



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE  
DE SÃO PAULO

**DETERMINAÇÃO DO ESTÁGIO INICIAL DA  
RECRISTALIZAÇÃO EM LIGAS DE ALUMÍNIO  
POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X**

**MARJORIE LOW**

Dissertação apresentada como parte  
dos requisitos para obtenção do Grau  
de Mestre em Ciências na Área de  
Tecnologia Nuclear - Materiais

Orientador:  
Dr. Nelson Batista de Lima

**São Paulo  
2000**

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
**Autarquia Associada à Universidade de São Paulo**

**Determinação do Estágio Inicial da Recristalização em  
Ligas de Alumínio por Difração de Raios-X**

**MARJORIE LÖW**



Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais

**Orientador: Dr. Nelson Batista de Lima**

**São Paulo**  
**2000**

Ao meu irmão Otto, *in memoriam*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço:

Ao IPEN, pela oportunidade em desenvolver este trabalho.

Ao CNPQ, pelo apoio financeiro sem o qual não seria possível a realização deste trabalho.

À Alcan, pela gentileza na cessão das amostras adequadas para este estudo.

Ao Dr. Nelson Batista de Lima, pela compreensão e paciência nos momentos decisivos, pelas discussões e pela orientação correta durante toda a realização deste trabalho.

Ao MSc. Luis Gallego Martinez, pelos ensinamentos no laboratório de Difração de Raios-X, pelos comentários e discussão deste trabalho e pelas palavras sempre positivas em todas as conversas.

Aos colegas Marilene Morelli Serna e Eguiberto Galego, pela atenção e pelos ensinamentos no laboratório de Difração de Raios-X que tanto contribuíram para o êxito do trabalho.

Ao Dr. José Oscar Willian V. Bustillos, pela especial gentileza em permitir a utilização de parte das instalações de seu laboratório.

À MSc. Vera Lucia Ribeiro Salvador e Marcos Antônio Scapin, pela grata colaboração realizando as análises químicas das amostras e disponibilizando parte de seus laboratórios para preparação das amostras.

Ao colega Nildemar Aparecido M. Ferreira ("Cebola"), pela grande ajuda na análise das amostras ao microscópio eletrônico.

Ao colega Sérgio Carvalho Moura, pela ajuda com os equipamentos de tratamento térmico e pela disponibilização do laboratório.

Ao Dr. José Antônio Batista de Souza, pela gentileza na realização da laminação das primeiras amostras.

Ao Olandir Vercino Correa pela presteza na laminação das amostras.

Ao colega Glauson Aparecido F. Machado, pelos ensinamentos em reproduzir imagens fotográficas e pela gentil permissão no uso do laboratório de revelação.

Às amigas Hamilta de Oliveira Santos e Elizabeth Fancio, pelo apoio constante durante a realização do trabalho, pelas conversas positivas e pelos momentos de incentivo.

Aos componentes da Banca que muito contribuíram com sugestões e críticas que engrandeceram este trabalho.

E a todos que direta ou indiretamente estiveram presentes nesse período.

## ÍNDICE

	Página
1 – Introdução	01
2 – Objetivo	03
3 – Fundamentação do trabalho	04
4 – O Alumínio e suas ligas	05
5 – Processos termomecânicos	09
5.1 – O estado encruado	10
5.1.1 – Microestrutura e deformação plástica	13
5.1.2 – Deformação heterogênea na microestrutura	17
5.2 – O tratamento térmico	19
5.3 – Recuperação e recristalização	20
5.3.1 – Recuperação	20
5.3.1.1 – O grau de recuperação	21
5.3.1.2 – Os estágios da recuperação	23
5.3.1.2.1 – Aniquilação das discordâncias	23
5.3.1.2.2 – Configurações estáveis de discordâncias	24
5.3.1.3 – Crescimento de subgrãos	26
5.3.2 – Recristalização	27
5.3.2.1 – Nucleação e recristalização	29
5.3.2.2 – Crescimento de grão	32
6 – Técnicas utilizadas no estudo da recristalização	34
6.1 – Microscopia eletrônica	34
6.2 – Difração de Raios-X, nêutrons e elétrons	36
6.2.1 – Vantagens da difração de Raios-X utilizando câmaras de difração	38
7 – Textura Cristalográfica	41
7.1 – O método Schulz de reflexão	42
7.2 – Função Distribuição de Orientação	43
7.3 – Figuras de fibra	48
7.4 – Textura de laminação	49
7.4.1 – Desenvolvimento de textura de laminação e microestrutura	49
7.5 – Textura de recristalização	51
7.5.1 – Sítios de nucleação	54
7.5.1.1 – Nucleação em estrutura do tipo banda ( <i>bandlike structure</i> )	55
7.5.1.2 – Nucleação no contorno de grão	56
7.5.1.3 – Nucleação em banda de cisalhamento	56
7.5.1.4 – Nucleação estimulada por partículas	57
8 – Revisão bibliográfica	59
9 – Condições e procedimentos experimentais	66
9.1 – Material	66
9.2 – Deformação das amostras por laminação a frio	67
9.3 – Tratamentos térmicos	68
9.4 – Microdureza	70
9.5 – Difração de Raios-X	71
9.6 – Textura	72

