqüentemente, para o refino de grãos. Os sistemas ternários de ligas eutéticas de alumínio obtidas por este processo podem evoluir para uma microestrutura de grãos extremamente finos e com propriedades mecânicas bastante interessantes (Moris, 1977 e Clemente, 1987).

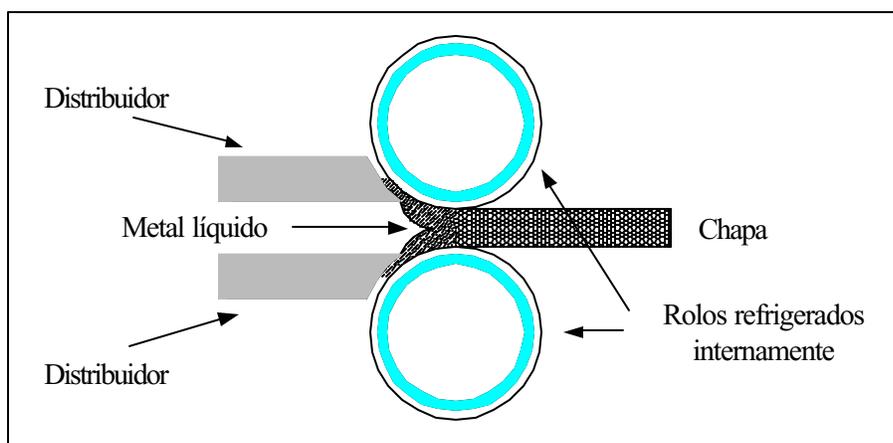


Figura 2.15. Esquema do processamento “Roll-Casting”.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Material

A liga AA 8011, produzida por “Roll-Casting”, com duas diferentes composições, foi fornecida pela Alcoa Alumínio S.A. na condição H18 em forma de tiras laminadas a frio ($\delta = 80\%$) retiradas diretamente da linha de produção. As composições químicas da liga analisada são mostradas na tabela 3.1.

Tabela 3.1. Composições químicas da liga AA 8011 [peso %]

AA 8011	Fe	Si	Ti	B	Mn	Mg	Zn	Cu	Al
1	0,8000	0,5900	0,0310	0,0045	0,0040	0,0030	0,0020	0,0010	Balanço
2	0,8400	0,6300	0,0350	0,0033	0,0040	0,0030	0,0020	0,0010	Balanço

3.2. Análise Térmica Diferencial

Para a determinação da temperatura e dos tempos de transformação para as duas composições, foram realizadas análises térmicas dinâmicas em DSC, a uma taxa de aquecimento de 5°C/min.

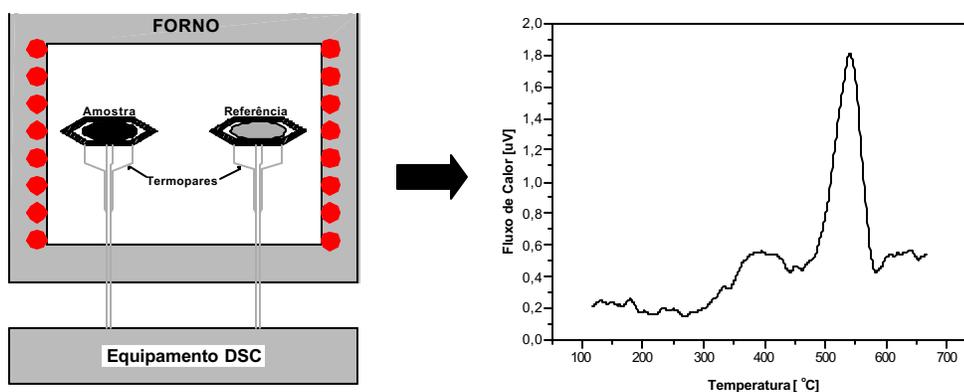


Figura 3.1. Análise térmica diferencial de varredura – DSC.

Para o estudo da recristalização em análise dinâmica, o metal encruado é aquecido continuamente, sendo a liberação de energia determinada em função do tempo ou da temperatura através de um equipamento DSC. Neste tipo de recozimento mede-se a diferença de potência necessária para aquecer dois materiais semelhantes a uma mesma velocidade. Um dos materiais é a própria amostra encruada a ser analisada e o outro é uma referência inerte que não se transforma. Para uma melhor observação dos resultados, é aconselhável que a amostra utilizada como padrão tenha calor específico da mesma ordem de grandeza e a massa aproximadamente igual a da amostra a ser analisada. Durante o ciclo de aquecimento, a amostra encruada sofre reações que liberam calor, reduzindo a potência necessária para aquece-la, com relação à necessária para aquecer o corpo de prova padrão. Medidas da diferença de potência, em relação à temperatura, fornecem evidências diretas da velocidade de liberação de calor da amostra encruada.

Uma vez determinada a temperatura de recristalização (considerada como o valor de pico) e os tempos de início e fim da transformação, ensaios isotérmicos foram realizados nas temperaturas de 305, 315, 325 e 335°C (próximas ao pico) em tempos variados para o estudo da cinética de recristalização. Para que não haja qualquer reação durante o aquecimento, a velocidade de aquecimento da amostra e da referência até a temperatura de ensaio deve ser suficientemente rápida para que a recristalização não ocorra.

No nosso estudo foi utilizado um equipamento do tipo DSC - 2010 TA, equipado com cadinhos de platina e referência de molibdênio.

3.3. Tratamentos Térmicos

3.4. Ensaio Mecânicos

Diferentes amostras da liga foram recozidas a temperaturas próximas à de recristalização em diferentes tempos. Para a composição 1, as temperaturas de tratamento foram 305, 315 e 325°C. Os tempos de recozimento variaram entre 5 e 180 minutos para as amostras tratadas a 305°C, 5 e 120 para as tratadas a 315°C e entre 5 e 90 para as tratadas a 325°C. Para a composição 2, além das temperaturas e dos tempos selecionados anteriormente, foram realizados tratamentos a 335°C, em tempos que variaram entre 5 e 80 minutos. Com o intuito de padronizar os tratamentos no que diz respeito ao tempo de aquecimento à temperatura considerada, convencionou-se o tempo “zero” como sendo aquele do retorno do forno à temperatura de recozimento (após a abertura e subsequente fechamento para colocação e retirada dos corpos de prova). Os tratamentos térmicos foram realizados ao ar em um forno tipo mufla, equipado com termopares do tipo K e acuidade de $\pm 3^\circ\text{C}$ e resfriadas em água à temperatura ambiente.

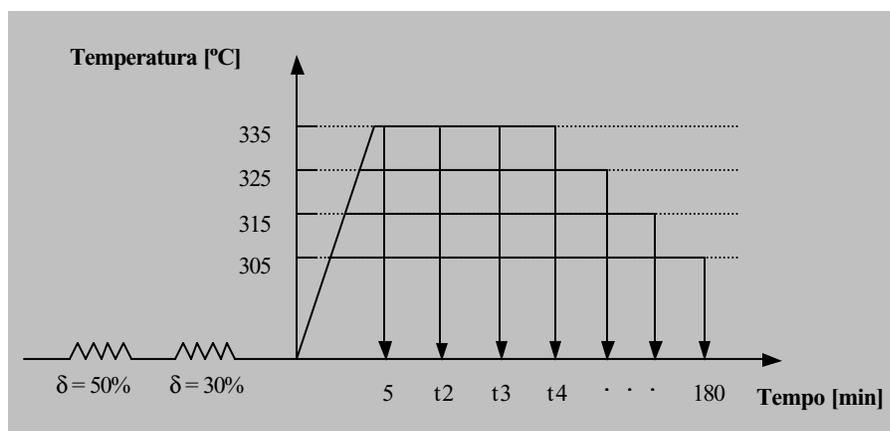


Figura 3.2. Diagrama dos tratamentos termomecânicos.

3.4.1. Propriedades Mecânicas

Depois de tratadas, as amostras foram submetidas a ensaios mecânicos, onde valores para dureza, limite de escoamento e alongamento foram retirados para levantamento das curvas Propriedades Mecânicas versus Tempo de Tratamento. Para dureza, foram realizadas 4 (quatro) medições para cada corpo de prova analisado, utilizado-se um penetrador Vickers com uma carga de 5 Kg. Os ensaios de tração, foram realizados segundo a norma ASTM-E8M-89B, nos sentidos longitudinal e transversal à laminação a fim de se avaliar a anisotropia das propriedades mecânicas devido ao efeito da textura de deformação provocada pelo processo de laminação. Para tanto, foram realizados 3 (três) ensaios para cada condição analisada. Em seguida, foram calculadas as médias e os respectivos desvios para plotagem dos gráficos Propriedades versus Tempo.

3.4.2. Ensaio de Embutimento – Ensaio Erichsen

Amostras em quatro diferentes condições, 5, 35, 65 e 95% de fração recristalizada, para cada temperatura de recozimento, foram submetidas a ensaios de embutimento com o intuito de se avaliar a deformabilidade de materiais destinados a operações de conformação

(determinação do índice de embutimento – IE) e de se determinar o grau de anisotropia das propriedades mecânicas segundo as direções longitudinal e transversal à laminação. O ensaio consiste em deformar, com um penetrador provido de um extremo esférico, um corpo de prova na forma de chapa de no máximo 2,0 mm de espessura e 55,0 mm de diâmetro, preso entre uma matriz e um anel de fixação, até ocorrer o início da ruptura e, neste momento, determinar a profundidade da calota produzida. O ensaio foi realizado de acordo com a norma NBR 5902 de novembro de 1980.

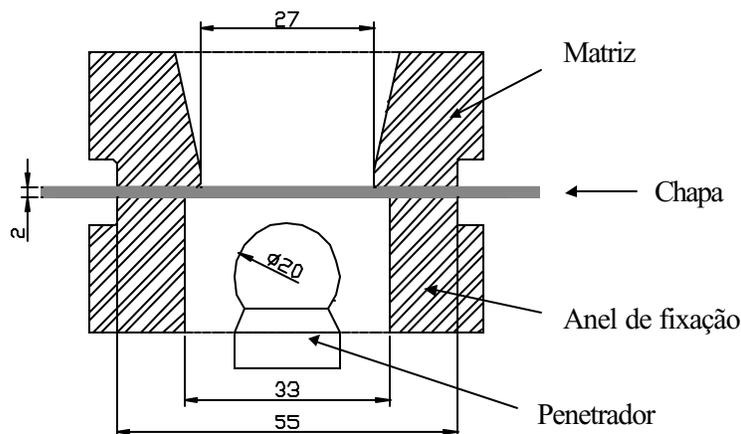


Figura 3.3. Esquema do ensaio de embutimento – Erichsen NBR 5902/1980.

Finalizados os tratamentos térmicos e os ensaios mecânicos, os materiais foram submetidos ao processamento metalográfico tradicional: embutimento a quente, lixamento com lixas d'água de granas 180, 400, 600, 1000 e 4000 e polimento com pasta de diamante de 1 μ m. Em seguida, as amostras foram atacadas com uma solução a base de água (38%), ácido clorídrico (36%), ácido nítrico (24%) e ácido fluorídrico (2%) para revelar a macroestrutura. Os corpos de prova para microscopia eletrônica de transmissão foram cortados por eletroerosão na forma de discos de 3,0 mm de diâmetro e, a seguir, submetidos a um polimento eletrolítico de duplo jato, como mostrado esquematicamente na figura 3.4, a fim de se reduzir a espessura da lâmina a no máximo 5000 Å (espessura máxima transmissível para o alumínio a elétrons acelerados a uma tensão de 100 kV – Honrbogen, E.).

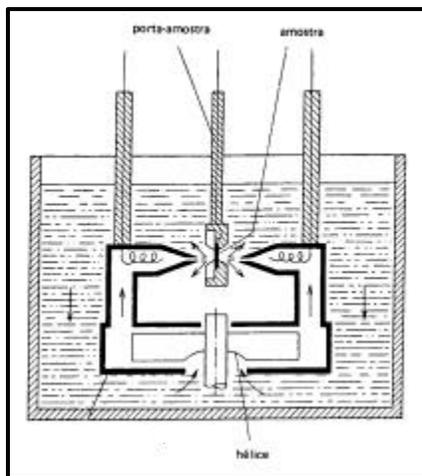


Figura 3.4. Polimento eletrolítico de duplo jato.

3.6. Análise Microestrutural

3.6.1. Difração de raios-x

Amostras em diferentes condições foram submetidas à difração de raios-x para observação dos efeitos da recristalização sobre os planos de deformação. Dependendo da câmara utilizada, a difração de raios-x fornece informações sobre a natureza e os parâmetros do reticulado, assim como, detalhes a respeito do tamanho, simetria e orientação dos cristais.

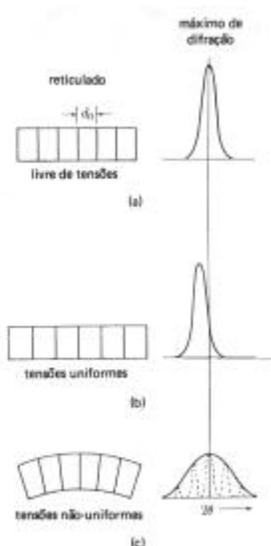


Figura 3.5. Efeito da deformação na posição e na largura dos máximos de difração.

Quando os átomos estão regularmente espaçados em um reticulado cristalino e a radiação incidente tem comprimento de onda da ordem deste espaçamento, ocorrerá interferência construtiva em certas direções e interferência destrutiva em outras. Contudo, só ocorrerá reflexão, isto é, interferência construtiva, se a distância extra percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de “ λ ” de acordo com a lei de Bragg ($n\lambda = 2d \sin\theta$, onde $n = 1, 2, 3\dots$). Fica claro, a partir desta equação, que as direções para as quais ocorre difração (interferência construtiva) são determinadas pela geometria do reticulado (fator de estrutura).

Para tanto, foi utilizado um difratômetro D5000 Siemens, equipado de um goniômetro de montagem ômega e monocromador de cobre, que permite trabalhar com a raia $K\alpha_1$ de comprimento de onda $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$.

3.6.2. Microscopia e microanálise química

Para identificação das fases presentes as amostras foram submetidas a microanálise química em um MEV Leica S440Si equipado com espectrômetro a dispersão de energia – EDS.

Amostras também foram submetidas à análise em microscopia eletrônica de transmissão (MET) para estudo dos mecanismos do processo de recristalização através da observação da densidade de discordâncias e da morfologia do produto segregado. A análise em microscopia de transmissão foi realizada em um MET Jeol JEM CX II de 100 kV.

Por fim, foram feitas análises em microscopia óptica para caracterização do efeito textura de deformação e do processo de recristalização. Para tanto, foi utilizado um microscópio estereoscópio Wild M3B com uma máquina fotográfica acoplada, modelo Leica MPS 60.

3.7. Determinação da Cinética

$$y = 1 - \exp[-(Kt)^n] \quad [\text{equação 3.1}]$$

A equação acima (eq. 3.1) é denominada de equação de Johnson-Mehl-Avrami e se aplica não apenas às transformações autocatalíticas, mas a um grande número de reações no estado sólido. A recristalização pode ser entendida como uma transformação de fase numa solução heterogênea, que ocorre por nucleação e crescimento e, assim sendo, sua cinética pode ser descrita por uma equação do tipo Johnson-Mehl-Avrami.

Diante da impossibilidade de se quantificar a recristalização através de imagens obtidas a partir da microestrutura, tornou-se necessário o emprego de métodos indiretos. Nesses métodos indiretos, a fração recristalizada foi associada ao valor de uma propriedade mecânica (dureza, tensão de escoamento ou alongamento) que se modifica com o decorrer da recristalização. Os valores das propriedades mecânicas foram relacionados biunivocamente aos valores da fração transformada e plotados em um gráfico em função do logaritmo natural do tempo, obtendo-se uma curva sigmodal como mostrada na figura a seguir:

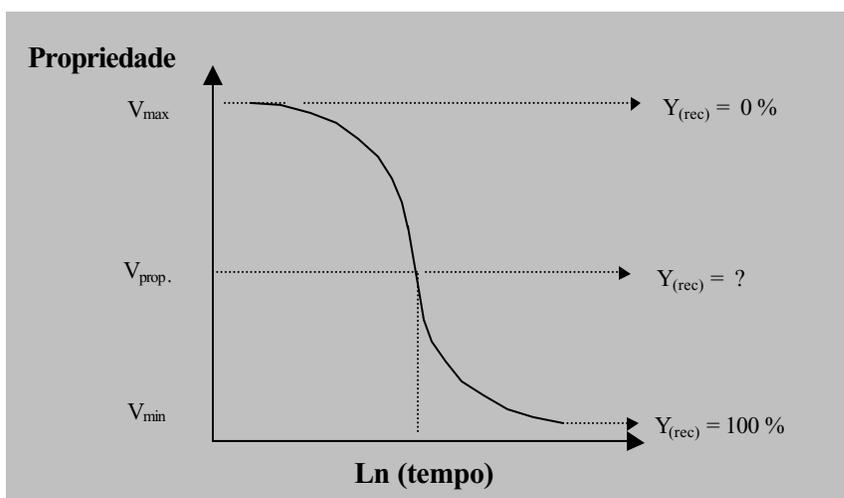


Figura 3.6. Variação de uma propriedade durante a recristalização.

Através de uma relação algébrica como a do tipo mostrado equação 3.1, um valor numérico de uma propriedade (V_{prop}) pode ser transformado num número fracionário equivalente à fração recristalizada (Y_{Rec}). Após a transformação dos valores, realizada ponto-a-ponto, a curva da fração recristalizada pode ser levantada em função do tempo e sua cinética pode ser conhecida.

$$Y(rec) = 1 - \frac{V_{Prop} - V_{Min}}{V_{Max} - V_{Min}} = \frac{V_{Max} - V_{Prop}}{V_{Max} - V_{Min}} \quad [\text{equação 3.2}]$$

Se a fração transformada for obtida experimentalmente em tempos conhecidos, os valores de K e n podem ser determinados a partir da equação 3.1. Aplicando-se logaritmo natural a ambos os membros da equação desta teremos:

$$\ln(1 - y) = -(Kt)^n \quad [\text{equação 3.3}]$$

Aplicando-se mais uma vez o logaritmo natural a ambos os membros da equação 3.5, teremos

$$\ln [-\ln(1-y)] = n \ln K + n \ln t \quad [\text{equação 3.4}]$$

Traçando-se um diagrama $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(t)$ obteremos uma reta cuja declividade é igual ao expoente n e sua interseção com o eixo $\ln[-\ln(1-y)]$ é igual a $n \ln(K)$. Com este procedimento, todos os parâmetros da equação 3.1 estarão determinados.

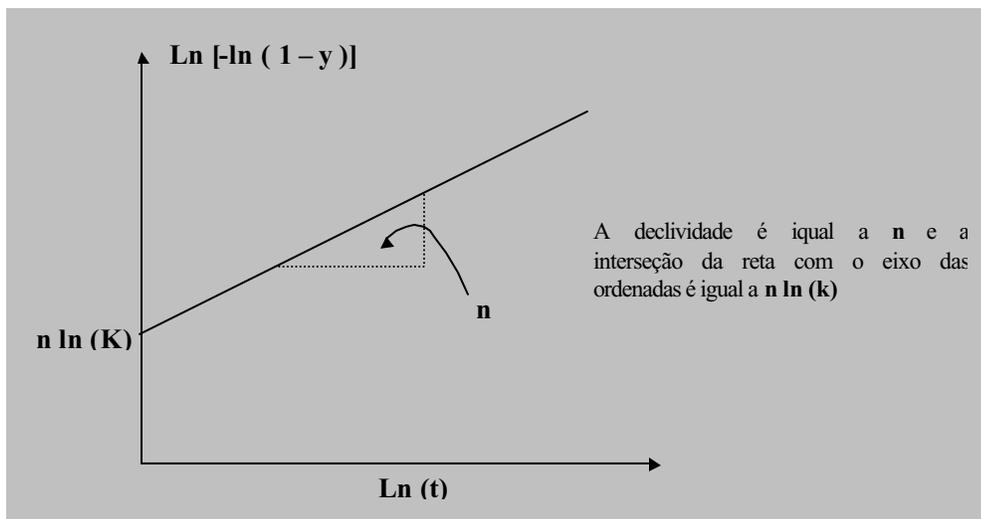


Figura 3.7. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln (t)$ para determinação dos parâmetros de J-M-A.