9.7 – Microscopia eletrônica de transmissão	73
10 – Resultados e discussão	75
10.1 – Microdureza Vickers	75
10.2 – Difração de Raios-X	77
10.3 – Textura	82
10.4 – Microscopia eletrônica de transmissão	104
11 – Conclusões	108
12 – Bibliografia	109

# **Determinação do Estágio Inicial da Recristalização em Ligas de Alumínio por Difração de Raios-X**

**MARJORIE LÖW**

## **RESUMO**

O alumínio é um metal com vasta gama de aplicações, indo desde as conhecidas aplicações como *latas de cerveja e refrigerantes, painéis, armações de portas e janelas, molduras até aplicações mais avançadas como estrutura de aviões, motores de automóveis, componentes dos elementos combustíveis de reatores nucleares e de propulsores de foguetes, entre outras.*

A maior parte da aplicação do alumínio é na forma de ligas. Essas ligas devem apresentar propriedades mecânicas e químicas adequadas que são obtidas, em parte, pelo desenvolvimento da microestrutura.

Neste trabalho, foi estudado o início do processo de recristalização das ligas de alumínio AA 1050 e AA 3003, utilizando-se técnicas de Difração de Raios-X, Microscopia Eletrônica de Transmissão e testes de Microdureza. Para tal as amostras foram inicialmente submetidas a um tratamento térmico para a homogeneização, laminadas a frio (encruadas) para a redução da espessura e novamente tratadas termicamente em diferentes temperaturas para se determinar o início do processo de recristalização.

O teste de microdureza Vickers mostrou que o início da recristalização estaria entre 150 e 300 °C para a liga 1050 e 200 e 300 °C para a liga 3003.

A difração de Raios-X com a Câmara de Transmissão revelou que o início da recristalização se dava em 240 e 260 °C para as ligas 1050 e 3003, respectivamente. Essas temperaturas foram determinadas, pois ocorre mudança no padrão de difração de Raios-X, registrados em chapas fotográficas, quando se passa do estado encruado (padrão de linhas difusas) para o início da recristalização (aparecimento de pontos definidos nos padrões de difração). O

método goniométrico com Figuras de Polo revelou pela alteração dos padrões que o início da recristalização estaria entre 250 e 300 °C para ambas as ligas. O tratamento matemático para geração das Funções Distribuição de Orientação, FDOs, também mostra que o início da recristalização se dá entre 250 e 300 °C para ambas as ligas. Já as Figuras de Fibra  $\alpha$  e  $\beta$  apresentam um resultado mais preciso, indicando o início da recristalização em 240 °C para a liga 1050 e 260 °C para a liga 3003.

Finalmente, conclui-se que, pela análise dos resultados obtidos, o início da recristalização das ligas 1050 e 3003 está entre 200 e 300 °C, sendo que mais provavelmente em 240 °C para a liga 1050 e 260 °C para a liga 3003.

# **Determination of Initial Stages of Recrystallization in Aluminium Alloys by X-Ray Diffraction**

**Marjorie Löw**

## **ABSTRACT**

Aluminium is a metal with a wide variety of application, such as, beer cans, pans, door and window borders, and others more advanced, such as, airplane structure, car engines, nuclear reactors components, rocket propulsion components and so on.

Most of aluminium application is in alloy form. Such alloys must present suitable mechanical and chemical properties that are obtained, not entirely, by microstructure development.

In this work, the beginning of recrystallization processes of AA1050 and AA3003 aluminium alloys were studied using X-Ray Diffraction techniques, Transmission Electron Microscopy and hardness test. For such a samples, an initial heat treatment was done in order to homogenize the samples microstructure, followed by cold rolling and submitted again to a heat treatment in different temperatures in a hot furnace. After that, samples were analyzed to verify the beginning of recrystallization.

Vickers hardness test revealed that the beginning of recrystallization is between 150 and 300 °C for 1050 aluminium alloy and 200 and 300 °C for 3003 aluminium alloy.

X-Ray diffraction using transmission chamber showed that the beginning of recrystallization is 240 and 260 °C for AA1050 and AA3003, respectively. These temperatures were determined as the diffraction patterns recorded in the photographic plates change when the recrystallization takes place. In this way, the deformed sample shows continuous concentric lines and the beginning of recrystallization is characterized by the occurrence of defined spots in this pattern. The Pole Figures goniometric method revealed that the beginning of

recrystallization takes place between 250 and 300 °C for both alloys. In the same way, Orientation Distribution Functions showed the same temperature range for the recrystallization. However, the analysis by  $\alpha$  and  $\beta$  Fiber Figures, the recrystallization temperatures are 240 and 260 °C for AA1050 and AA3003, respectively.

Finally, after the analysis of all results, we concluded that the beginning of recrystallization is between 200 and 300 °C for both alloys, more specifically 240 and 260 °C for AA1050 and AA3003, respectively.

# 1 - INTRODUÇÃO

Uma vez que o alumínio não ocorre na forma nativa, a sua descoberta é das mais recentes se comparada com outros metais também comuns. A bauxita, seu minério, tem reservas mundiais estimadas de cerca de 25 bilhões de toneladas (Kolososki, 1996), talvez o metal mais abundante da crosta terrestre. A obtenção do metal só foi conseguida em 1825, por Oersted, sendo que, atualmente, a quase totalidade da obtenção industrial é baseada na combinação de dois processos. O primeiro é conhecido como processo Hall-Heróult. Em 1886, Charles Martin Hall, americano, e Paul L. T. Heroult, francês, desenvolveram independentemente o processo onde a alumina é reduzida a alumínio metálico utilizando-se corrente elétrica. Logo a seguir, em 1888, o austríaco Karl Joseph Bayer, desenvolveu um processo (processo Bayer) que barateou a produção de alumina ( $Al_2O_3$ ) separada de um minério de alumínio, a bauxita.

O alumínio é um metal com vasta gama de aplicações, indo desde as conhecidas aplicações do ambiente doméstico (latas de cerveja e refrigerantes, painéis, armações de portas e janelas, molduras, entre outras) até aplicações mais específicas ou avançadas (estrutura de aviões, motores de automóveis, componentes dos elementos combustíveis de reatores nucleares e de propulsores de foguetes, entre outras) fazendo parte de inúmeras aplicações que seriam impossíveis de listar sem que se esquecesse de alguma. Nessas

aplicações, as formas mais comuns são: chapas e lâminas, folhas, extrudados, fios e cabos condutores, fundidos e forjados, pó e em usos na indústria siderúrgica.

O alumínio é um metal com, entre outras propriedades, grande maleabilidade e baixa densidade cuja aplicação quase nunca se dá no estado puro sendo, dessa forma, utilizadas as suas ligas preparadas cada uma para ter propriedades mecânicas e químicas que mais se adequem à aplicação que lhe será destinada. A adição de determinados elementos de liga eleva a sua resistência e dureza, mesmo após o recozimento. A sua resistência à corrosão química também é explorada nessas aplicações.

Após o processo de obtenção da liga, tratamentos de deformação mecânica e térmica seguem-se com a finalidade de controlar a formação de microestrutura adequada e, por conseguinte, fazer com que o material apresente as propriedades desejadas. Muitos processos de deformação tendem a induzir a anisotropia devido à natureza cristalográfica intrínseca da deformação por escorregamento, sendo intensificada na fase de recristalização.

Os tratamentos de deformação mecânica conferem ao material endurecimento devido à mudança da sua microestrutura e ao acúmulo de tensão, em função da formação de defeitos e discordâncias (Marshall, 1996, Bowen, 1990). Por sua vez, o tratamento térmico aplicado, sem que ocorra a fusão, fará com que parte dessa energia seja liberada rearranjando a microestrutura, provocando o amolecimento do material. Essa segunda parte do processo é conhecida como *recristalização*. Normalmente, a recristalização é precedida por uma etapa chamada de recuperação, quando muitos defeitos e discordâncias são eliminados.

O processo de recristalização das ligas de alumínio vem sendo estudado há mais de 100 anos. O desenvolvimento teórico da cinética de recristalização, como o de Kolmogorov, Johnson-Mehl e Avrami (KJMA), não é de interesse para este trabalho, uma vez que este não tratará o processo cinético com um formalismo teórico.

## 2 – OBJETIVO

O estudo do processo de recristalização apresentado é essencialmente prático e procura apresentar um procedimento de acompanhamento analítico simples e elucidativo de determinação do início da recristalização, além disto uma discussão mais profunda sobre a textura de deformação e recristalização é apresentada.