4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

4.1. Análise Térmica Diferencial

Os resultados das análises térmicas mostraram que a liga AA 8011, em decomposição anisotérmica, possui um acidente sobre a curva DSC normalizada próximo a 318°C, para a liga Al-0,84Fe-0,63Si (figura 4.1) e, a 312°C, para a liga Al-0,80Fe-0,59Si (figura 4.2). Esse acidente, um pico exotérmico característico de recristalização primária (Ferreira et al, 2000), tem início a aproximadamente 290°C e término por volta dos 340°C. Para avaliar os efeitos da variação da temperatura sobre a cinética de recristalização, foram consideradas ainda as temperaturas de 325°C e 335°C. Os tratamentos de recozimento foram realizados nestas temperaturas (305, 315, 325 e 335°C), em tempos que variaram entre 0 e 180 minutos. Pode-se observar nos gráficos das figuras 4.1 e 4.2 que no intervalo de temperatura considerado não há qualquer outro acidente sobre a curva DSC. Normalmente, as transformações por nucleação e crescimento ocorrem logo após a recristalização.

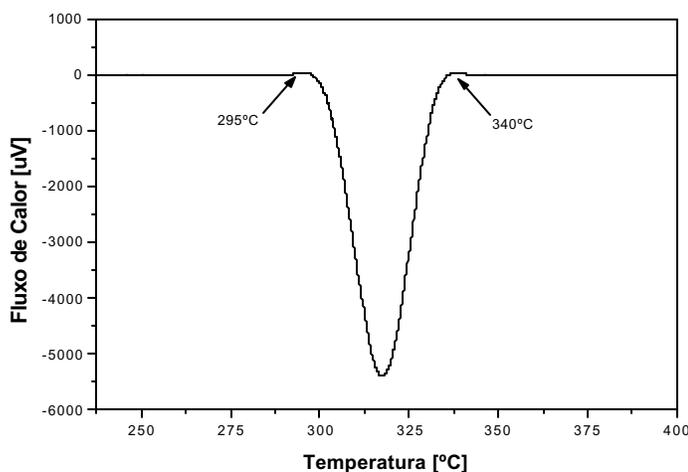


Figura 4.1. Curva de ensaio DSC da liga Al-0,84Fe-0,63Si realizado a uma taxa de aquecimento de 5°C/min.

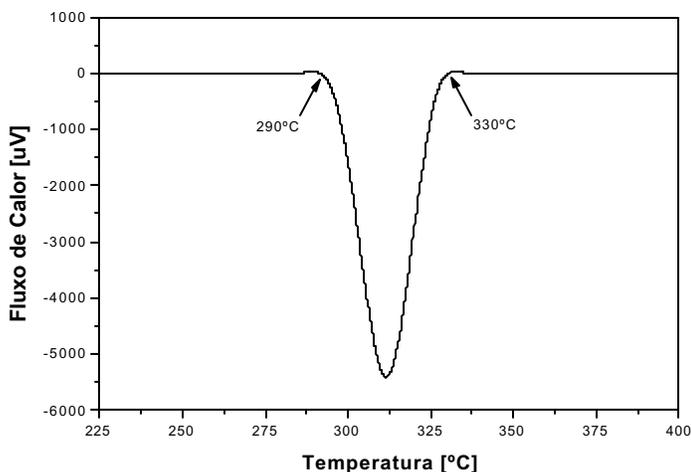


Figura 4.2. Curva de ensaio DSC da liga Al-0,80Fe-0,59Si realizado a uma taxa de aquecimento de 5°C/min.

4.2. Dureza Vickers

4.2.1. Composição 1 – Al-0,8Fe-0,59Si

Para os tratamentos térmicos realizados a 305°C, os resultados obtidos revelaram uma lenta diminuição da dureza, passando de 52,6 HV₅, no início do tratamento, para 47,3 após 30 minutos. Para tempos superiores a dureza cai para valores próximos a 32 HV₅, descrevendo um comportamento sigmoidal como mostrado na figura 4.3. A lenta evolução da fração recristalizada é caracterizada pela suavidade da curva mostrada na figura 4.4. Os parâmetros da equação da fração recristalizada segundo J-M-A, $n = 1,5273$ e $k = 0,2265$, foram calculados a partir dos dados retirados do diagrama $\ln [-\ln (1-Y)]$ versus $\ln (t)$ mostrado na figura 4.5. A partir dos parâmetros n e k obtivemos a equação da fração recristalizada $Y = 1 - \exp [-(0,2265t)^{1,5273}]$ que expressa a cinética de recristalização a 305°C. Com base na equação da fração recristalizada para esta propriedade, verificou-se que seriam necessários cerca de 560 min para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material.

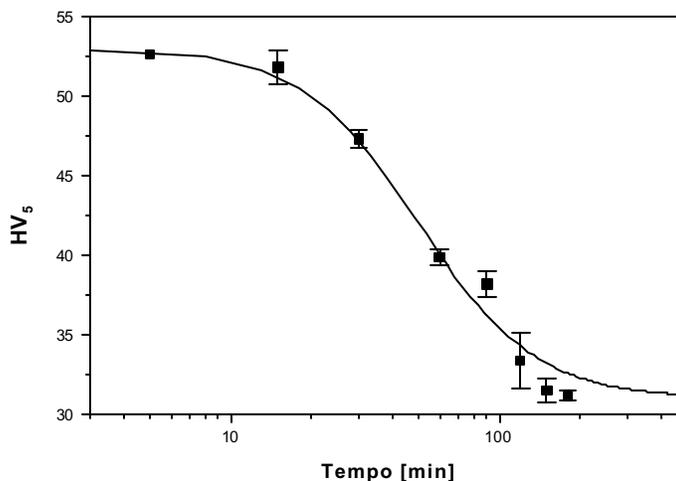


Figura 4.3. Curva da dureza Vickers, carga de 5 kg, em função do tempo de recozimento para a temperatura de 305°C.

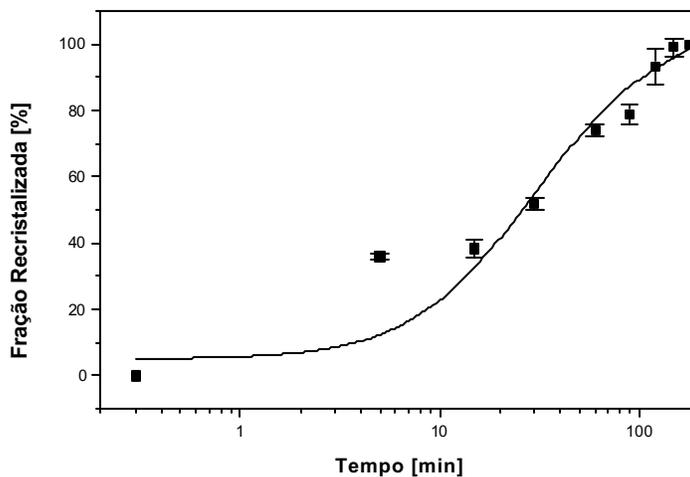


Figura 4.4. Curva da fração recristalizada em função do tempo de recozimento para a temperatura de 305°C.

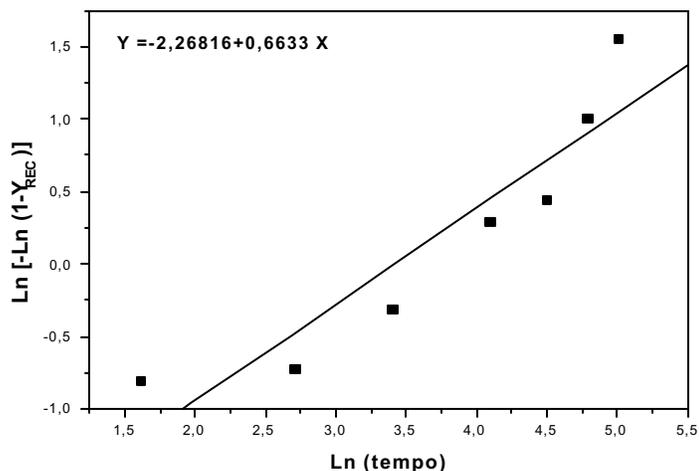


Figura 4.5. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para temperatura de recozimento de 305°C.

Os resultados obtidos para as amostras tratadas a 315°C, temperatura de pico de recristalização, revelaram uma queda mais acentuada no grau de encruamento a partir de 50 minutos de tratamento (figura 4.6), quando comparada àquelas tratadas a 305°C. Num intervalo de apenas 50 minutos, a dureza cai de 54 para 35 HV₅. A evolução da fração recristalizada é mostrada na figura 4.7. Os valores de k e n para esta condição, calculados a partir do digrama da figura 4.8, são respectivamente 0,012104825 e 7,74256. Com base nos valores de n e k , obtemos a equação da fração recristalizada $Y = 1 - \exp [-(0,012105t)^{7,742256}]$, para 315°C. De acordo com a equação da fração recristalizada, são necessários 120 minutos para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material.

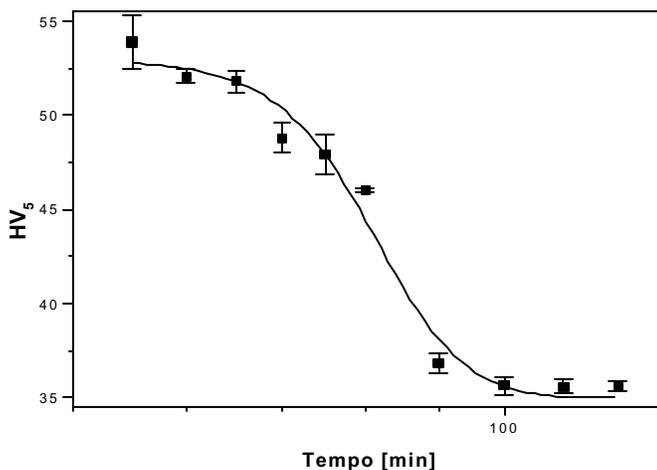


Figura 4.6. Curva da dureza Vickers, carga de 5 kg, em função do tempo de recozimento para a temperatura de 315°C

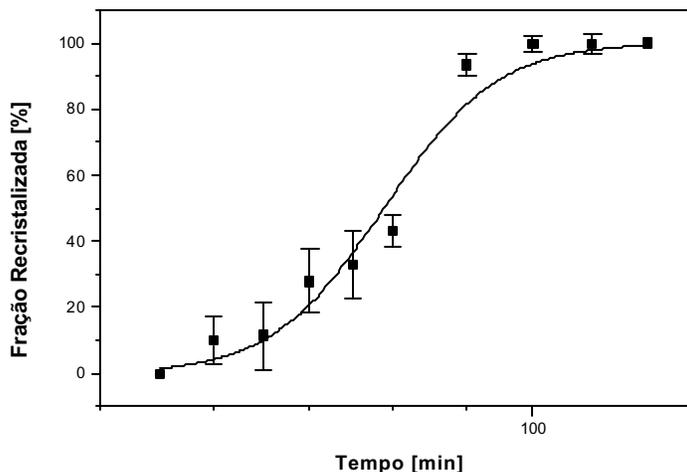


Figura 4.7. Curva da fração recristalizada em função do tempo de recozimento para a temperatura de 315°C

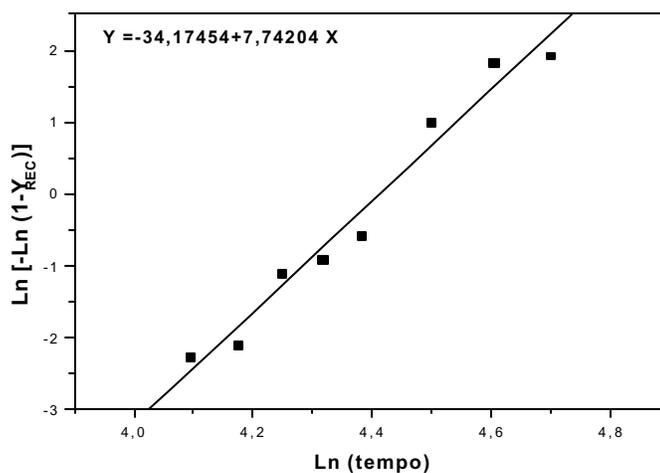


Figura 4.8. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para temperatura de recozimento de 315°C.

Resultados similares aos anteriores foram obtidos para as amostras tratadas a 325°C. Estes, no entanto, revelaram uma velocidade de reação ainda maior que aqueles obtidos para as amostras tratadas a 315°C. Isso pode ser observado através da rápida queda na dureza e na evolução da fração recristalizada, mostradas nos gráficos das figuras 4.9 e 4.10. Os valores de k e n , calculados a partir do diagrama da figura 4.11, são respectivamente 0,0852516 e 0,91447. A equação que expressa a cinética de recristalização para 325°C é $Y = 1 - \exp [-(0,0852516t)^{0,91447}]$. Com base na equação da fração recristalizada, o tempo necessário para recristalizar o material é de apenas 95 minutos .

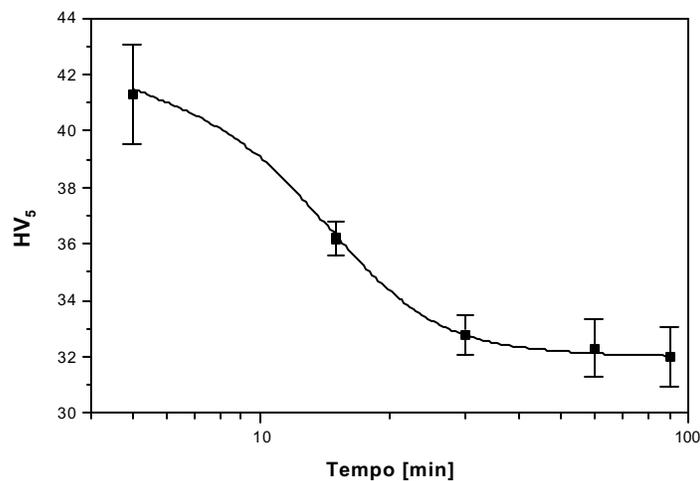


Figura 4.9. Curva da dureza Vickers, carga de 5 kg, em função do tempo de recozimento para a temperatura de 325°C.

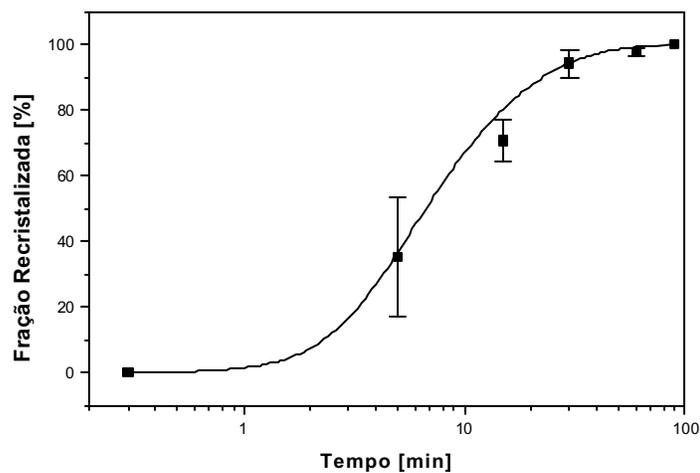


Figura 4.10. Curva da fração recristalizada em função do tempo de recozimento para a temperatura de 325°C.

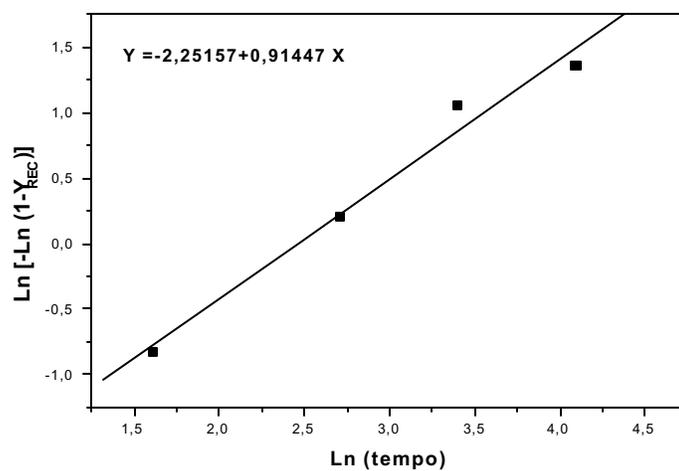


Figura 4.11. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para temperatura de recozimento de 325°C.

4.2.2. Composição 2 – Al-0,84Fe-0,63Si

Para os tratamentos térmicos realizados a 305°C, os resultados obtidos revelaram uma lenta diminuição da dureza, passando de 56,6 HV₅, no início do tratamento, para 46,0 após 30 minutos. Neste caso, como o teor de silício é mais elevado, a dureza no instante inicial é maior que na composição anterior. Para tempos superiores a dureza cai para valores próximos a 32,3 HV₅, descrevendo um comportamento sigmoidal como mostrado na figura 4.12. A lenta evolução da fração recristalizada é caracterizada pela suavidade da curva mostrada na figura 4.13. Os parâmetros da equação da fração recristalizada segundo J-M-A, $n = 0,94444$ e $k = 0,0404988$, foram calculados a partir dos dados retirados do diagrama $\ln [-\ln (1-Y)]$ versus $\ln (t)$ mostrado na figura 4.14. A partir dos parâmetros n e k obtemos a equação da fração recristalizada $Y = 1 - \exp [-(0,0404988t)^{0,94444}]$ que expressa a cinética de recristalização a 305°C. Com base na equação da fração recristalizada, verificou-se que seriam necessários cerca de 191 min para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material.

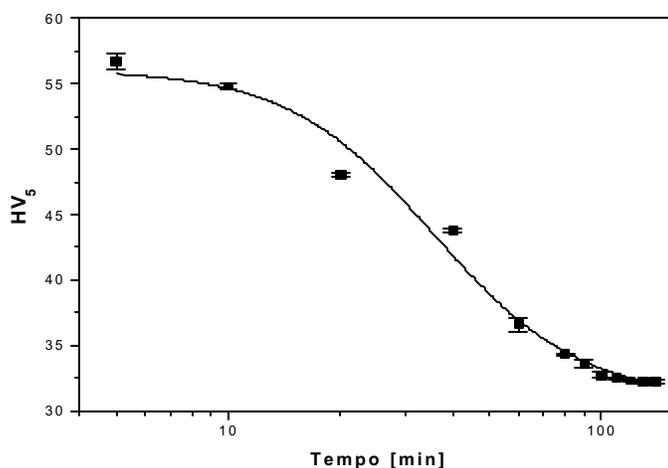


Figura 4.12. Curva da dureza Vickers, carga de 5 kg, em função do tempo de recozimento para a temperatura de 305°C

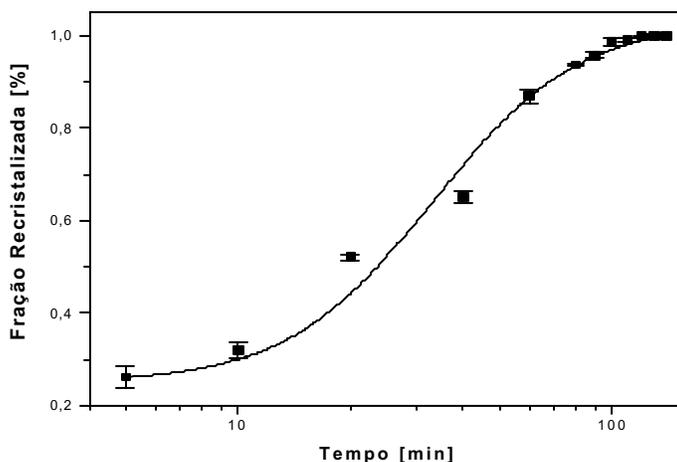


Figura 4.13. Curva da fração recristalizada em função do tempo de recozimento para a temperatura de 305°C

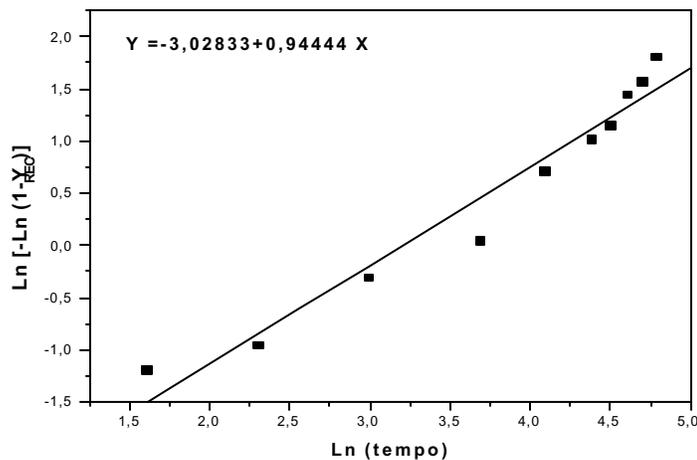


Figura 4.14. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para temperatura de recozimento de 305°C.

Os resultados obtidos para as amostras tratadas a 315°C, temperatura de pico de recristalização, revelaram uma queda mais acentuada no grau de encruamento a partir de 10 minutos de tratamento (figura 4.15), quando comparada àquelas tratadas a 305°C. Num intervalo de apenas 50 minutos, a dureza cai de 57 para 34 HV₅. A evolução da fração recristalizada é mostrada na figura 4.16. Os valores de k e n para esta condição, calculados a partir do digrama da figura 4.17, são respectivamente 0,057916 e 1,15379. Com base nos valores de n e k , obtemos a equação da fração recristalizada $Y = 1 - \exp [(0,057916t)^{1,15379}]$, para 315°C. De acordo com a equação da fração recristalizada, são necessários 93 minutos para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material.

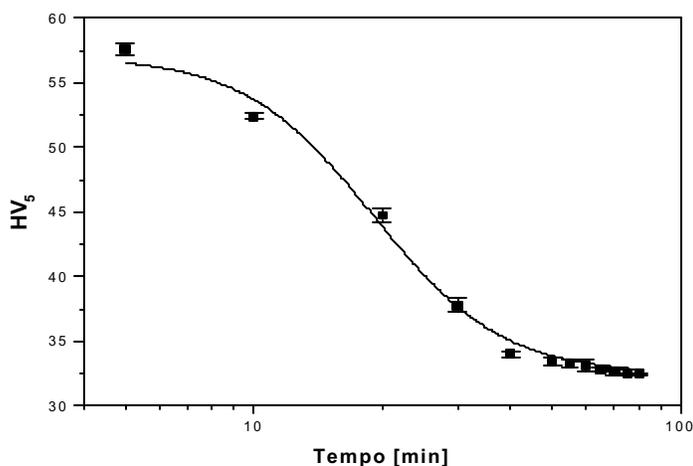


Figura 4.15. Curva da dureza Vickers, carga de 5 kg, em função do tempo de recozimento para a temperatura de 315°C.

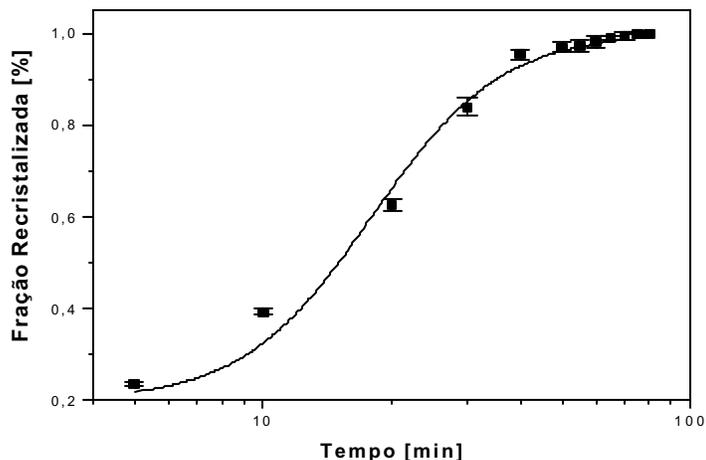


Figura 4.16. Curva da fração recristalizada em função do tempo de recozimento para a temperatura de 315°C.

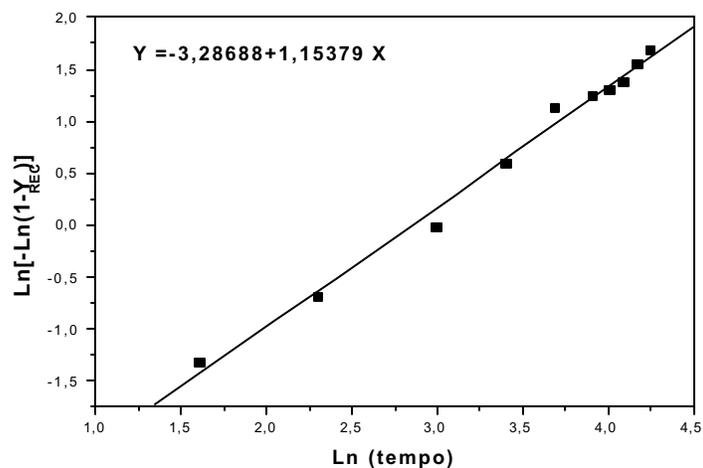


Figura 4.17. Diagrama $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(t)$ para temperatura de recozimento de 315°C.

Resultados similares aos anteriores foram obtidos para as amostras tratadas a 325°C. Estes, no entanto, revelaram uma velocidade de reação ainda maior que aqueles obtidos para as amostras tratadas a 315°C. Isso pode ser observado através da rápida queda na dureza e na evolução da fração recristalizada, mostradas nos gráficos das figuras 4.18 e 4.19. Os valores de k e n , calculados a partir do diagrama da figura 4.20, são respectivamente 0,068965 e 1,04428. A equação que expressa a cinética de recristalização para 325°C é $Y = 1 - \exp[-(0,068965t)^{1,04428}]$. Com base na equação da fração recristalizada, o tempo necessário para recristalizar o material é de apenas 92 minutos.

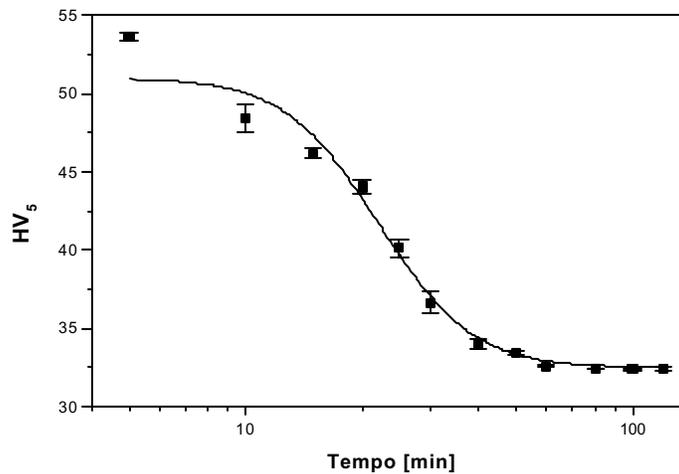


Figura 4.18. Curva da dureza Vickers, carga de 5 kg, em função do tempo de recozimento para a temperatura de 325°C.

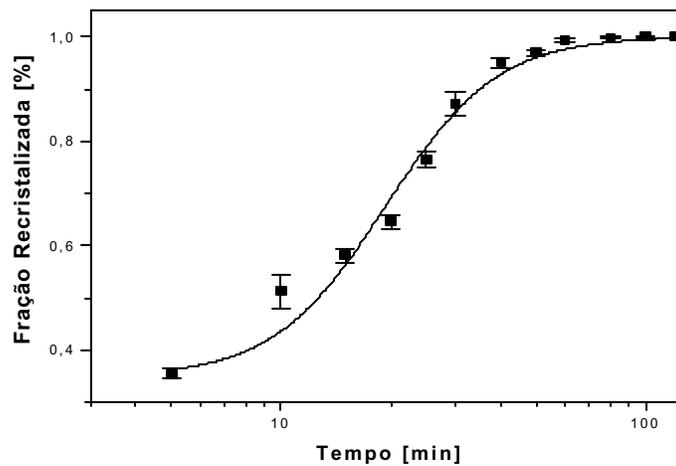


Figura 4.19. Curva da fração recristalizada em função do tempo de recozimento para a temperatura de 325°C.

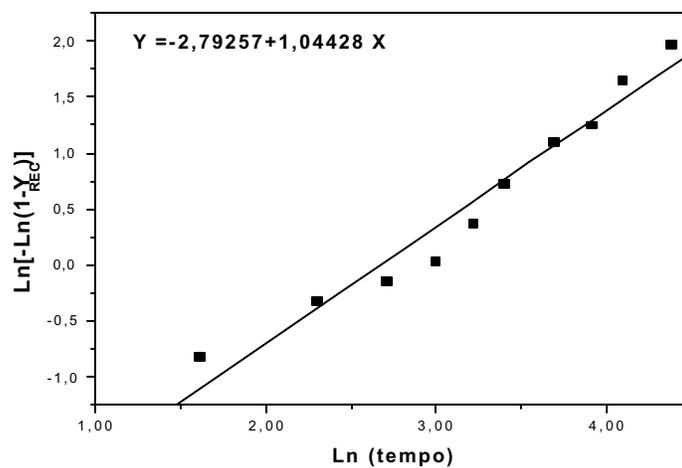


Figura 4.20. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para temperatura de recozimento de 325°C.

Para as amostras tratadas a 335°C, os resultados revelaram uma velocidade de transformação ainda maior que aqueles obtidos para as amostras tratadas a 325°C. Isso pode ser observado através da rápida queda na dureza e na evolução da fração recristalizada, mostradas nos gráficos das figuras 4.21 e 4.22. Os valores de k e n , calculados a partir do diagrama da figura 4.23, são respectivamente 0,149228 e 0,965. A equação que expressa a cinética de recristalização para 325°C é $Y = 1 - \exp [-(0,149228t)^{0,965}]$. Com base na equação da fração recristalizada, o tempo necessário para recristalizar o material é de apenas 50 minutos.

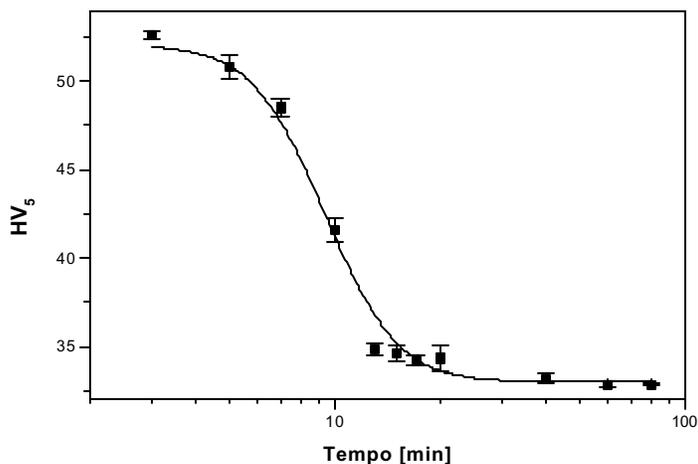


Figura 4.21. Curva da dureza Vickers, carga de 5 kg, em função do tempo de recozimento para a temperatura de 335°C.

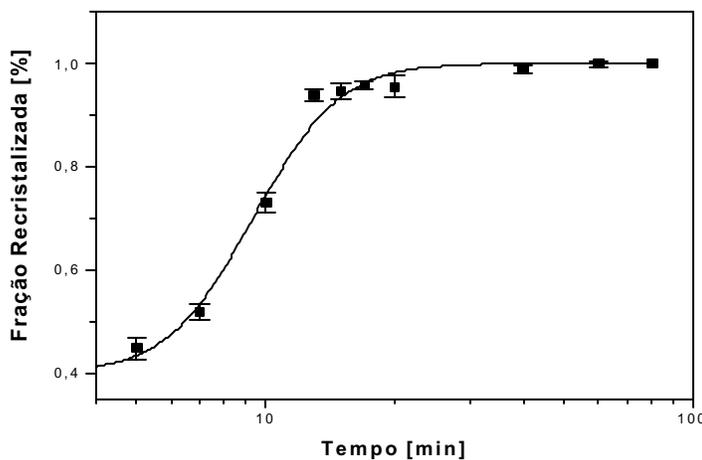


Figura 4.22. Curva da fração recristalizada em função do tempo de recozimento para a temperatura de 335°C.

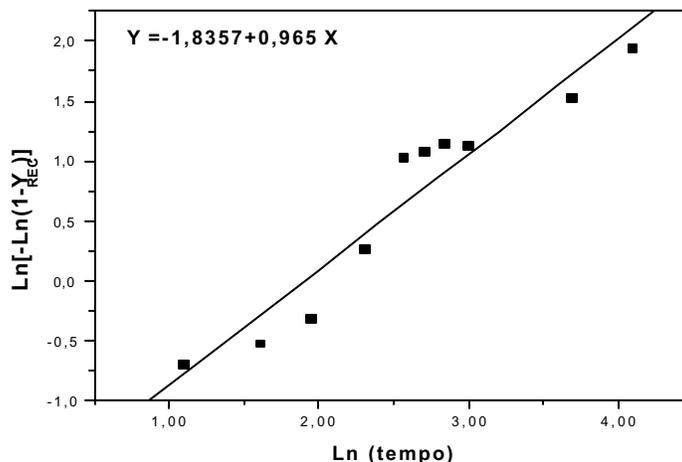


Figura 4.23. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para temperatura de recozimento de 335°C .

As energias de ativação do processo, calculadas com base na dureza para as composições 1 e 2, são respectivamente de 94,02 e 118,99 kJoules.

4.3. Tração Uniaxial

4.3.1. Composição 1 – Al-0,8Fe-0,59Si

Como resultado dos ensaios de tração uniaxial, onde foram avaliados o limite de escoamento e o alongamento nas direções longitudinal e transversal à deformação (laminação) para uma única temperatura (315°C), obtivemos valores bem diferentes, em relação aos encontrados para dureza, no que diz respeito aos parâmetros da equação da fração recristalizada segundo o modelo de J-M-A. Diferenças entre as cinéticas de recristalização para as direções longitudinal e transversal também foram encontradas. Para o limite de escoamento, na direção longitudinal, observamos uma queda significativa na tensão após 20 minutos de tratamento, enquanto que, para a direção transversal, a queda na tensão só ocorre após 30 minutos de tratamento, como mostrado na figura 4.24. No estado encruado os valores desta propriedade, nas duas direções, são iguais a 205 MPa, aproximadamente. Passados 5 minutos próximo à temperatura de recozimento (315°C), o limite de escoamento na direção longitudinal (laminação) cai para 190 MPa, enquanto que, para direção transversal, permanece inalterado. A partir de 20 minutos de tratamento o limite de escoamento para a direção transversal passa a diminuir regularmente. Os gráficos da figura 4.25 mostram comportamentos bem semelhantes, para a fração recristalizada em função do tempo, entre as amostras nas duas direções, diferindo apenas nos instantes final e inicial. Os parâmetros k e n da equação da fração recristalizada segundo J-M-A, calculados a partir dos diagramas das figuras 4.26 e 4.27, são respectivamente 0,01676 e 0,89292 para as amostras ensaiadas na direção longitudinal e, 0,01505 e 1,2957 para as ensaiadas na direção transversal à laminação. As equações das frações recristalizadas que expressam a cinética de recristalização nas duas direções, longitudinal e transversal, são respectivamente $Y = 1 - \exp [-(0,01676t)^{0,89292}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,01505t)^{1,2957}]$. O tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material, de acordo com as equações de J-M-A, seria de aproximadamente 520 minutos para a direção longitudinal e 295 minutos para a transversal.

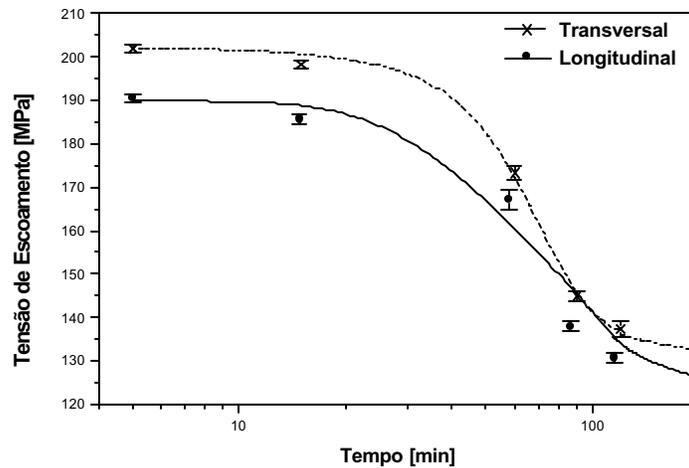


Figura 4.24. Curva dos limites de escoamento nas direções longitudinal e transversal à laminação – 315°C.

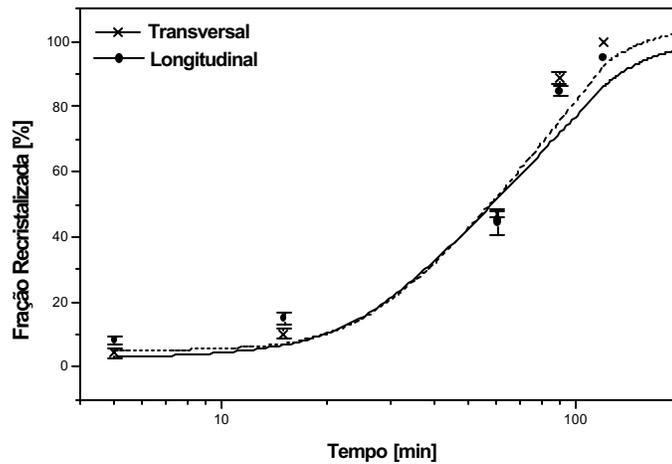


Figura 4.25. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 315°C.

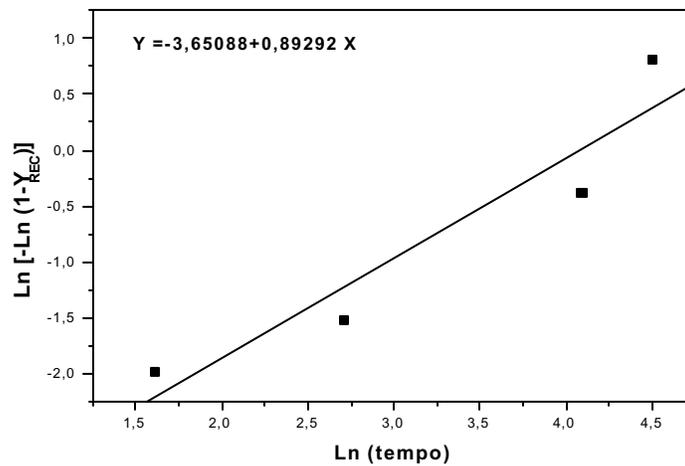


Figura 4.26. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 315°C.

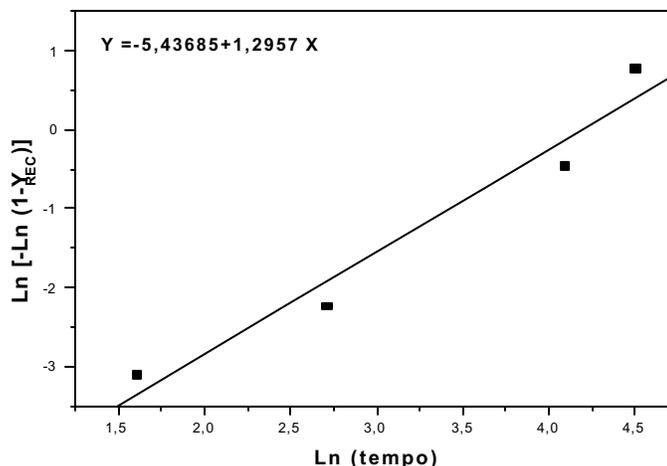


Figura 4.27. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 315°C.

As curvas de evolução do alongamento mostram que, em relação a esta propriedade, a recristalização não é plena para tempos inferiores a 120 minutos. Para o alongamento na direção longitudinal, verificou-se um aumento significativo desta propriedade logo nos primeiros minutos de tratamento. Após 15 minutos a 315°C, o alongamento encontrado era da ordem de 5% e, aos 120 minutos, era de 19%. Em contra partida, para a direção transversal, o alongamento praticamente não se alterou até os 20 minutos de tratamento. Após 60 minutos, o alongamento era da ordem de 7%, enquanto aos 120 minutos, era de 16%. A figura 4.28 mostra que, na direção longitudinal, o alongamento cresce mais rapidamente que na direção transversal. Esta tendência é ratificada pela evolução da fração recristalizada, mostrada no gráfico da figura 4.29. Os valores de k e n , calculados a partir dos diagramas das figuras 4.30 e 4.31, são respectivamente 0,01514 e 1,27422, para direção longitudinal, e 0,008207 e 0,79114, para direção transversal. Para este caso, as equações que expressam a cinética de recristalização para as direções longitudinal e transversal são, respectivamente, $Y = 1 - \exp [-(0,01514t)^{1,27422}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,008207t)^{0,79114}]$. De acordo com a equação de J-M-A, o tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material é de aproximadamente 300 minutos para o primeiro caso e 1400 minutos para o segundo.