O processo de recristalização pode ser acompanhado por diversas técnicas analíticas, tais como, a microscopia eletrônica de transmissão e de varredura, a microscopia óptica, os testes de dureza, a difração de nêutrons e a difração de Raios-X. Neste trabalho, o início da recristalização foi estudado utilizando a difração de Raios-X com a Câmara de Transmissão e por Figuras de Polo com tratamento matemático adequado para geração das Funções Distribuição de Orientação, FDOs, e Figuras de Fibra. Como complementação, foram obtidas micrografias por Microscopia Eletrônica de Transmissão, MET, das amostras nos estágios anteriores e posteriores à recristalização.

### **3 - FUNDAMENTAÇÃO DO TRABALHO**

Este trabalho fundamenta-se na diferença entre os padrões de difração de Raios-X (anéis de Debye) das amostras encruadas antes e depois de tratadas termicamente. O encruamento irá introduzir deformações e tensões estruturais. O padrão de difração de Raios-X resultante será caracterizado por círculos concêntricos ou arcos. O tratamento térmico irá reduzir a densidade de defeitos cristalinos das deformações e tensões produzindo um padrão de Raios-X mais intenso e localizado com predominância de pontos distribuídos preferencialmente ao longo de um círculo imaginário. Além disto, a textura de recristalização do alumínio é diferente da textura de deformação. Portanto, análises da Função de Distribuição de Orientações e figuras de fibras, obtidas de figuras de polo, permitem um estudo dos mecanismos e etapas da recristalização.

## 4 - O ALUMÍNIO E AS SUAS LIGAS

O alumínio é um metal que na sua forma pura apresenta baixa densidade, estrutura cúbica de face centrada, c.f.c., boa resistência à corrosão, condutividade térmica e elétrica, soldabilidade e conformabilidade, resistência mecânica significativa, entre outras propriedades (Tabela 1), (Kolososki, 1996). Na forma de suas ligas, essas propriedades se mantêm ou são alteradas em função das necessidades de suas aplicações.

Tabela 1. Algumas propriedades do alumínio.

Propriedades Físicas	Alumínio
Densidade, g/cm <sup>3</sup> (20 °C)	2,71
Temperatura de Fusão, °C	660
Módulo de Elasticidade, MPa	69000
Coefficiente de Expansão Linear, L/°C	23 x 10 <sup>-6</sup>
Condutibilidade Térmica, cal/cm °C (25 °C)	0,56
Condutibilidade Elétrica, (IACS)%	62

O principal elemento adicionado ao alumínio a fim de se obter as ligas determinam o primeiro dígito da nomenclatura segundo a ABNT NBR 6834. Assim, temos a seguinte nomenclatura para as ligas de alumínio (Tabela 2).

Tabela 2. Nomenclatura para o alumínio de alta pureza e as suas ligas segundo a ABNT NBR 6834.

Principal elemento de liga	Tipo da liga	Liga utilizada neste trabalho
pureza > 99,00% de Al	1XXX	1050
Cobre	2XXX	
Manganês	3XXX	3003
Silício	4XXX	
Magnésio	5XXX	
magnésio e silício	6XXX	
Zinco	7XXX	
outros elementos	8XXX	

Para as ligas da série 1000 os dois últimos dígitos designam a pureza, por exemplo, para um alumínio 1050, a sua pureza é de 99,50 %. Nas demais séries, os dois últimos dígitos apenas diferenciam uma liga da outra.

Além disso, existe o sistema de classificação de têmperas que utiliza as letras F (como fabricada), O (recozida), H (encruada), W (solubilizada) e T (tratada termicamente). As letras H e T são acompanhadas de um ou dois números que indicam o tipo de tratamento a que foram submetidas, por exemplo, H2; indica que a liga foi deformada plasticamente a frio e parcialmente recozida.

As aplicações do alumínio e suas ligas são muitas. Para exemplificar as aplicações, utilizaremos duas das ligas que serão utilizadas neste trabalho.

O alumínio 1050 tem como características baixa resistência mecânica, porém, alta resistência à corrosão, boa conformabilidade mecânica, facilidade de se soldar, podendo ser aplicada anodização decorativa, dessa forma, encontra aplicações nas indústrias químicas, farmacêuticas e alimentícias, em utensílios domésticas e como trocador de calor na indústria de refrigeração, entre outras (Kolososki, 1996).

A liga 3003, por outro lado, apresenta resistência mecânica apenas média e alta resistência à corrosão, boa conformabilidade mecânica e boa soldabilidade. Suas principais aplicações são tubos de trocadores de calor e antenas.

A composição química característica das ligas utilizadas neste trabalho segundo a NBR 6834 é dada na Tabela 3. Segundo esta norma, o alumínio 1050 é um alumínio não ligado devendo apresentar um teor mínimo de 99,50 % em massa de alumínio. Para os demais elementos citados os valores representam o teor máximo individual, podendo variar dentro desses limites. O alumínio 3003 é a denominação de uma liga de alumínio com adição de manganês entre 1,0 e 1,5 %. Da mesma forma que para o alumínio 1050, os valores dos demais elementos citados representam os teores máximos permitidos individualmente, sendo o cobre o único elemento cujo teor é limitado por dois valores (0,05 a 0,20 %). O restante da liga é o teor de alumínio.

Tabela 3. Composição química característica para o alumínio 1050 e para a liga 3003 segundo a NBR 6834.

Elemento	% em massa	
	1050	3003
Al	99,50	Restante
Si	0,25	0,6
Fe	0,40	0,7
Cu	0,05	0,05 – 0,20
Mn	0,05	1,0 – 1,5
Mg	0,05	-
Zn	0,05	0,10
Ti	0,03	-
Outros	0,03	0,15

## 5 – PROCESSOS TERMOMECÂNICOS

O processamento termomecânico, isto é, a conformação plástica a frio ou a quente e os tratamentos térmicos (recozimento) aplicados controladamente irão definir a microestrutura, a textura e as propriedades dos metais e suas ligas. De toda a energia aplicada durante a deformação plástica, somente uma parte ficará retida na forma de defeitos, lacunas, discordâncias e maclas, aumentando com o aumento da deformação. Essa energia retida torna o material termodinamicamente instável. Na etapa de deformação plástica a quente ou a frio, somente de 2 a 10 % (Padilha e Siciliano, 1995, Verhoeven, 1975). De toda a energia aplicada é retida no corpo ficando na forma de defeitos cristalinos levando, principalmente, ao endurecimento do material, ou seja, diminuindo a ductibilidade e aumentando a tensão de escoamento.

Mesmo que termodinamicamente haja a tendência de a energia retida se dissipar, na prática, a redução da densidade dos defeitos gerados é muito lenta. Os processos de tratamento térmico (recozimento) são utilizados para acelerar a dissipação dessa energia provocando a recuperação, recristalização e crescimento de grãos no material.

A etapa de recuperação é formada por um conjunto de fenômenos que determinarão a diminuição da quantidade dos defeitos gerados durante a deformação plástica, porém, sem a ocorrência da migração de contornos de

alto ângulo (Doherty, 1997). Nesta etapa, parte das propriedades originais é restaurada.

Diferentemente da recuperação, a recristalização de um metal ou liga deformados está associada a uma série de fenômenos que desenvolvem uma nova estrutura em função da formação e migração de contornos de alto ângulo gerando novos grãos livres de discordâncias. A quantidade de energia armazenada durante a etapa de deformação plástica é um parâmetro importante para a ocorrência dos mecanismos de recristalização.

Com o término da recristalização ocorre a migração dos contornos de alto ângulo, pois a microestrutura ainda não está estável. Essa série de fenômenos leva ao crescimento de grãos com a diminuição do número de grãos por unidade de volume.

Mesmo podendo ser analisados e definidos individualmente, esses fenômenos ocorrem, normalmente, simultaneamente ou quase, já que os materiais apresentam, em geral, uma significativa heterogeneidade microestrutural.

## **5.1 - O ESTADO ENCRUADO**

O estado encruado é resultado do processo de deformação mecânica tanto a quente quanto a frio. O resultado mais notado desse processo é o aumento da dureza do material, (Embury, 1996). Porém, o estudo do estado encruado é complexo. Basinski e Basinski, 1966, descreveram o estado encruado e entre outras coisas estabeleceram três estágios no processo de encruamento: a primeira é uma região de baixo endurecimento sendo função da orientação, pureza, temperatura e dimensões da amostra, na segunda a tensão varia linearmente com a deformação, e a região é também chamada de endurecimento linear e na terceira etapa a tensão de escoamento tende a diminuir para um valor abaixo daquele ponto extrapolado no segundo estágio. Esta região é chamada de endurecimento parabólico.

Os fenômenos de recuperação e recristalização são determinados pela quantidade de energia armazenada durante os processos de deformação plástica. Dessa forma, a condição microestrutural do estado encruado irá

determinar o desenvolvimento, o crescimento e a orientação dos núcleos que originarão os grãos durante a recristalização. A microestrutura do metal deformado será afetada em função da pureza do material, orientação, temperatura, taxa e grau da deformação.