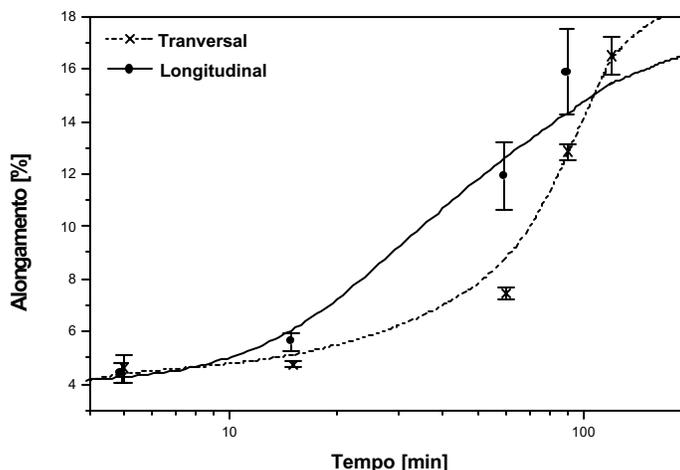


Figura 4.28. Curva dos alongamentos nas direções longitudinal e transversal à laminação – 315°C.

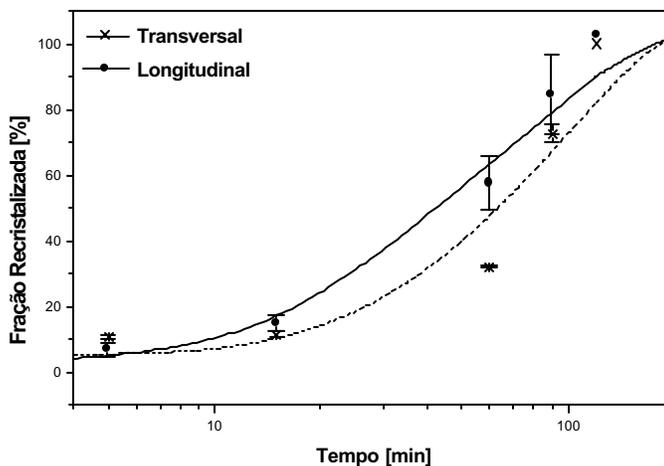


Figura 4.29. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 315°C.

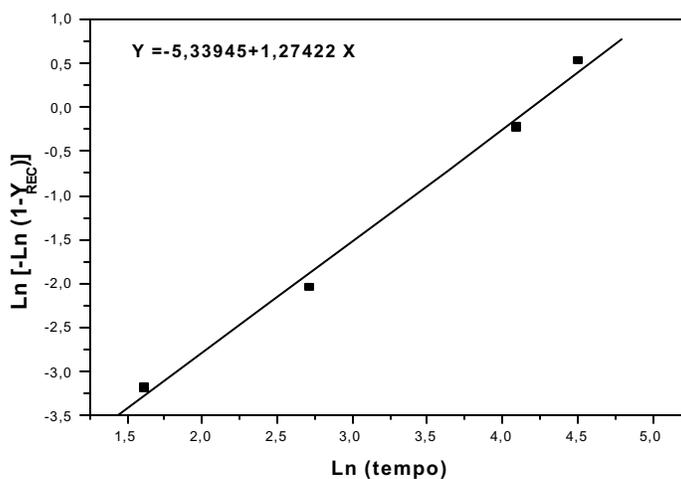


Figura 4.30. Diagrama $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 315°C.

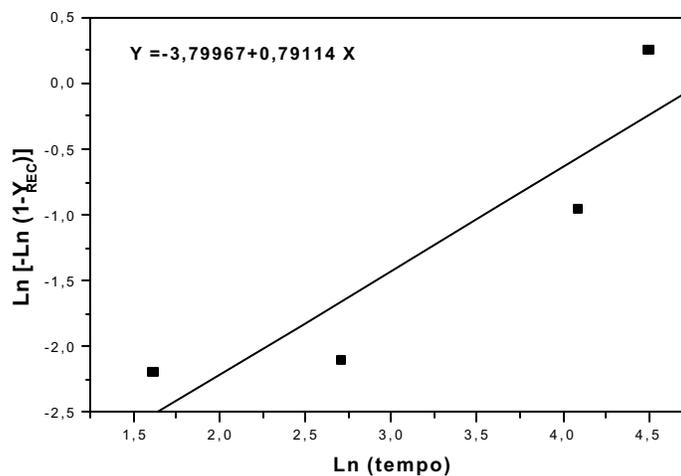


Figura 4.31. Diagrama $\ln[-\ln(1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 315°C.

4.3.2. Composição 2 – Al-0,84Fe-0,63Si

Recozimento a 305°C

Para o limite de escoamento na direção longitudinal, observamos uma queda acentuada na tensão a partir dos 20 minutos de tratamento, enquanto que, para a direção transversal, a queda na tensão só ocorre após os 40 minutos, como mostrado na figura 4.32. No estado encruado, os valores desta propriedade nas direções longitudinal e transversal são, respectivamente, 187 e 196 MPa. Passados 100 minutos, o limite de escoamento na direção longitudinal cai para 158 MPa, e, na direção transversal, para 167 MPa. Os gráficos da figura 4.33 mostram comportamentos bem semelhantes para a fração recristalizada em função do tempo entre as amostras nas duas direções, diferindo apenas nos instantes iniciais. Os parâmetros k e n da equação da fração recristalizada segundo J-M-A, calculados a partir dos diagramas das figuras 4.34 e 4.35, são respectivamente 0,00749113 e 0,94447 para a direção longitudinal e, 0,0074198 e 1,19498 para a direção transversal. As equações das frações recristalizadas para as duas direções são respectivamente $Y = 1 - \exp [-(0,00749113t)^{0,94447}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,0074198t)^{1,19498}]$. O tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material, de acordo com as equações de J-M-A, seria de aproximadamente 1033 minutos para a direção longitudinal e 679 minutos para a transversal.

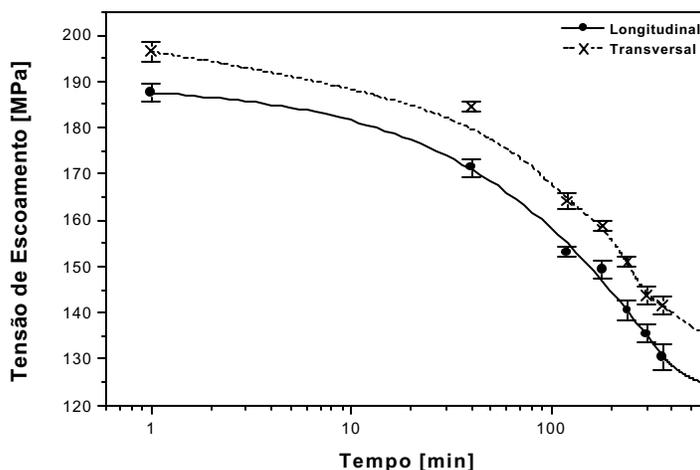


Figura 4.32. Curva dos limites de escoamento nas direções longitudinal e transversal à laminação – 305°C.

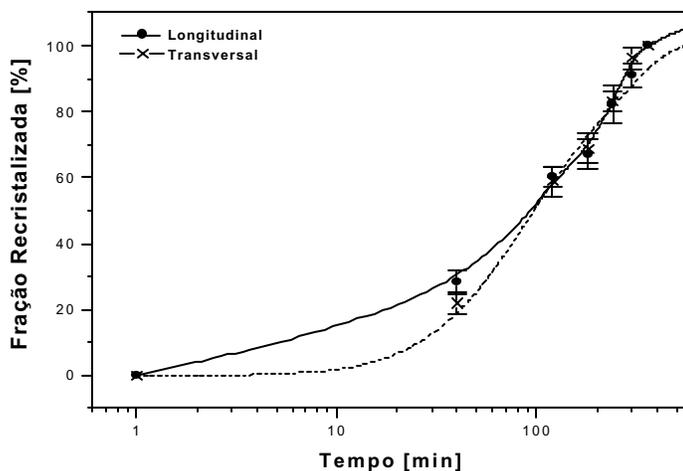


Figura 4.33. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 305°C.

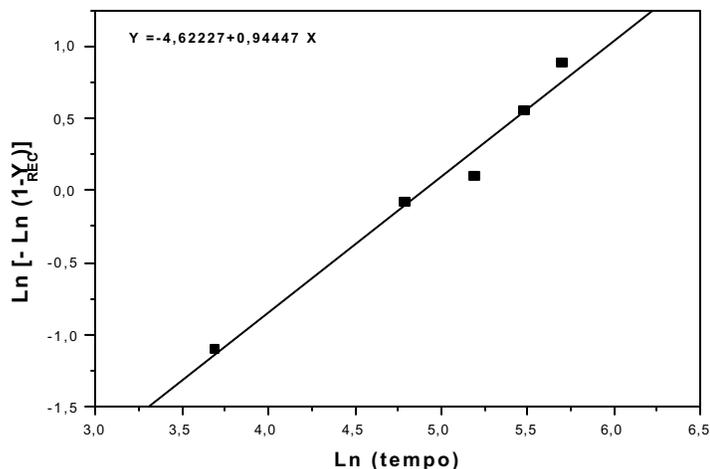


Figura 4.34. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 305°C.

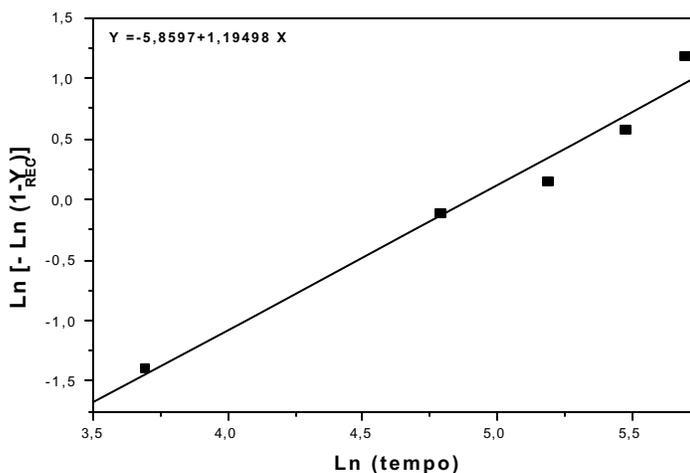


Figura 4.35. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 305°C.

No que diz respeito ao alongamento, os resultados mostram que a recristalização não é plena para tempos inferiores a 400 minutos. Para a direção longitudinal, verificou-se um aumento significativo do alongamento só a partir dos 40 minutos de tratamento. Após 100 minutos a 305°C, o alongamento encontrado ainda era muito baixo, da ordem de 9% e, aos 300 minutos, era de 14%. Da mesma maneira, para a direção transversal, o alongamento praticamente não se alterou até os 40 minutos de tratamento. Após 100 minutos, o alongamento era da ordem de 8%, enquanto aos 300 minutos, este passa para 11%. De acordo com a figura 4.36, o alongamento na direção longitudinal cresce mais rapidamente que na direção transversal. Esta tendência é ratificada pela evolução da fração recristalizada, mostrada no gráfico da figura 4.37. Os valores de k e n , calculados a partir dos diagramas das figuras 4.38 e 4.39, são respectivamente 0,0060294 e 1,99563, para direção longitudinal, e 0,00540903 e 1,57608, para direção transversal. Para este caso, as equações que expressam a cinética de recristalização para as direções longitudinal e transversal são, respectivamente, $Y = 1 - \exp [-(0,0060294t)^{1,99563}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,00540903t)^{1,57608}]$. De acordo com a equação de JM-A, o tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material é de aproximadamente 436 minutos para o primeiro caso e 630 minutos para o segundo.

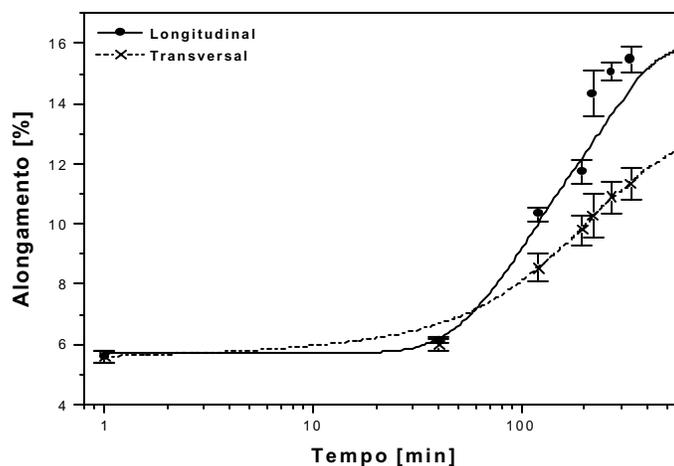


Figura 4.36. Curva dos alongamentos nas direções longitudinal e transversal à laminação – 305°C.

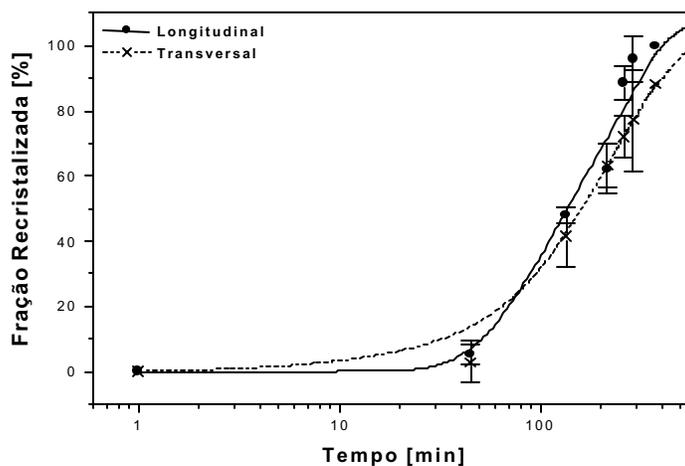


Figura 4.37. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 305°C.

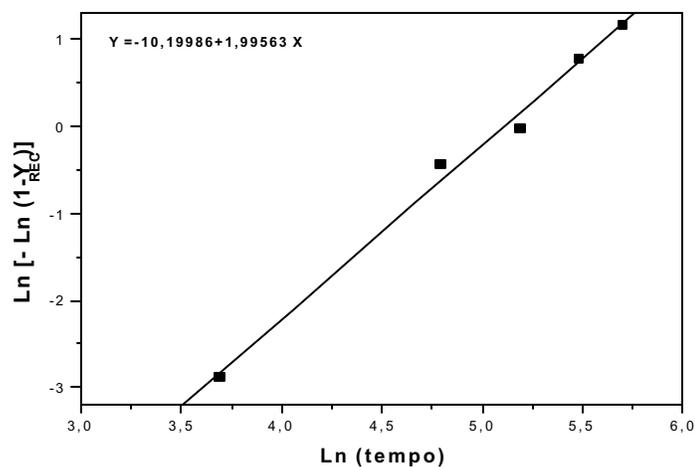


Figura 4.38. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 305°C.

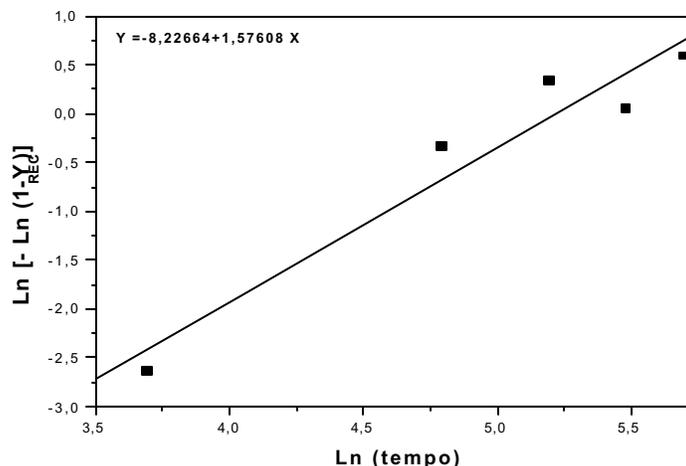


Figura 4.39. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 305°C.

Recozimento a 315°C

Para o limite de escoamento na direção longitudinal, observamos uma queda acentuada desta propriedade a partir dos 10 minutos de tratamento, enquanto que, para a direção transversal, só após os 20 minutos, como mostrado na figura 4.40. Após 100 minutos de tratamento, os valores das tensões de escoamento para as direções longitudinal e transversal caem de 180 e 188 MPa, respectivamente, para 150 e 160 MPa. Os gráficos da figura 4.41 mostram comportamentos bem semelhantes, para a fração recrystalizada em função do tempo, entre as amostras nas duas direções. Os parâmetros k e n da equação da fração recrystalizada segundo J-M-A, calculados a partir dos diagramas das figuras 4.42 e 4.43, são respectivamente 0,0060311 e 1,11 para as amostras ensaiadas na direção longitudinal e, 0,0065679 e 1,06539 para as ensaiadas na direção transversal à laminação. As equações das frações recrystalizadas para as duas direções, respectivamente, são $Y = 1 - \exp [-(0,0060311t)^{1,11}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,0065679t)^{1,06539}]$. O tempo necessário para recrystalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material, de acordo com as equações de J-M-A, seria de aproximadamente 946 minutos para a direção longitudinal e 934 minutos para a transversal.

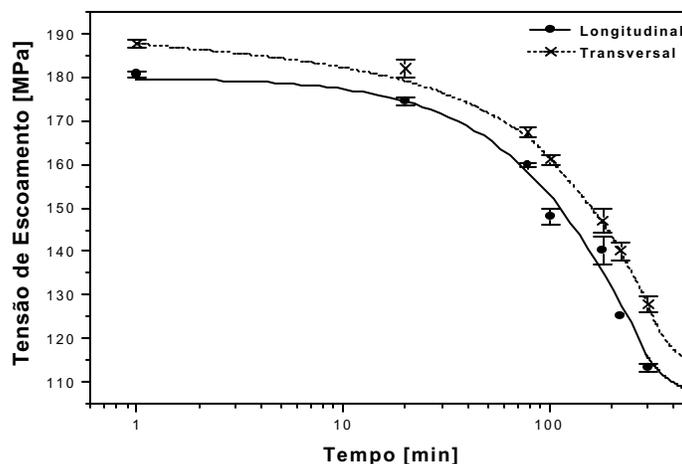


Figura 4.40. Curva dos limites de escoamento nas direções longitudinal e transversal à laminação – 315°C.

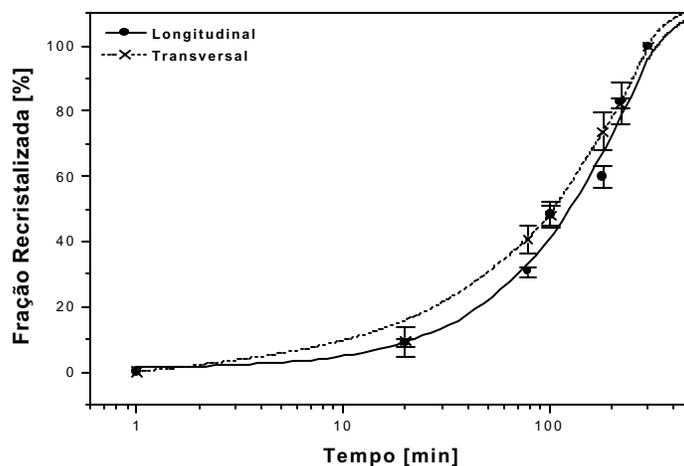


Figura 4.41. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 315°C.

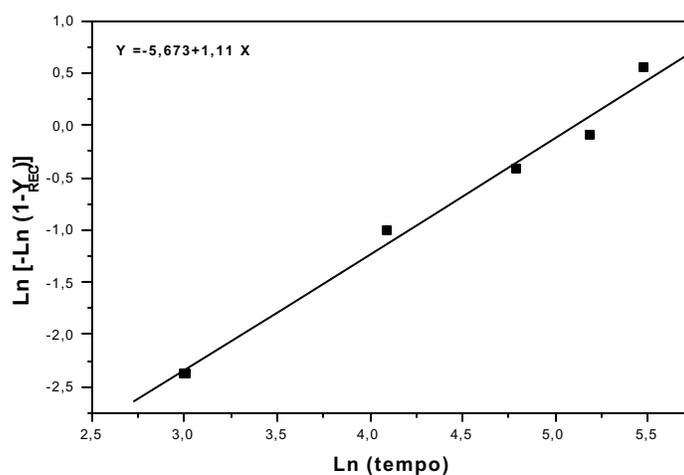


Figura 4.42. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 315°C.