Os materiais não se comportam da mesma forma. Um dos fatores que determinam o comportamento de deformação da microestrutura do metal é a Energia de Defeito de Empilhamento (EDE), (Padilha e Siciliano, 1995). Metais com baixa EDE tendem a formar uma distribuição mais homogênea das discordâncias (Figura 1), porém, com menor mobilidade, isto é, as discordâncias têm mais dificuldade de se aniquilarem, pois estão muito afastadas entre si. O resultado é a dificuldade de ocorrer fenômenos do tipo escorregamento cruzados (*cross-slip*) e escalagem de discordâncias (*climb*). Materiais com alta EDE apresentam uma distribuição de discordâncias com uma associação muito grande entre elas (Figura 2). Essa associação faz com que as discordâncias tenham maior mobilidade facilitando a aniquilação das discordâncias de sinais opostos. Daí o fato de metais com elevada EDE apresentarem menor densidade de discordâncias que um metal de baixa EDE, quando considerado um mesmo grau de deformação. O alumínio é um metal c.f.c. com alta EDE,  $163 \text{ erg/cm}^2$ , (Reed e Schramm, 1974.)

A presença de elementos adicionados à solução sólida altera a EDE inicial do metal, alterando a distribuição das discordâncias e, por conseguinte, as propriedades deste material, (Padilha e Siciliano, 1995). O aumento da concentração de Cr em aços inoxidáveis austeníticos do sistema Fe-Cr-Ni faz com que abaixe a EDE da liga ao passo que com o aumento da concentração de Ni a EDE tende a aumentar alterando a densidade e a distribuição das discordâncias no material.

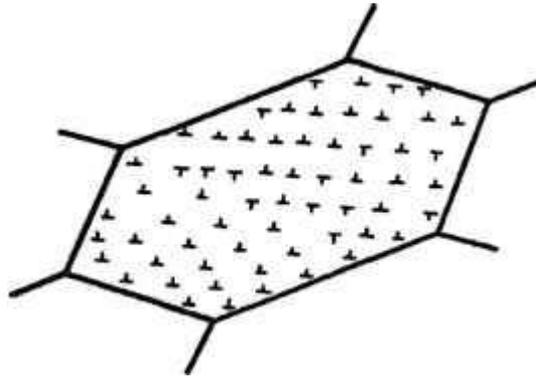


Figura 1. Representação da distribuição homogênea de discordâncias em metais de baixa EDE. São normalmente cúbicos de corpo centrado, c.c.c

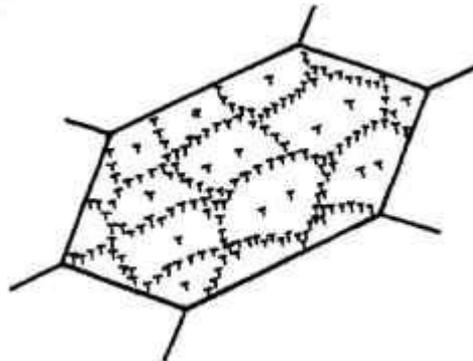


Figura 2. Representação dos metais c.f.c. que apresentam uma distribuição de discordâncias com uma associação muito grande entre elas possibilitando maior mobilidade e facilitando a aniquilação destas.

Por outro lado a EDE é fundamental para o desenvolvimento da textura de laminação. No capítulo 7.4 este assunto será melhor abordado.

O tamanho de grão do material no estado inicial também determina alterações na densidade de distribuição das discordâncias. A preponderância de grãos pequenos faz com que aumente a densidade de discordâncias aumentando a dureza do material encruado (Padilha e Siciliano, 1995 e Gorelik, 1981). Assim, o refinamento dos grãos é um tratamento que pode ser realizado previamente ao encruamento, desde que o material aceite.

A temperatura na qual se conduz o encruamento tem papel crucial nas alterações microestruturais do material. Pequenas alterações na temperatura produzem grandes alterações na microestrutura do material. O encruamento em temperaturas baixas tende a diminuir a mobilidade das discordâncias além de diminuir a EDE (Padilha e Siciliano, 1995). Isso significa diminuir a ductilidade do material.

Associado à temperatura de encruamento está a velocidade de deformação do material. O aumento da velocidade de deformação faz com que a microestrutura se comporte como se estivesse sendo deformada em temperaturas mais baixas diminuindo a ductilidade.