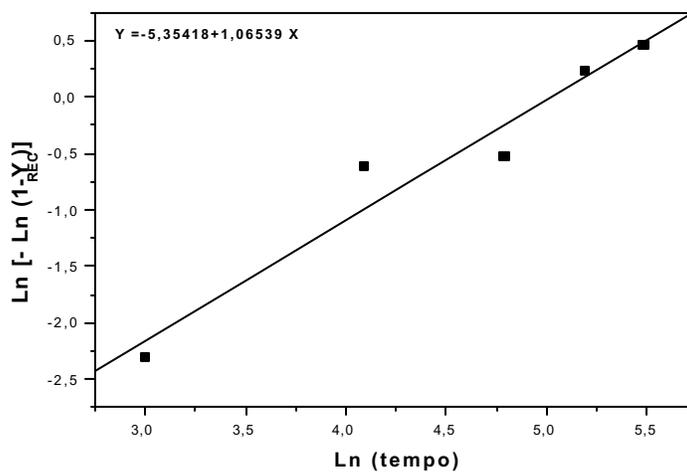


Figura 4.43. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 315°C.

Para o alongamento, verificou-se que nas amostras ensaiadas longitudinalmente, este só se altera a partir dos 20 minutos de tratamento e, nas ensaiadas transversalmente, só após os 40 minutos. No entanto, após 90 minutos a 315°C, o alongamento na direção longitudinal praticamente dobra, passando de 6,1 para 12%, enquanto que, na direção transversal, este passa de 6,06 para 8,80%, como mostrado na figura 4.44. A evolução da fração recristalizada em função do tempo é mostrada no gráfico da figura 4.45. Os valores de k e n , calculados a partir dos diagramas das figuras 4.46 e 4.47, são respectivamente 0,00657334 e 1,30272, para direção longitudinal, e 0,006265995 e 1,18208, para direção transversal. Para este caso, as equações que expressam a cinética de recristalização para as direções longitudinal e transversal são, respectivamente, $Y = 1 - \exp [-(0,00657334t)^{1,30272}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,006265995t)^{1,18208}]$. De acordo com a equação de J-M-A, o tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material é de aproximadamente 670 minutos para o primeiro caso e 818 minutos para o segundo.

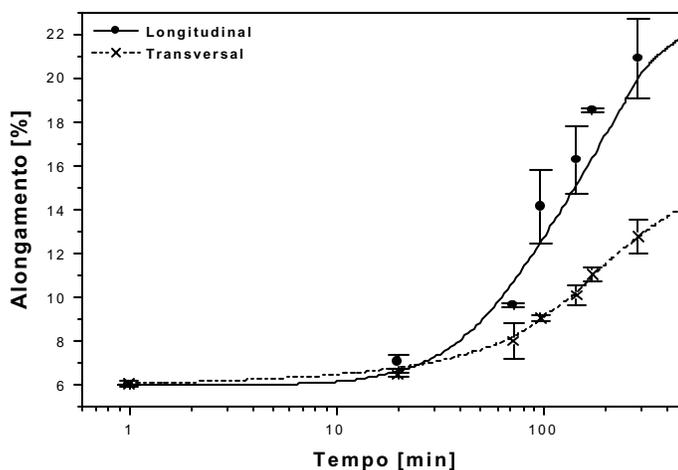


Figura 4.44. Curva dos alongamentos nas direções longitudinal e transversal à laminação – 315°C.

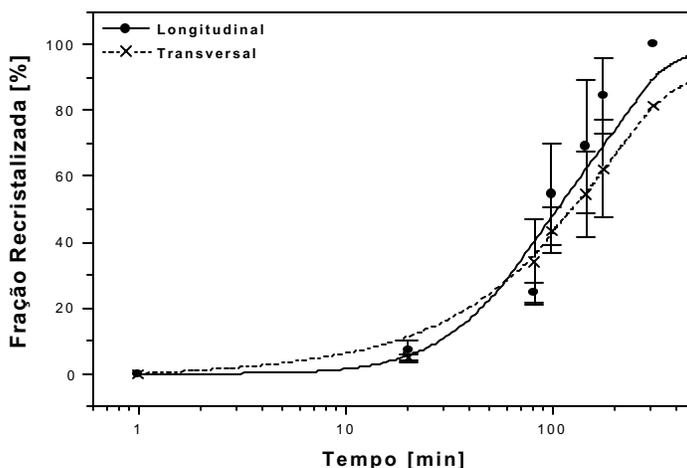


Figura 4.45. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 315°C.

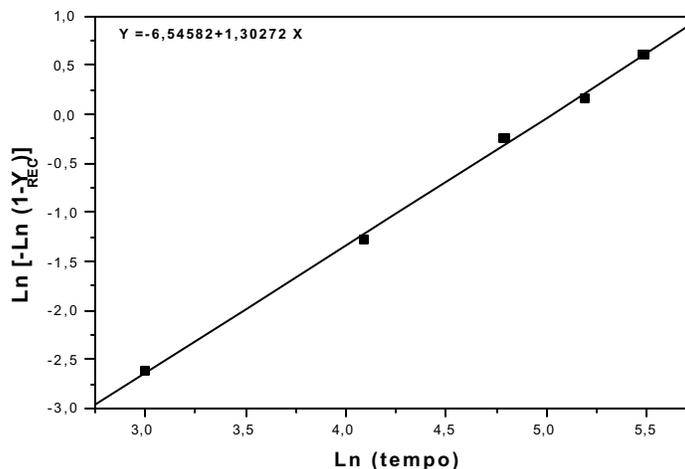


Figura 4.46. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 315°C.

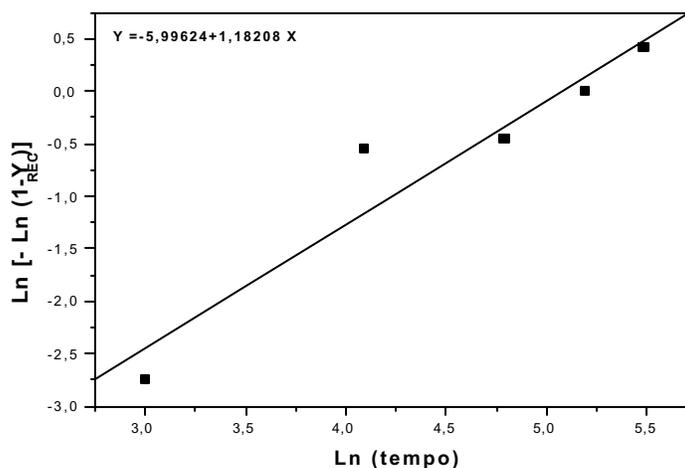


Figura 4.47. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 315°C.

Recozimento a 325°C

Após 10 minutos de tratamento a esta temperatura, observamos uma queda acentuada do limite de escoamento nas duas direções, longitudinal e transversal. Passados 100 minutos, o valor da tensão de escoamento na direção longitudinal cai de 180 para 142 MPa e, na direção transversal, de 185 para 149 MPa, como mostrado no gráfico da figura 4.48. Os gráficos da figura 4.49 mostram comportamentos bem semelhantes, para a fração recristalizada em função do tempo, entre as amostras nas duas direções. Os parâmetros k e n da equação da fração recristalizada segundo J-M-A, calculados a partir dos diagramas das figuras 4.50 e 4.51, são respectivamente 0,01328198 e 1,06894 para as amostras ensaiadas na direção longitudinal e, 0,01426171 e 1,06077 para as ensaiadas na direção transversal à laminação. As equações das frações recristalizadas para as duas direções, respectivamente, são $Y = 1 - \exp [-(0,01328198t)^{1,06894}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,01426171t)^{1,06077}]$. O tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material, de acordo com as equações de J-M-A, seria de aproximadamente 459 minutos para a direção longitudinal e 434 minutos para a transversal.

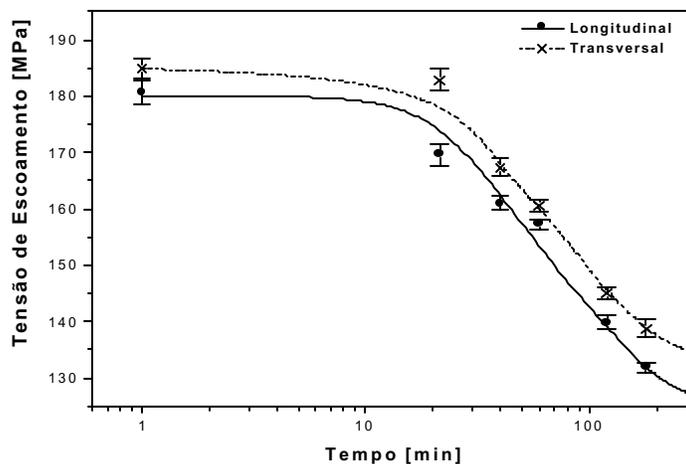


Figura 4.48. Curva dos limites de escoamento nas direções longitudinal e transversal à laminação – 325°C.

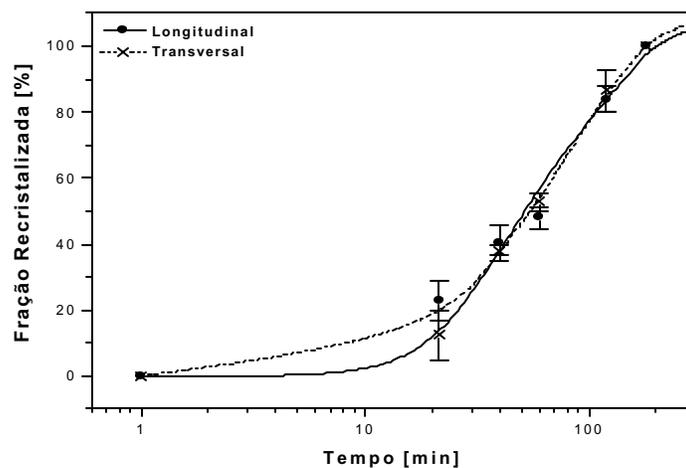


Figura 4.49. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 325°C.

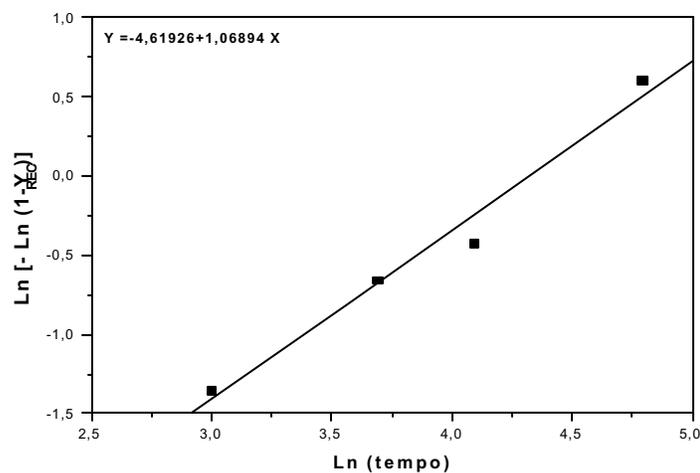


Figura 4.50. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 325°C.

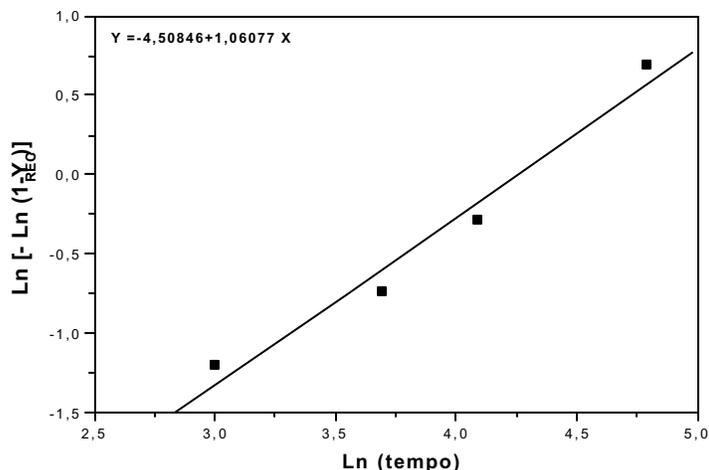


Figura 4.51. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 325°C.

O gráfico da figura 4.52 mostra a evolução do alongamento em função do tempo de tratamento, onde se verificou que, para as amostras ensaiadas longitudinalmente, o alongamento só se altera a partir dos 20 minutos de tratamento e, para as ensaiadas transversalmente, só após os 30 minutos. No entanto, após 150 minutos a 325°C, o alongamento na direção longitudinal praticamente triplica, passando de 6,5 para 18%, enquanto que, na direção transversal, este passa de 6,0 para 11%. A evolução da fração recristalizada em função do tempo é mostrada no gráfico da figura 4.53. Os valores de k e n , calculados a partir dos diagramas das figuras 4.54 e 4.55, são respectivamente 0,00682988 e 1,37908, para direção longitudinal, e 0,00556539 e 1,08783, para direção transversal. Para este caso, as equações que expressam a cinética de recristalização para as direções longitudinal e transversal são, respectivamente, $Y = 1 - \exp [-(0,00682988t)^{1,37908}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,00556539t)^{1,08783}]$. De acordo com a equação de J-M-A, o tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material é de aproximadamente 594 minutos para o primeiro caso e 1062 minutos para o segundo.

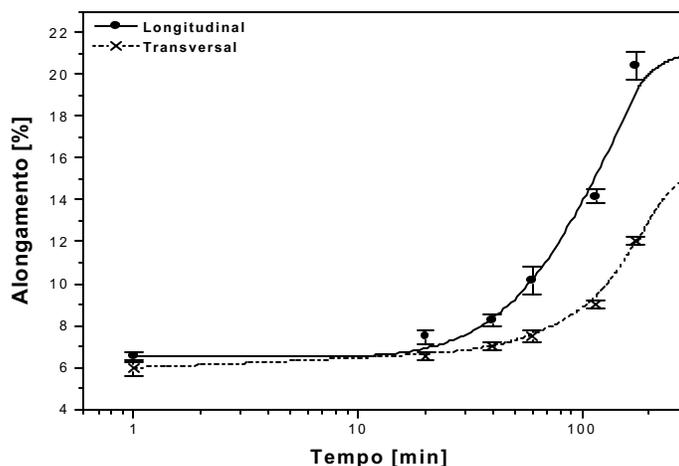


Figura 4.52. Curva dos alongamentos nas direções longitudinal e transversal à laminação – 325°C.

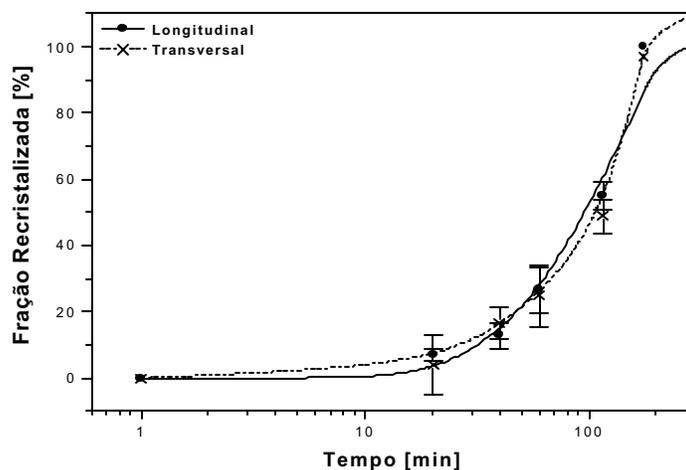


Figura 4.53. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 325°C.

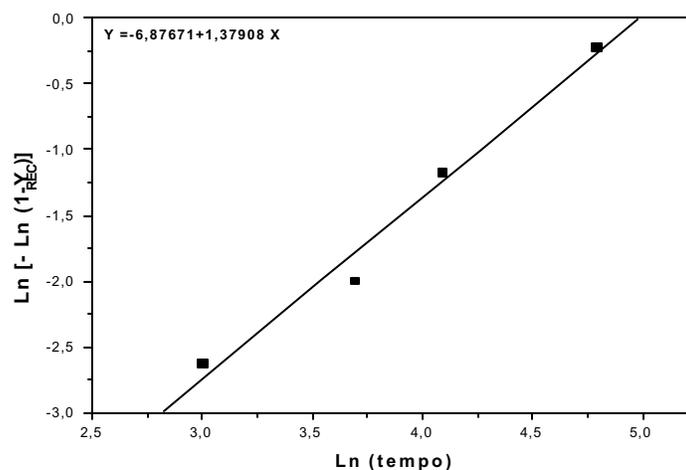


Figura 4.54. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 325°C.

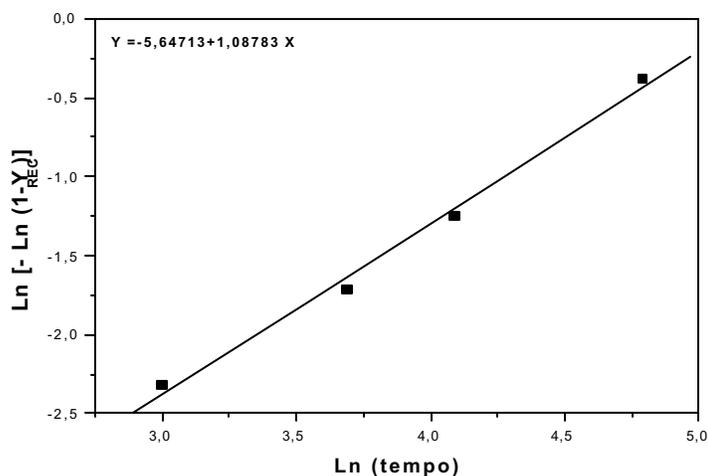


Figura 4.55. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 325°C.

Recozimento a 335°C

Para o limite de escoamento nas duas direções, longitudinal e transversal, verificamos uma redução bastante acentuada desta propriedade a partir dos 20 minutos de tratamento, como mostrado no gráfico da figura 4.56. Após 90 minutos a esta temperatura, o valor da tensão de escoamento cai de 178 para 124 MPa, na direção longitudinal, e de 183 para 139 MPa, na direção transversal. O gráfico da figura 4.57 mostra que, nos instantes iniciais, há um adiantamento na fração recristalizada das amostras ensaiadas na direção transversal à laminação em relação às ensaiadas na direção longitudinal. Contudo, a partir dos 74 minutos de tratamento, a situação se inverte. Os parâmetros k e n da equação da fração recristalizada segundo J-M-A, calculados a partir dos diagramas das figuras 4.58 e 4.59, são respectivamente 0,0155964 e 1,48847 para a direção longitudinal e, 0,015492 e 1,35805 para a direção transversal. As equações das frações recristalizadas para as duas direções são respectivamente $Y = 1 - \exp [-(0,0155964t)^{1,48847}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,015492t)^{1,35805}]$. O tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material, de acordo com as equações de J-M-A, seria de aproximadamente 235 minutos para a direção longitudinal e 268 minutos para a transversal.

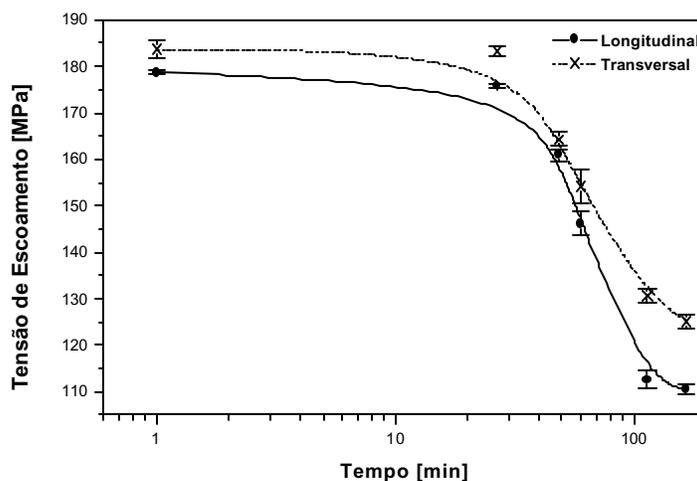


Figura 4.56. Curva dos limites de escoamento nas direções longitudinal e transversal à laminação – 335°C.

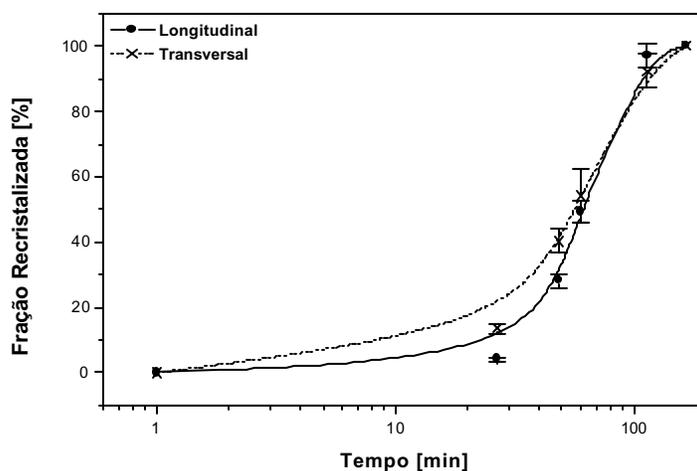


Figura 4.57. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 335°C.

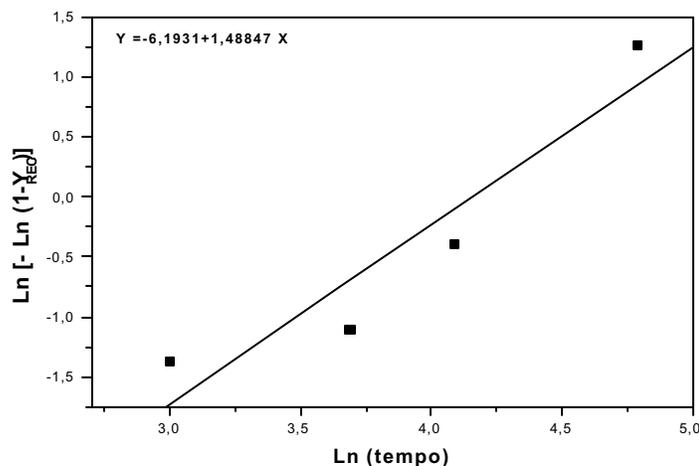


Figura 4.58. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 335°C.

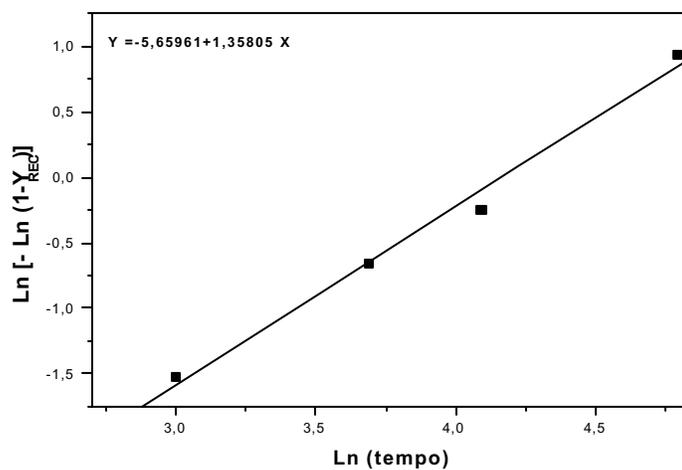


Figura 4.59. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 335°C.

No que diz respeito ao alongamento, o gráfico da figura 4.60 mostra a diferença na evolução desta propriedade entre as direções longitudinal e transversal. Após 90 minutos a 335°C, o alongamento na direção longitudinal praticamente triplica, passando de 6,0 para 17%, enquanto que, na direção transversal, este passa de 6,1 para 12,5%. A evolução da fração recristalizada em função do tempo para as duas direções é mostrada no gráfico da figura 4.61. Os valores de k e n , calculados a partir dos diagramas das figuras 4.62 e 4.63, são respectivamente 0,00704074 e 1,08262, para direção longitudinal, e 0,011204 e 1,18129, para direção transversal. Para este caso, as equações que expressam a cinética de recristalização para as direções longitudinal e transversal são, respectivamente, $Y = 1 - \exp [-(0,00704074t)^{1,08262}]$ e $Y = 1 - \exp [-(0,011204 t)^{1,18129}]$. De acordo com a equação de JM-A, o tempo necessário para recristalizar totalmente ($Y = 99,9\%$) o material é de aproximadamente 846 minutos para o primeiro caso e 458 minutos para o segundo.

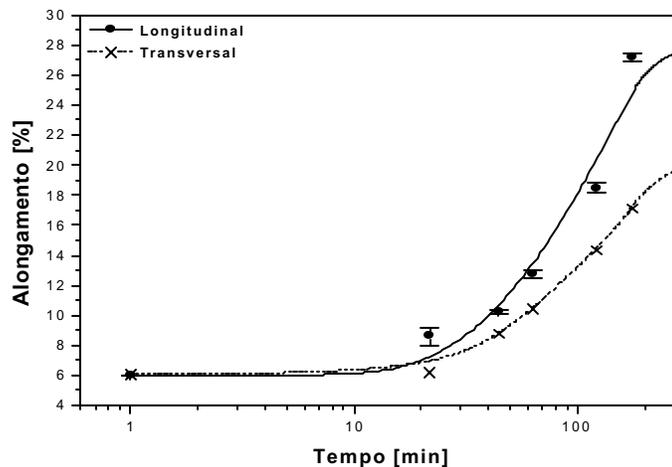


Figura 4.60. Curva dos alongamentos nas direções longitudinal e transversal à laminação – 335°C.

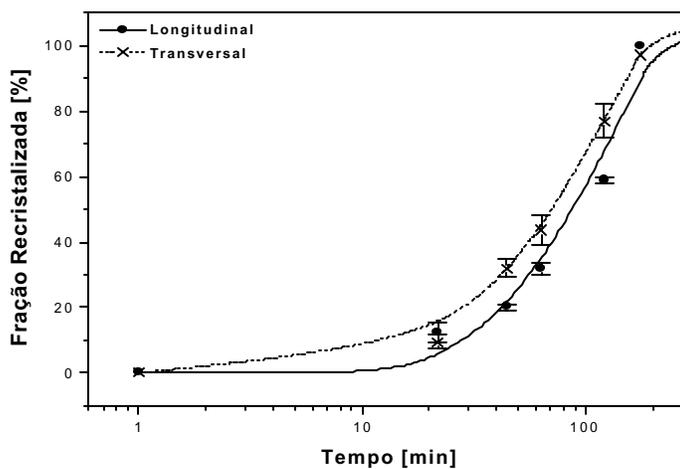


Figura 4.61. Curva das frações recristalizadas nas direções longitudinal e transversal à laminação – 335°C.

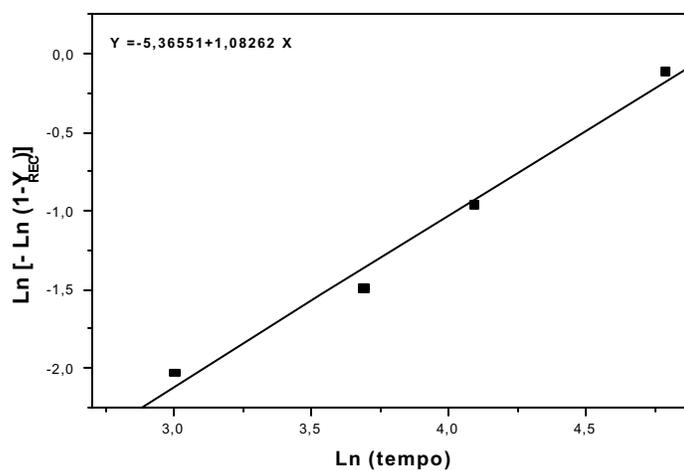


Figura 4.62. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção longitudinal – 335°C.

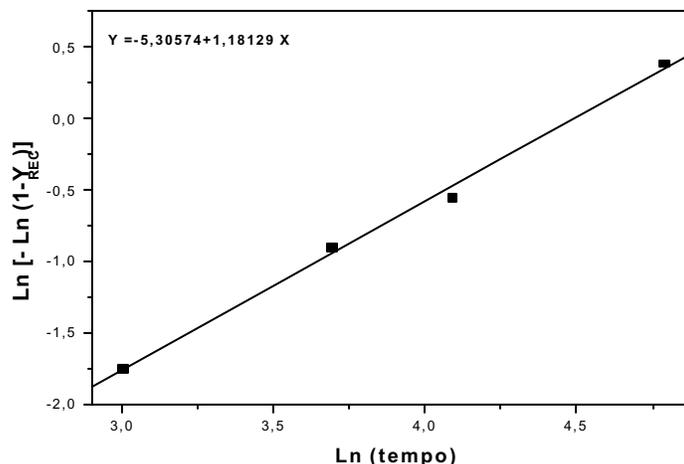


Figura 4.63. Diagrama $\ln [-\ln (1-y)]$ versus $\ln(t)$ para direção transversal – 335°C.

As energias de ativação do processo, calculadas a partir dos resultados de tração uniaxial para as direções longitudinal e transversal à laminação, são respectivamente de 131,59 e 118,85 kJoules.

4.4. Análise Microestrutural

Os resultados em microscopia eletrônica de transmissão (MET), aliados à espectrometria à dispersão de energia – EDS, mostraram que a liga Al-0,80Fe-0,59Si tratada em tempos longos a 315°C apresenta em algumas regiões uma quantidade bastante significativa de partículas microsegregadas em algumas partes da matriz que, de acordo com Ferreira et al (2002), dizem respeito à fase AlFe, além de precipitados que, segundo Porter & Easterling (1992), correspondem à fase θ -CuAl₂ (figura 4.64) que, devido a sua baixa fração volumétrica não nos permitiu identifica-las por raios-x. Verificou-se, também, que mesmo após 80 minutos de tratamento, a liga apresentava, em algumas regiões do plano de deformação (111), uma razoável concentração de discordâncias (figura 4.65).

A figura 4.66 mostra a presença de segregados sem uma interface definida (quasi-partículas), característicos de decomposição spinodal, além de linhas de discordâncias que se estendem por todo o subgrão até o contorno. A denominação de quasi-partículas deve-se ao fato das mesmas não terem uma interface definida. Estas quasi-partículas são na realidade um aglomerado de átomos de soluto segregados (ordenamento local) produzido por decomposição spinodal. Este fato é demonstrado pelas figuras de difração (figuras 4.66 e 4.67) onde ver-se apenas planos (taxas) relativas à matriz. Pode-se observar na micrografia da figura 4.67, que ao passar através de uma quasi-partícula (domínio rico em ferro e silício), as linhas de discordâncias não sofrem grandes perturbações. Da mesma forma, o segregado não se altera ao ser transpassado pelas discordâncias. Esta figura também nos mostra que o plano $\{100\}$ apresenta-se como um plano de deslizamento para o sistema Al-Fe-Si.

A interação entre contornos de subgrãos, gerados a partir da interface produzida pela união de dois planos de deslizamento, e linhas de discordâncias em uma amostra parcialmente recristalizada (deslizamento cruzado), pode ser observada na micrografia da figura 4.68. A figura 4.69 mostra em detalhe linhas de discordâncias atravessando uma quasi-partícula, sem uma interface definida, ricas em ferro e silício (em processo de ordenamento) numa região do plano (111) parcialmente recristalizada. Após 110 minutos a 315°C ainda é possível observar em algumas regiões do plano de deslizamento, vestígios da presença de discordâncias e barreiras através dos segregados remanescentes do processo de recristalização (eutético β -Al₃FeSi), como mostrado na figura 4.70.

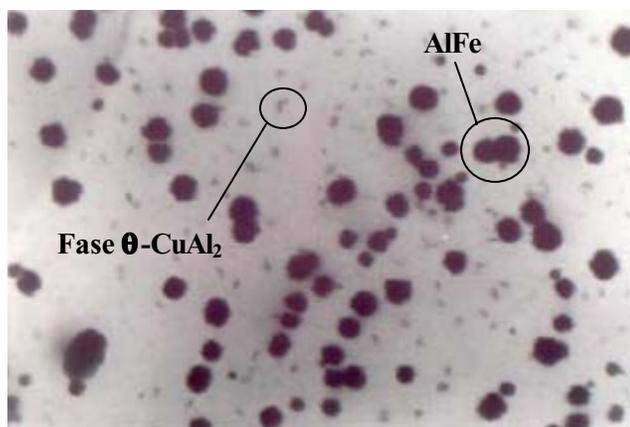


Figura 4.64. Região completamente recristalizada contendo soluto segregado (AlFe e θ -CuAl₂). Amostra recozida por 80 minutos a 315°C. MET 27.000x

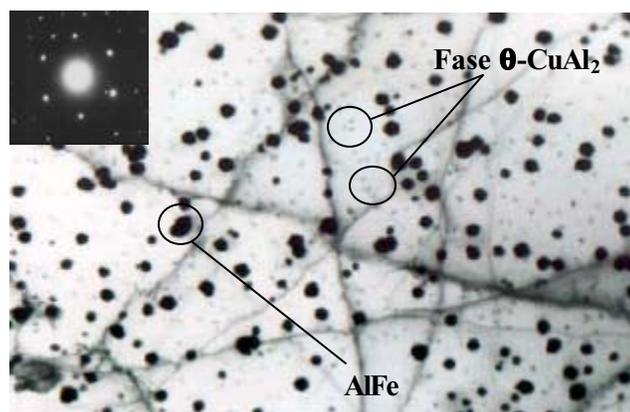


Figura 4.65. Região parcialmente recristalizada do plano (111) contendo algumas linhas de discordâncias e soluto segregado (AlFe e θ -CuAl₂). Amostra recozida por 80 minutos a 315°C. MET 14.000x.

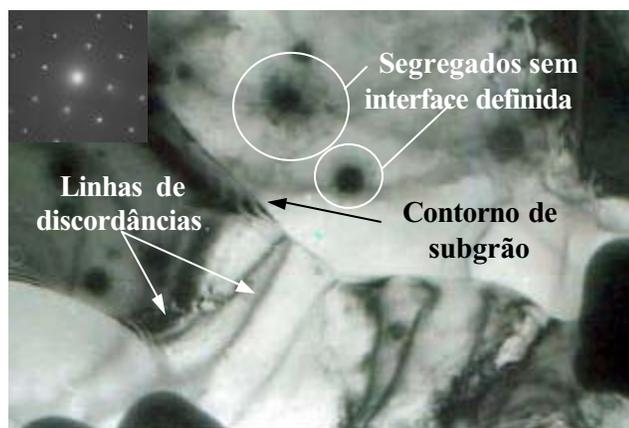


Figura 4.66. Região do plano (100) próxima a um contorno de subgrão revelando a presença de discordâncias e quasi-partículas. Amostra recozida por 55 minutos a 315°C. MET 40.000x.

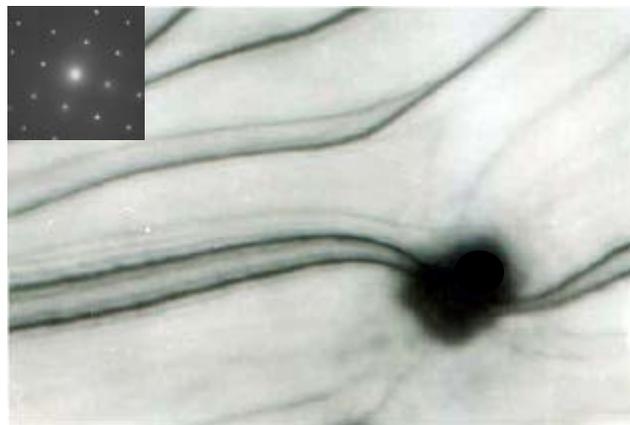


Figura 4.67. Linhas de discordâncias em um plano da família $\{100\}$ atravessando uma quasi-partícula de segunda fase (AlFeSi). Amostra recozida por 55 minutos a 315°C. MET 67.000x.

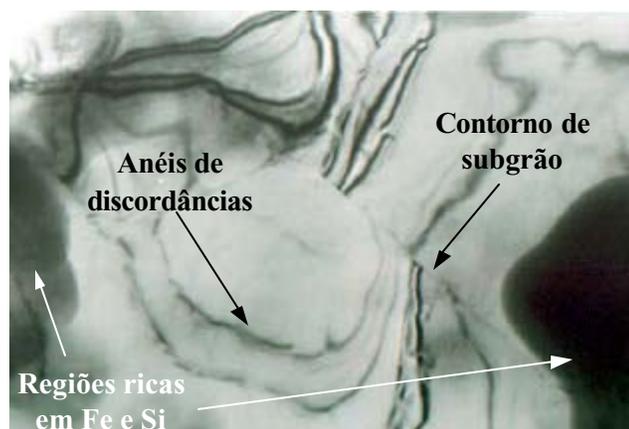


Figura 4.68. Anéis de discordâncias limitados por um contorno de subgrão produzido pelo deslizamento cruzado. Amostra recozida por 55 minutos a 315°C. MET 80.000x.

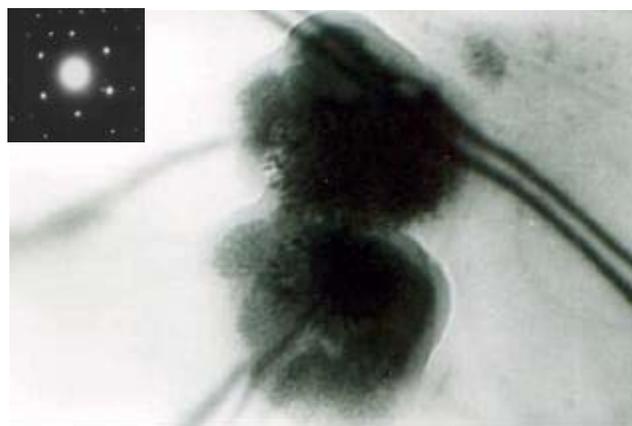


Figura 4.69. Quasi-partículas segregadas, ricas em ferro e silício, sem uma interface definida, sendo atravessadas por linhas de discordâncias no plano (111). Amostra recozida por 70 minutos à 315°C. MET 200.000x.

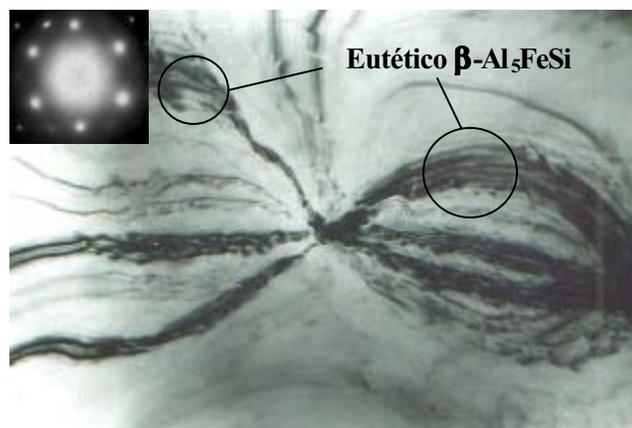


Figura 4.70. Segregados remanescentes (eutético β -Al₅FeSi) – traços de “barreiras” referentes à presença de discordâncias. Região recristalizada do plano (111) rica em ferro e silício. Amostra recozida por 110 minutos à 315°C. MET 67.000x.

A análise em microscopia óptica revelou diferenças bastante significativas na morfologia dos grãos entre as diferentes condições consideradas. O efeito textura de deformação decorrente do processo de laminação para a liga Al-0,84Fe-0,63Si é mostrado na micrografia da figura 4.71. Observa-se, neste caso, uma estrutura de grãos fortemente deformados ($\delta = 80\%$), alongados segundo a direção da laminação. Após 40 minutos a 315°C, o efeito direcional já não é tão evidente quanto na condição anterior, uma vez que a estrutura, mostrada na figura 4.72, se encontra parcialmente restaurada devido ao processo de recristalização. Passados 120 minutos, não é mais possível observar o efeito direcional da laminação, ou seja, o material apresenta uma estrutura de grãos equiaxiais uniformemente distribuídos, como mostrado na figura 4.73.

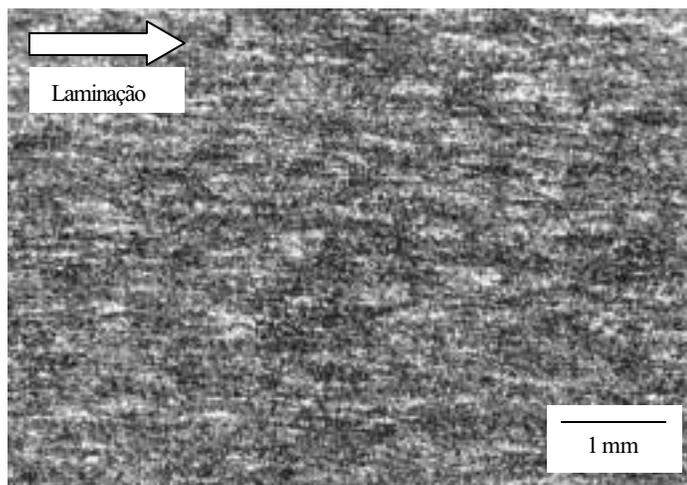


Figura 4.71. Micrografia da liga Al-0,84Fe-0,63Si encruada ($\delta = 80\%$). Aumento: 16x.