### **5.1.1 - Microestrutura e Deformação Plástica**

A etapa de deformação plástica do material irá introduzir uma série de alterações na microestrutura, (Padilha e Siciliano, 1995). A forma inicial dos grãos será mudada para uma mais alongada, sendo que a área de contorno dos grãos aumentará significativamente incorporando parte das discordâncias geradas durante a deformação. Interiormente, os grãos também sofrem alterações com o desenvolvimento de subestruturas antes inexistentes.

Como mencionado anteriormente, os fenômenos de recuperação e recristalização são dependentes tanto da microestrutura quanto da textura desenvolvidas com os processos de deformação plástica. Metais com elevada

EDE tendem a desenvolver, de um modo geral, estruturas de discordâncias com baixa energia alternando regiões com elevada densidade de discordâncias (paredes de células) com regiões de baixa densidade de discordâncias (interior de células e subgrãos). Essas estruturas foram tratadas por Kuhlmann-Wilsdorf e Hansen, 1991, chamando-as de *Low-Energy Dislocations Structures, LEDS*.

O fato que caracteriza a evolução microestrutural ao longo do processo de deformação plástica do alumínio é a ocorrência de subdivisão em grãos nas regiões onde se desenvolveram diferentes orientações cristalográficas. Os arranjos de discordâncias levam à formação de contornos que sofreram rotação apresentando duas escalas de tamanho ou três se considerados o estágio inicial com a subdivisão de grãos grosseiros e monocristais pela ação das bandas de deformação e cisalhamento.

Numa escala mais abrangente, a classificação dos grupos de células de discordâncias (*Cell Blocks, CBs*), para pequenas e médias deformações (50% de deformação) pode ser dada por elementos de volume chamadas de paredes de discordâncias densas (*Dense Dislocation Walls, DDWs*) e microbandas (*Microbands, MBs*). Quando são consideradas deformações bem mais significativas, as alterações tornam-se mais pronunciadas tornando as células de discordâncias mais achatadas, surgindo os contornos de alto ângulo chamados lamelares (*Lamellar Boundaries, LBs*) em substituição aos DDWs e MBs (Rosen, Jensen e Hansen, 1993). Estas estruturas terão papel fundamental no processo de recuperação em ligas de alumínio encruado.

Os contornos de discordâncias incidentais (*Incidental Dislocation Boundaries, IDBs*), são originados das paredes das células que, por sua vez, são formados quando as discordâncias interagem entre si, de modo absolutamente aleatório, compartilhando os mesmos sistemas de deslizamento e posterior emaranhamento. As diferenças crescentes nas orientações entre as diferentes partes do cristal oriundas do processo de deformação são acomodadas pela presença dos DDWs, MBs e LBs. Esses contornos são classificados como *Geometrically Necessary Boundaries, GNBs*. No material em deformação, a separação entre os GNBs e IDBs diminui com o aumento da força aplicada. Inversamente, o aumento da força aplicada, isto é, o aumento

da deformação tende a diminuir a diferença de orientação entre as regiões limitadas por esses contornos.

Num processo onde a deformação plástica é sempre crescente, regiões com predominância da microestrutura lamelar tendem a levar o cristal a sofrer grandes rotações o que produz contornos de grãos de alto ângulo dividindo regiões de texturas significativamente distintas. Assim, são formados contornos de alto ângulo com mais de  $60^\circ$  de diferença na orientação. Após deformações da ordem de 90%, um metal de alta EDE apresenta um número de contornos de alto ângulo maior que o número inicial de contornos de grãos. Esse comportamento pode ser observado na deformação plástica de policristais. Bay e col., em 1992, observaram que, para pequenas deformações da ordem de 10 a 50%, o alumínio de alta pureza laminado a frio apresentava uma microestrutura formada de células de discordâncias, blocos de células (*Cell Blocks*, CBs), DDWs e MBs, sendo que as DDWs formavam ângulo em relação à direção de laminação de cerca de somente  $40^\circ$ .

Nos metais de alta EDE, pequenas deformações da ordem de 10%, apresentam uma microestrutura predominante de células que evolui para uma onde há predominância de blocos de células, DDWs e MBs quando deformadas entre 20 e 50%. Com a elevação da deformação para cerca de 70%, a estrutura das células e blocos de células passam a apresentar uma forma alongada agrupando-se em estruturas lamelares formando ângulos entre 0 e  $15^\circ$  em relação à direção de laminação. Estas estruturas, porém, representam apenas 25% da estrutura total.