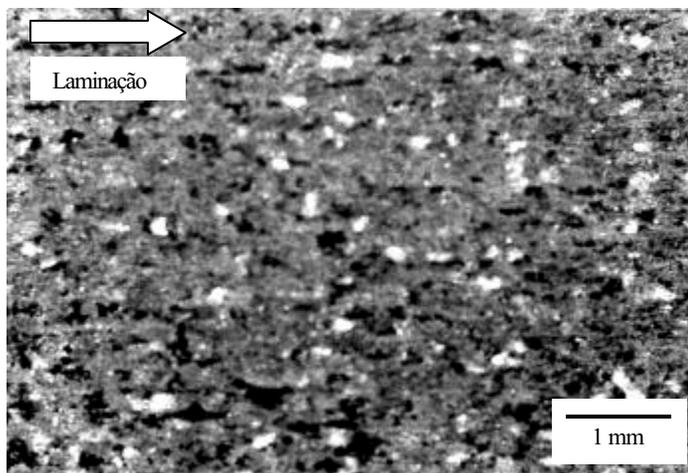


Figura 4.72. Micrografia da liga Al-0,84Fe-0,63Si recozida por 40 minutos a 315°C. Aumento: 16x.

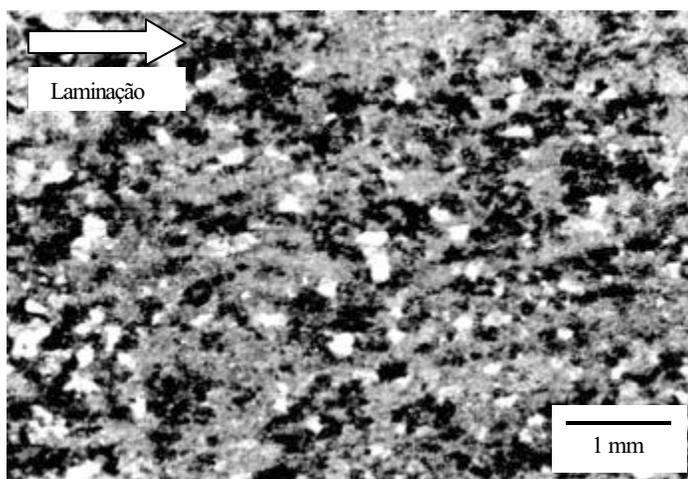


Figura 4.73. Micrografia da liga Al-0,84Fe-0,63Si recozida por 120 minutos a 315°C. Aumento: 16x.

As difrações de raios-x, para as amostras encruada (figura 4.74) e recozida (figura 4.75), mostram o efeito da recristalização sobre os planos de baixos índices da matriz deformada. Tanto as intensidades quanto a posição das raias são afetadas pelo processo de recristalização. O difractograma de raios-x mostrado na figura 4.74 revela um certo grau de astigmatismo, principalmente com relação aos planos de baixos índices, o que sugere que houve alguma anomalia produzida pela laminação da liga. A baixa intensidade desses planos pode ser justificada pela ocorrência de deflexões nos planos mais afetados pela deformação. Em contra partida, o material recristalizado apresenta uma maior intensidade das raias, principalmente aquelas referentes aos planos $\{111\}$ e $\{200\}$, assim como, uma correção do astigmatismo da ordem de $0,89^\circ$ em relação ao material encruado. Além disso, verificou-se uma sensível redução do astigmatismo, passando de $3,03^\circ$ no material encruado, para $2,69^\circ$ no material recozido. Esse comportamento se deve à restauração da estrutura cristalina proporcionada pela recristalização do material.

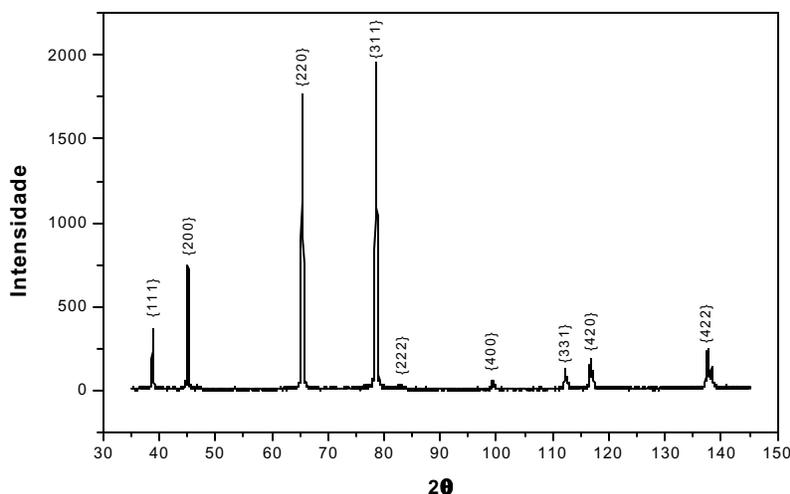


Figura 4.74. Difractograma de raios-x da liga Al-0,80Fe-0,59Si encruada ($\delta = 80\%$).

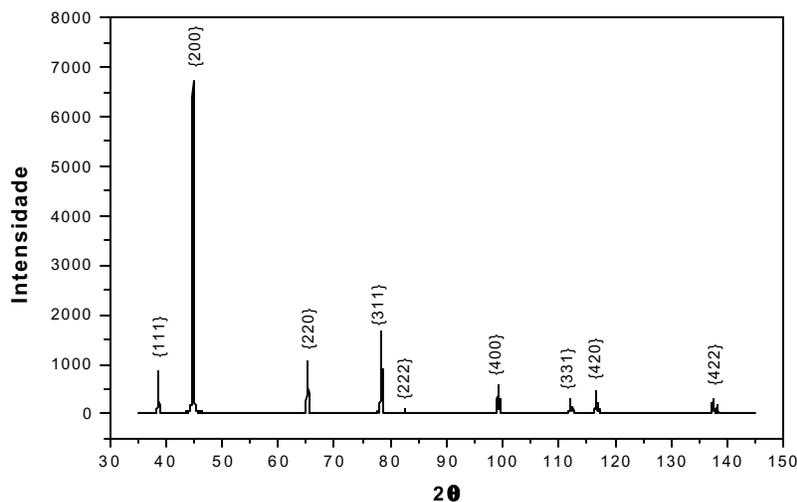


Figura 4.75. Difractograma de raios-x da liga Al-0,80Fe-0,59Si recozida por 120 minutos à 315°C.

4.5. Ensaio de Embutimento – Erichsen

No que diz respeito ao ensaio de embutimento, este foi realizado com a finalidade de avaliar a deformabilidade de materiais destinados a operações de conformação. Neste contexto, foram analisadas amostras em duas condições distintas: com 5 e 95% de fração recristalizada, para cada temperatura de recozimento (305, 315, 325 e 335°C). A figura 4.76 mostra um corpo de prova da liga Al-0,84Fe-0,63Si tratada a 325°C, com 5% de fração recristalizada, submetido ao ensaio Erichsen. Observa-se, neste caso, uma intensa deformação na região de ruptura do corpo de prova, caracterizada pelas diferenças entre as alturas dos vales e dos picos da borda da cabta. Os valores encontrados são mostrados na tabela 4.1. Diferenças entre as alturas dos vales, nos sentidos longitudinal e transversal à laminação, também foram encontradas e são mostradas na tabela 4.2. Na figura 4.77, temos um corpo de prova da liga Al-0,84Fe-0,63Si tratada a 325°C com 95% de fração recristalizada, o qual apresenta apenas uma leve deformação na região de ruptura quando comparada ao caso anterior. Resultados semelhantes foram obtidos para a liga tratada a 305, 315 e 335°C.

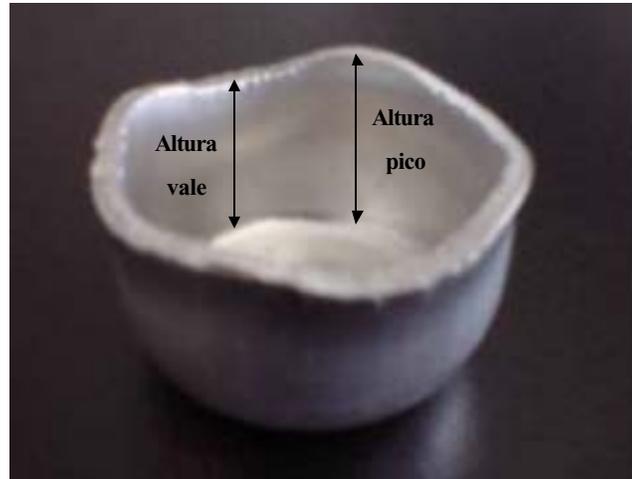


Figura 4.76. Liga Al-0,84Fe-0,63Si parcialmente recristalizada a 325°C (apresentando 5% de fração recristalizada) submetida ao ensaio de embutimento.



Figura 4.77. Liga Al-0,84Fe-0,63Si parcialmente recristalizada a 325°C (apresentando 95% de fração recristalizada) submetida ao ensaio de embutimento.

Tabela 4.1. Resultado do ensaio Erichsen relativo à diferença entre as médias das alturas dos vales (IE) e dos picos para a liga Al-0,84Fe-0,63Si recozida a 325°C.

Fração recristalizada	Altura média dos picos [mm]	Altura média dos vales [mm] - IE	Diferença [%]
5 %	24,9	21,6	13,2
35%	24,4	21,3	12,7
65%	24,7	22,0	10,9
95%	23,6	22,2	5,9

Tabela 4.2. Resultado do ensaio Erichsen relativo à diferença entre as alturas dos vales para a liga Al-0,84Fe-0,63Si recozida a 325°C.

Fração recristalizada	Altura do vale longitudinal à laminação [mm]	Altura do vale transversal à laminação [mm]	Diferença [%]
5 %	22,7	21,3	6,2
35%	22,2	21,5	3,1
65%	22,0	21,6	1,8
95%	23,0	22,6	1,7

5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os nossos resultados em ATD mostraram que a única transformação de fase detectada por técnicas calorimétricas, para as duas composições analisadas, é a recristalização. Dessa forma, todas as modificações microestruturais no intervalo compreendido entre a temperatura ambiente e 420°C, excluindo-se a recristalização, são decorrentes da decomposição spinodal, conforme já observado em outros sistemas de ligas, tais como Al-Fe-Mn (Ferreira et al, 1998) e Al-Fe-Mn-Si (Ferreira, 2002). A diferença entre as temperaturas de pico da curva DSC encontrada para as duas composições pode ser justificada pela influência do teor de silício, uma vez que, em trabalhos anteriores, verificou-se que o aumento do teor deste elemento produz um incremento na temperatura de recristalização (Ferreira et al, 2000).

A cinética de recristalização acompanhada pela variação de dureza, apesar das limitações deste processo (medidas pontuais), mostra-se uma importante ferramenta, atuando como orientadora para seleção dos tempos de tratamento em função da temperatura (Woldt and Juul Jensen, 1995). Os resultados experimentais encontrados para esta propriedade apresentaram um bom fator de correlação (tabelas 5.1 e 5.2), mostrando que a curva teórica de Johnson-Mehl-Avrami ajusta-se muito bem aos valores experimentais. Os valores de k e n para os recozimentos a 305°C ($k = 0,2265$ e $n = 1,5273$ – Al-0,8Fe-0,59Si) estão compatíveis com os experimentos realizados em outros sistemas de ligas (Sakaguchi et al, 1986). O elevado tempo necessário à recristalização nesta temperatura pode ser justificado pelo baixo coeficiente difusional (Porter and Easterling, 1992). Para as temperaturas mais elevadas, os valores de k e n determinados para cada caso mostraram-se bem diferentes entre si, evidenciando-se o caráter empírico (ajuste das curvas aos valores experimentais).

Tabela 5.1. Parâmetros da cinética de J-M-A para a dureza da liga Al-0,8Fe-0,59Si.

Temperatura	K	n	Fator de correlação	Recristalização plena
305°C	0,2265	1,5273	0,85902	560 min
315°C	0,0121048	7,74256	0,96997	120 min
325°C	0,0852516	0,91447	0,97816	95 min

Tabela 5.2. Parâmetros da cinética de J-M-A para a dureza da liga Al-0,84Fe-0,63Si.

Temperatura	K	n	Fator de correlação	Recristalização plena
305°C	0,0404988	0,94444	0,95571	191 min
315°C	0,057916	1,15379	0,99080	93 min
325°C	0,068965	1,04428	0,95828	92 min
335°C	0,149228	0,965	0,92228	50 min

Em um material laminado, a cinética recristalização tende a apresentar diferentes equações para fração transformada, desde que obtida a partir de propriedades mecânicas levantadas por tração uniaxial (Lima et al, 2002). Estas diferenças acontecem em função das diferentes direções consideradas pelo ensaio. Os diferentes níveis de encruamento, longitudinal e transversal, produzidos pela laminação, atuam como força motriz de forma diferenciada durante o recozimento, gerando propriedades mecânicas com um elevado grau de anisotropia no material parcialmente recristalizado (tabela 5.3).

Tabela 5.3. Tempos para recristalização plena da liga Al-0,8Fe-0,59Si

Temperatura	Escoamento longitudinal	Escoamento transversal	Alongamento longitudinal	Alongamento transversal
315°C	520 min	295 min	300 min	1400 min

No que diz respeito à influência da composição química, as equações da cinética para o limite de escoamento mostraram que, para o recozimento realizado a 315°C, o tempo para recristalização tende a ser maior na liga de maior teor de silício. A princípio, isto se justifica pelo fato da liga de maior teor ter uma temperatura de recristalização mais elevada. Com relação ao tempo necessário à recristalização plena (99,9% de fração recristalizada) para o alongamento transversal, o fato da liga com maior teor de silício apresentar um menor valor de tempo necessário à restauração desta propriedade, justifica-se pela força motriz que é maior para a liga mais encruada.

O comportamento elástico da liga, analisado pela tensão de escoamento, sempre é incrementado com o aumento da temperatura e, principalmente, do tempo. Para uma dada temperatura, a tensão de escoamento cai com o aumento do tempo de recozimento. Mantendo-se o tempo de tratamento constante, a tensão de escoamento é reduzida por aumento da temperatura. Este comportamento é válido para as duas direções de ensaio, muito embora estas apresentem diferenças na cinética de recristalização devido às forças motrizes (oriundas das tensões elásticas residuais) que são sempre maiores na direção da deformação (Ferreira, 2001). Assim sendo, podemos esperar que a recristalização restaure a elasticidade do material na direção longitudinal mais rapidamente que na direção transversal.

Considerando-se que a recristalização é a única transformação de fase que ocorre durante o recozimento, este comportamento na evolução da elasticidade do material será sempre observado. Entretanto, se olharmos a tabela 5.4, verificamos que, para temperaturas inferiores à de recristalização (valor de pico), o tempo para a restauração das propriedades mecânicas para a direção mais deformada é maior que para a direção menos deformada (transversal). Portanto, de acordo com nossos resultados, a força motriz para recristalização na direção longitudinal só é maior que para a direção transversal quando a temperatura de recozimento for maior que a temperatura de recristalização.

Tabela 5.4. Tempos para recristalização plena da liga Al-0,84Fe-0,63Si.

Temperatura	Escoamento longitudinal	Escoamento transversal	Alongamento longitudinal	Alongamento transversal
305°C	1033 min	679 min	436 min	630 min
315°C	946 min	924 min	670 min	818 min
325°C	459 min	434 min	594 min	1062 min
335°C	235 min	268 min	846 min	458 min

Analisando-se o comportamento plástico durante a evolução do material, verificamos que o alongamento longitudinal apresenta um comportamento inverso daquele que seria esperado. Para as duas direções, verificamos que o tempo necessário à recristalização plena aumenta quando a temperatura de recozimento cresce. Este comportamento anômalo e contrário ao esperado significa que durante o recozimento um outro fenômeno ocorre simultaneamente à recristalização. Os nossos resultados obtidos com MET mostram que, a 315°C, além da decomposição spinodal, partículas de Al-Fe e vestígios de fase θ (CuAl_2) foram encontrados. Admitindo-se que estes resultados possam ser estendidos para as temperaturas mais elevadas, podemos justificar o aumento no tempo necessário à restauração do alongamento pela presença destas partículas, que em baixas frações volumétricas não comprometem o domínio elástico, mas influencia significativamente a plasticidade do material para temperaturas mais elevadas.

Estes resultados, obtidos para o sistema Al-Fe-Si, estão de acordo com outros resultados de sistemas que também apresentam a fase Al-Fe (Ferreira et al, 2000). O mesmo comportamento elástico/plástico obtido para o sistema Al-Fe-Si foi obtido para o sistema Al-Fe-Mn (Ferreira et al, 2002) durante tratamento isotérmico para decomposição.

A queda do tempo necessário para o alongamento transversal a 335°C só se justifica por uma inversão do fenômeno anterior. Sabe-se que a difusão é intensificada, porém, a

temperatura de 335°C é muito baixa para dissolver a fase Al-Fe, portanto, só nos resta como alternativa a dissolução de soluto segregado (o inverso da decomposição spinodal). Estas justificativas são apenas qualitativas e estudos posteriores em MET, preferencialmente de alta resolução, são necessários para melhor esclarecer estas anomalias.

Os resultados obtidos em microscopia eletrônica de transmissão (MET), mostraram que a liga AA 8011 tratada em tempos longos a 315°C apresenta, em algumas regiões, uma quantidade bastante significativa de partículas microsegregadas, além de precipitados em baixa fração volumétrica. De acordo com Ferreira et al (1998), as partículas nucleadas dizem respeito à fase AlFe (originadas das quasi-partículas), enquanto que, segundo Porter & Easterling (1992), os precipitados correspondem à fase θ -CuAl₂. O surgimento destas fases sem que tenham sido detectadas por técnicas calorimétricas, pode ser justificada se considerarmos que a deformação modifica a cinética de decomposição e, com isso, admite-se que, no material ensaiado com um tempo de permanência maior (em relação à análise em DSC) numa temperatura superior à de recristalização, é possível que a nucleação de fases intermediárias tenham sido antecipadas e, dessa forma, tenham ocorrido simultaneamente à recristalização isotérmica. Chamamos a atenção para o fato de que em ligas supersaturadas a decomposição spinodal, geradora das quasi-partículas, é um processo de transformação de fase que normalmente antecede as transformações por nucleação e crescimento. Em um trabalho sobre nucleação em materiais deformados, Cahn (1967), mostrou o quanto a deformação acelera uma transformação de fase. Num estudo sobre decomposição de soluções sólidas de alumínio supersaturadas, Alves (2000) verificou uma antecipação de quase 70°C no domínio de precipitação da fase AlFe para liga deformada. Estes resultados obtidos anteriormente reforçam, portanto, os nossos argumentos.

O fato das quasi-partículas (segregado) não se constituírem obstáculo (barreiras) à passagem das discordâncias, justifica-se pela manutenção da simetria do cristal. Como não existe quebra na periodicidade da rede cristalina, uma discordância pode atravessar sem dificuldades estas quasi-partículas, desde que exista uma força motriz para movimenta-las.

As partículas da fase AlFe, apesar da nucleação coerente (matriz/precipitado), pode dificultar tanto a deformação quanto a recristalização. Conforme visto anteriormente (Ferreira et al, 2000), enquanto não atinge o estágio de crescimento, por coalescimento principalmente, esta fase contribui para o aumento da ductilidade pelo fato de tornar a matriz menos saturada. Entretanto, após o crescimento, comprometem a plasticidade do material (queda no alongamento) por tender a gerar distorção na interface Al/AlFe (Ferreira et al, 2002).

A partir destes resultados, podemos justificar a elevada densidade de discordâncias encontrada em certas regiões da matriz. A presença de partículas já crescidas de AlFe (recozimento a 315°C por 80 minutos) dificultam a passagem das linhas de discordâncias (figura 4.65), principalmente se a força motriz for de baixa magnitude, como a supomos que seja para a direção transversal.

A elevada formabilidade desta liga pode, em suma, ser justificada pelos múltiplos mecanismos de deslizamento de planos observados: translação de planos auxiliada pelo movimento de discordâncias e deslizamento cruzado, além da separação de soluto (formadora das quasi-partículas), que deixam a matriz mais livre de impurezas (soluto), podendo deformar-se mais facilmente.

A liga AA 8011 tem baixíssimo teor de cobre, no entanto, foram encontrados traços de fase θ (CuAl₂) numa região onde também continha AlFe. A presença desta fase só se justifica pela baixa homogeneização da liga durante o processo de fabricação. Então, durante recozimento de 80 minutos a 315°C, numa região contendo maior teor de cobre, foi possível a nucleação da fase θ .

Os traços da fase eutética (β -Al₅FeSi) encontrada são, sem dúvida, remanescentes do processo de solidificação em “caster”, conforme já observado anteriormente (Ferreira et al, 1998).

6. CONCLUSÕES

1. Durante o recozimento todas as modificações microestruturais que ocorrem simultaneamente à recristalização são decorrentes, principalmente, da decomposição spinodal e da nucleação e crescimento de fases intermediárias (AlFe e θ -CuAl₂) que precipitam antecipadamente devido à deformação. Para temperaturas inferiores à de recristalização, as modificações microestruturais são produzidas por decomposição spinodal. Após esta temperatura, observam-se transformações por nucleação e crescimento de fases que normalmente só apareceriam em temperaturas superiores a 420°C, principalmente AlFe;
2. Como a liga AA 8011 tem um baixíssimo teor de cobre, a presença da fase θ -CuAl₂ numa única região da amostra só se justifica pela baixa homogeneização da liga durante o processo de fabricação;
3. O surgimento das quasi-partículas (segregados sem interface definida) não constitui obstáculo à passagem das discordâncias, pois não há quebra da periodicidade da rede cristalina. As linhas de discordâncias não sofrem grandes deflexões ao atravessar estas quasi-partículas e nem estas mostram que foram cisalhadas;
4. O teor de silício influencia significativamente as temperaturas de recristalização. Para a liga com 0,63% de silício a temperatura de recristalização encontrada foi de 318°C, enquanto que, para a liga com 0,59% a temperatura encontrada foi de 312°C;
5. A cinética de recristalização acompanhada pela variação de dureza, apesar das limitações deste processo, mostra-se uma importante ferramenta, atuando como orientadora para seleção dos tempos de tratamento em função da temperatura;
6. As equações que descrevem a cinética de recristalização seguem, com razoável aproximação, a lei empírica de formação formulada por Johnson-Mehl-Avrami;
7. As equações para a fração recristalizada, obtidas a partir do limite de escoamento, são mostradas nas tabelas 6.1, 6.2, 6.3 e 6.4.

Tabela 6.1. Equação para o limite de escoamento na direção longitudinal, composição química 1.

Temperatura [°C]	Equação
315	$Y = 1 - \exp [-(0,01676t)^{0,89292}]$

Tabela 6.2. Equação para o limite de escoamento na direção transversal, composição química 1.

Temperatura [°C]	Equação
315	$Y = 1 - \exp [-(0,01505t)^{1,2957}]$

Tabela 6.3. Equações para o limite de escoamento na direção longitudinal, composição química 2.

Temperatura [°C]	Equação
305	$Y = 1 - \exp [-(0,00749113t)^{0,94447}]$
315	$Y = 1 - \exp [-(0,0060311t)^{1,1100}]$
325	$Y = 1 - \exp [-(0,01328198t)^{1,06894}]$
335	$Y = 1 - \exp [-(0,0155964t)^{1,48847}]$

Tabela 6.4. Equações para o limite de escoamento na direção transversal, composição química 2.

Temperatura [°C]	Equação
305	$Y = 1 - \exp [-(0,0074198t)^{1,19498}]$
315	$Y = 1 - \exp [-(0,0065679t)^{1,06539}]$
325	$Y = 1 - \exp [-(0,0142617t)^{1,06077}]$
335	$Y = 1 - \exp [-(0,015492t)^{1,35805}]$

8. As equações para a fração recristalizada, obtidas a partir do alongamento, são mostradas nas tabelas 6.5, 6.6, 6.7 e 6.8.

Tabela 6.5. Equação para o alongamento na direção longitudinal, composição química 1.

Temperatura [°C]	Equação
315	$Y = 1 - \exp [-(0,01514t)^{1,27422}]$

Tabela 6.6. Equação para o alongamento na direção transversal, composição química 1.

Temperatura [°C]	Equação
315	$Y = 1 - \exp [-(0,008207t)^{0,79114}]$

Tabela 6.7. Equações para o alongamento na direção longitudinal, composição química 2.

Temperatura [°C]	Equação
305	$Y = 1 - \exp [-(0,0060294t)^{1,99563}]$
315	$Y = 1 - \exp [-(0,00657334t)^{1,30272}]$
325	$Y = 1 - \exp [-(0,00682988t)^{1,37908}]$
335	$Y = 1 - \exp [-(0,0070407t)^{1,08262}]$

Tabela 6.8. Equações para o alongamento na direção transversal, composição química 2.

Temperatura [°C]	Equação
305	$Y = 1 - \exp [-(0,00540903t)^{1,57608}]$
315	$Y = 1 - \exp [-(0,006265995t)^{1,18208}]$
325	$Y = 1 - \exp [-(0,00556539t)^{1,08783}]$
335	$Y = 1 - \exp [-(0,011204t)^{1,18129}]$

9. A cinética de recristalização tem um comportamento anisotrópico, no qual o sentido longitudinal comporta-se diferentemente do transversal; A baixa força motriz na direção transversal retarda a restauração das propriedades mecânicas;
10. No que diz respeito à evolução das propriedades mecânicas nos domínios elástico e plástico, a cinética de recristalização tem um comportamento anômalo e contrário ao que normalmente é observado, principalmente na direção transversal à laminação. Foi observado um aumento crescente no tempo necessário à restauração do alongamento com o incremento da temperatura;
11. Um incremento na densidade de partículas ou quasi-partículas, embora não comprometa o domínio elástico, dificulta a restauração do alongamento, principalmente, na direção transversal que tem uma menor força motriz para recristalização;
12. As partículas da fase AlFe, apesar da nucleação coerente (matriz/precipitado), podem dificultar tanto a deformação quanto a recristalização após crescimento (coalescimento e crescimento competitivo) em tempos prolongados;
13. A elevada formabilidade da liga pode ser justificada pelos múltiplos mecanismos de deslizamento de planos: translação de planos auxiliada pelo movimento de discordâncias e deslizamento cruzado, além da separação de soluto (formadora das quasi-partículas), que deixam a matriz mais livre de impurezas (soluto) podendo deformar-se mais facilmente.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Estudar por microscopia eletrônica de alta resolução o comportamento da interface (coerência/semi-coerência) do precipitado Al-Fe, principalmente, e sua influência nas propriedades mecânicas da liga AA 8011;
2. Estudo da liga AA 8011 recozida em temperaturas superiores a 335°C por microscopia eletrônica de transmissão - MET;
3. Estudar os mecanismos que contribuem para o aumento do tempo de recristalização na direção transversal em relação à longitudinal em temperaturas superiores à de recristalização.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALVES, T. T., Evolução Microestrutural da Liga de Alumínio AA 8023 – Aspectos Cinéticos e Morfológicos. Dissertação de Mestrado – DEMEC/UFPE, 2000.
- BACZYNSKI, J., JONAS, J. J., Proceeding of REX '96 The Third International Conference on Recrystallization and Related Phenomena, MIAS, Monterey, pp. 339-346, 1997.
- BECK, P. A. and SPERRY, P. R., Strain Induced Grain Boundary Migration in High Purity Aluminum. *Journal of Applied Physics*, Vol. 21, pp. 150-152, 1950.
- BECK, P. A., Annealing of Cold Worked Metals. *Advances in Physics*, Vol. 03, pp. 245-324, 1954.
- BECKER, R. and DORING, W., Nucleation in the Solid State. *Ann. Phys.*, Vol. 24, pp. 719-725, 1935.
- BIROL, Y., GEBZE and KOCAELI, Centerline Segregation in a Twin-Roll Cast AA 8011 Alloy. *Aluminium*, 74, pp. 318-321, 1998.
- BOAS, W. and OGILVIE, G. J., Plastic Deformation of Materials. *Acta Metallurgica*, nº 02, 1954.
- BURGERS, W. G., *Acta Metallurgica*, Vol. 01, nº 02, 1953.
- CAHN, J. W., *Acta Metallurgica*, Vol. 169, nº 05, 1967.
- CAHN, R. W., Recovery and Recrystallization. *Physical Metallurgy*, Elsevier Science Publishers, 3rd ed., pp. 1595-1671, London, 1983.
- CHRISTIAN, J. W., *The Theory of Transformations in Metals*. Pergamon Press, 1975.
- CLARK, R. and CHALMERS, B., High-angle Boundaries on Bicrystals of Tin and Aluminium. *Acta Metallurgica*, nº 02, 1954.
- CLEMENTE A., Liga de alta formabilidade 8XXX - Relatório DT-093/87, Documento de Circulação Interna da Alcoa - Alumínio AS, 1987.
- COTTRELL, A. H., *Theory of Crystal Dislocations*. Blackie and Son LTD, pp. 26-90, London, 1964.
- COTTERILL, P. and MOULD, P. R., *Recrystallization and Grain Growth in Metals*. Surrey University Press, London, 1976.
- CULLITY, B. D., *Elements of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley, 2nd ed., USA, pp. 295-321, 1978.
- DAVIES, R. K., RANDLE, V. and MARSHALL, G. J., Continuous Recrystallization – Related Phenomena in a Commercial Al-Fe-Si Alloy. *Acta Metallurgica*, Vol. 46, nº 17, pp. 6021-6032, 1998.

DAVIES, R. K., RANDLE, V. and MARSHALL, G. S., Continuous Recrystallization – Related Phenomena in a Commercial Al-Fe-Si Alloy. *Acta Metallurgica*, Vol. 46, nº 17, pp. 6021-6032, 1998.

DOHERTY, R. D. & MARTIN, J. W., The Effect of a Dispersed Second Phase on the Recrystallization of Aluminium-Copper Alloys. *Journal of the Institute of Metals*, Vol. 91, pp. 332-338, 1963.

DOHERTY, R. D., GOTTSTEIN, G., HIRSCH, J. R., HUTTCHINSON, W. B., LUKE, K., NES, E. and WILBRANDT, P. J., Panel Discussion on Recrystallization Texture. *ICOTOM 8, TMS*, pp. 369, 1988.

DOHERTY, R. D., HUGHES, D. A., HUMPHREYS, F. J., JONAS, J. J., KASSNER, M. E., KING, W. E., McNELLEY, T. R., McQUEEN, H. J. and ROLLET, A. D., Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science & Engineering A*, pp. 219-269, 1997.

EMBURY, J. D. and NICHOLSON, R. B., *J. Inst. Met.*, Vol. 08, pp. 76, 1963.

EMBURY, J. D. and NICHOLSON, R. B., The Nucleation of Precipitates: The System Al-Zn-Mg. *Acta Metallurgica*, Vol. 13, pp. 403-417, 1965.

FERREIRA, R. A. S., SILVA, F. S., BURGER, M. G. e FREITAS, F. G. R., Decomposição Isotérmica da Liga AA 8023 Obtida pelo Processo Roll Caster. 53º Congresso Anual da ABM, em CD-ROM, Belo Horizonte – MG, 1998.

FERREIRA, R. A. S., ALVES, T. T., LIMA, E. P. R., FREITAS, F. G. R. e PINHO, R. D., Influência da Seqüência Termomecânica e do Teor de Silício nas Propriedades Mecânicas da Liga de Alumínio AA 8023. CONEM – Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, em CD-ROM, Natal – RN, 2000.

FERREIRA, R. A. S., LIMA, E. P. R., ALVES, T. T. e CARLOS, H. L., Efeito do Teor de Silício Sobre as Seqüências Termomecânicas da Liga AA 8011. 55º Congresso Anual da ABM em CD-ROM, Rio de Janeiro - RJ, 2000.

FERREIRA, R. A. S., FREITAS, F. G. R. and LIMA, E. P. R., Study of Decomposition in AA 8023 Aluminium Alloy: Kinetics and Morphological Aspects. *Scripta Materialia*, Vol. 43, pp. 929-934, 2000.

FERREIRA, R. A. S., Estudo da Cinética de Recristalização da Liga de Alumínio AA 8011 na Condição H18. Relatório Técnico – UFPE/Alcoa Alumínio S.A., 2001.

FERREIRA, R. A. S., Transformação de Fase – Aspectos Cinéticos e Morfológicos. Editora Universitária, 1nd ed., pp. 15-92, Recife-Pe, 2002.

FERREIRA, R. A. S., YADAVA, Y. P., ALVES, T. T. and LIMA, E. P. R., A New Concept Concerning Phase Transformation to Establish a Good Compromise Between Formability and Mechanical Strength in Aluminium Alloys. *Taylor and Francis*, Vol. 374, pp. 217-222, 2002.

FERREIRA, R. A. S., Estudo da Cinética de Recristalização da Liga AA 3003 Objetivando-se a Adequação da Sequência Termomecânica a Diferentes Produtos. Relatório Técnico, Junho, 2002.

GORELİK, S. S., Recrystallization in Metals and Alloys. Mir Publishers, 2nd ed., Moscow, 1981.

HAESSNER, F., Recrystallization of Metallic Materials. Rieder-Verlag, 2nd ed., Stuttgart, 1978.

HONEYCOMBE, R. W. K., The Plastic Deformation of Metals. Edward Arnold, 2nd ed., pp. 204-220, London, 1984.

HU, H., Recrystallization by Subgrain Coalescence. Electron Microscopy and Strength of Crystals, Interscience, pp. 564-573, New York, 1963.

HULL, D. and BACON, D. G., Introduction to Dislocations. Pergamon Press, 3rd ed., pp. 175, Oxford, 1984.

HUMPHREYS, F. J., The Nucleation of Recrystallization at Second-Phase Particles in Deformed Aluminum. Acta Metallurgica, Vol. 25, pp. 1323-1344, 1977.

HUMPHREYS, F. J., Recrystallization Mechanisms in Two-Phase Alloys. Metal Science, Vol.13, pp. 136-145, 1979.

HUMPHREYS, F. J. and HATHERLY, M., Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Pergamon Press, Oxford, 1995.

HUTCHINSON, W. B., Met. Sci., Vol. 08, pp. 185, 1974.

HUTCHINSON, W. B., Materials Science Forum, pp. 157-162 / 1917-1928, 1994.

HUTCHINSON, W. B., RYDE, L., HANSEN, N., JUUL JENSEN, D., LIU, Y. L. and RALPH, B., Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization. Proc. 16th Risø Int. Symp., Roskilde, pp. 105, 1995.

JONES, A. R., RALPH, B. and HANSEN, N., Subgrain Coalescence and the Nucleation of Recrystallization at Grain Boundaries in Aluminum. Proceedings of the Royal Society of London, Vol. 368A, pp. 345-357, 1979.

KEH, A. S. and WEISSMAN, S., Deformation Structure in Body Centered Cubic Metals. Electron Microscopy and Strength of Crystals, Interscience, pp. 231-300, New York, 1963.

KRÜGER, P. and WOLDT, E., The Use of an Activation Energy Distribution for the Analysis of the Recrystallization Kinetics of Copper. Acta Metallurgica, Vol. 40, n° 11, pp. 2933-2942, 1992.

LAURIDSEN, E. M., JUUL JENSEN, D. and POULSEN, H. F., Kinetics of Individual Grains During Recrystallization. Scripta Materialia, Vol. 43, pp. 561-566, 2000.

LI BEN Q., Producing Thin Strips by Twin-Roll Casting – Part I: Process Aspects and Quality Issues. *Journal of Metals*, pp 29-33, 1995.

LIMA, E. P. R., DE MATOS, J. B. C. F., MENDONÇA, R. S., YADAVA, Y. P. e FERREIRA, R. A. S., Estudo da Cinética de Recristalização da Liga de Alumínio AA 8011. CONEM – Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, em CD-ROM, João Pessoa – Pb, 2002.

LÜKE, K., Int. Conf. on Textures of Materials. ICOTOM 7, Vol. 01, Holland, pp.195-210, 1984.

MANDAL, D. and BAKER, I., On the Effect of Fine Second-Phase Particles on Primary Recrystallization as a Function of Strain. *Acta Metallurgica*, Vol. 45, nº 02, pp. 453-461, 1997.

MARTHINSEN, K., FRIDY, J. M., ROUNS, T. N., LIPPERT, K. B. and NES, E., Characterization of 3-D Particle Distributions and Effects on Recrystallization Kinetics and Microstructure. *Scripta Materialia*, Vol. 39, nº 09, pp. 1177-1183, 1998.

MARTIN, J. W., DOHERTY, R. D. and CANTOR, B., Stability of Microstructure in Metallic Systems. Cambridge University Press, 2nd ed., 1997.

MORIS, L. R., Structure of Continuously Cast Eutectics Used in Manufacture of Fine-Grained Aluminium Sheet – Solidifications and Casting of Metals. Proceedings of an International Conference on Solidification, Sheffield, 1977.

MULAZIMOGLU, M. H., ZALUSKA, A., GRUZLESKI, J. E. and PARAY, F., Electron Microscope Study of Al-Fe-Si Intermetallics in 6201 Aluminum Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 27 A, pp. 929-936, 1996.

NOVIKOV, V., Grain Growth and Control of Microstructure and Texture in Polycrystalline Materials. CRC Press, Boca Raton, FL, 1996.

OSCARSSON, A., EKSTRÖM, H. E. and HUTCHINSON, B., *Materials Science Forum*, 177, pp. 113-115, 1993.

OSCARSSON, A., HUTCHINSON, B., NICOL, B., BATE, P. and EKSTRÖM, H. E., *Materials Science Forum*, 127, pp. 157-162, 1994.

PADILHA, A. F. e AMBROZIO FILHO, F., *Técnicas de Análise Microestrutural*. Hemus, 1nd ed., 1985.

PORTER, D. A. and EASTERLING, K. E., *Phase Transformations in Metals and Alloys*. Chapman & Hall, 2nd ed., pp. 263-379, London, 1992.

PRICE, C. W., Use of Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami Kinetics in Recrystallization of Metals and Crystallization of Metallic Glasses. *Acta Metallurgica*, Vol. 38, nº 05, pp. 727-738, 1990.

RAY, R. K., JONAS, J. J., BURTON-GUILLIEN, M. P. and SAVOIE, J., *Iron Steel Inst. Jpn.*, Vol. 34, nº 12, pp. 927-942, 1994.

REED-HILL, R. E., *Princípios de Metalurgia Física*. Guanabara Dois, 2nd ed., pp. 120-272, Rio de Janeiro - RJ, 1982.

SAKAGUCHI, M., YAMANOI, T. and HASEGAWA, M., *Recrystallization Behavior of Al-Fe Alloy Foils with Rapid Heating*. Z. Metallkde, Germany, 1986.

SEEGER, A., *Dislocations and Mechanical Properties of Crystals*. John Wiley & Sons, Inc., 1st ed., New York, 1957.

SMITH, C. S., *The Effect of Crystal Arrangements on Secondary Recrystallization in Metals*. Journal of the Institute of Metals, Vol. 74, pp. 742-758, 1948.

SPEYER, R. F. *Thermal Analysis of Materials*. Marcel Dekker, Inc., 1st ed., cap. 3, New York, 1994.

SWAN, P. R., *Dislocations Arrangements in Face Centered Cubic Metals*. Electron Microscopy and Strength of Crystals, Interscience, pp. 131-181, New York, 1963.

TANIHATA, H., MATSUDA, K. and IKENO, S., *High Resolution Transmission Electron Microscope Observation of The Metastable Phase in an Aged Commercial AA 6063. Aluminium Alloys: Their Physical and Mechanical Properties*, PTS 1-3, Transtec Publications LTD, pp. 809-814, 1996.

VAN ARKEL, A. E. and BURGERS, W. G., *Z. Physik*, Vol. 48, pp. 690, 1930.

VANDERMEER, R. A. and JUUL JENSEN, D., *Microstructural Path and Temperature Dependence of Recrystallization in Commercial Aluminum*. Acta Metallurgica, Vol. 49, pp. 2083-2094, 2001.

WESTENGEN H. AND NES K., *Twin Roll Casting of Aluminium. The Occurrence of Struture Inhomogeneities and Defects in As Cast Strip – Light Metals*, ed. by J. P. McGreer, Warrendale, pp. 1111-1127, 1984.

WOLDT, E. and JUUL JENSEN, D., *Recrystallization Kinetics in Copper: Comparison Between Techniques*. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 26 A, pp. 1717-1724, 1995.

XING, Z. P., KANG, S. B. and KIM, H. W., *Softening Behavior of 8011 Alloy Produced by Accumulative Roll Bonding Process*. Scripta Materialia, Vol. 45, pp. 597-604, 2001.