Aplicando-se deformações elevadas, da ordem de 80 a 90%, as estruturas intermediárias desaparecem predominando os contornos lamelares paralelos à direção de laminação. As lamelas são separadas entre si por contornos lamelares, LBs, e geralmente apresentam uma única célula resultante dessa intensa deformação. No alumínio, metal com elevada EDE, observa-se a ocorrência da recuperação dinâmica quando aplicado 90% de deformação, caracterizado pelo surgimento de subgrãos equiaxiais.

A análise dos fenômenos, individual e coletiva, leva a um modelo onde a deformação aplicada pode ser acompanhada pela evolução da microestrutura de materiais com características distintas no que diz respeito a

estrutura cristalina e EDE, (Hughes e Hansen, 1997, Hughes, 1993, Hughes e Hansen, 1993).

Para a melhor compreensão desses fenômenos, a Figura 3 apresenta um esquema com a representação das estruturas formadas.

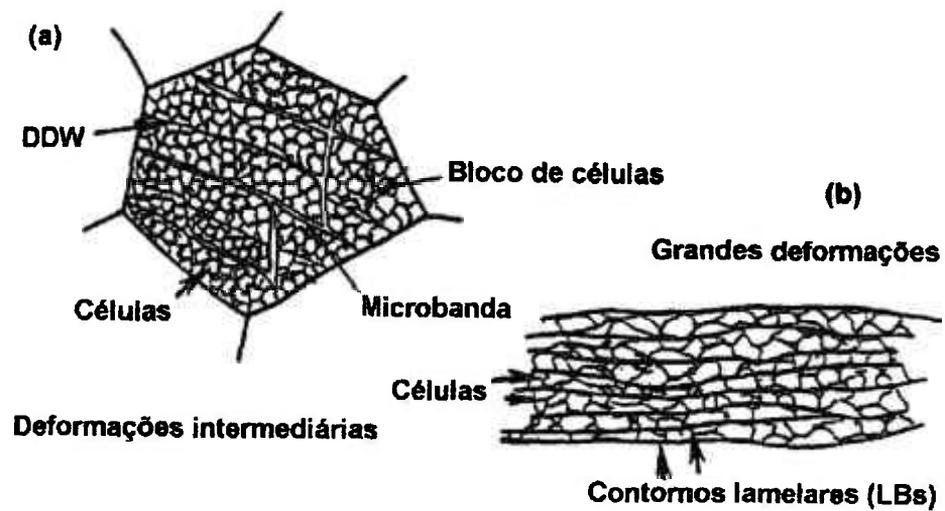


Figura 3. a) Microestrutura de um grão submetido a deformações apenas intermediárias ( $0,06 < \epsilon < 0,80$ ), b) O mesmo grão após uma grande deformação ( $\epsilon > 1$ ).

### 5.1.2 - Deformação Heterogênea na Microestrutura

De uma forma geral, os materiais, mesmo os de alta pureza, não apresentam uma estrutura homogênea. Assim, para o alumínio, os processos de deformação plástica geram uma estrutura heterogênea, devido à ocorrência de deslizamentos de diversas origens (Rosen, Jensen e Hansen, 1993). Dessa forma, a distribuição de defeitos cristalinos em um material encruado é heterogênea o que leva a concluir que muitas características dos materiais são devidas a essa heterogeneidade.

As regiões que contém maior quantidade de defeitos cristalinos e na orientação no reticulado são aquelas que apresentam heterogeneidade na formação. A partir dessas regiões é que são iniciadas as nucleações da recristalização, pois contém os núcleos potenciais formados durante a deformação plástica. Uma vez que os metais têm características diferentes, naqueles em que há formação de bandas de transição, de cisalhamento e maclas mecânicas, a nucleação deverá se iniciar nas intersecções das heterogeneidades ou próximas a elas (Padilha e Siciliano, 1995, Humphreys e Hatherley, 1995, Haessner, 1978).

**Bandas de deformação:** Se um grão apresentar regiões com diferentes orientações, estas são chamadas de bandas de deformação. As bandas de deformação são classificadas em dois tipos. O primeiro surge quando são ativados sistemas de escorregamentos diferentes, podendo estar acomodadas em diferentes tipos de sistemas de deslizamento provocando rotação em diversas direções. O segundo tipo é caracterizado quando regiões do mesmo grão sofrem deformações diferentes. A ocorrência das bandas de deformação está associada à orientação do cristal original, do tamanho do grão e do grau de deformação do material (Lee e col., 1993).

**Bandas de transição:** As bandas de transição ocorrem nas regiões onde duas bandas de deformação se encontram, Figura 4. A origem das bandas de transição está associada à deformação de volumes próximos num mesmo grão

sendo deformados pela ocorrência de sistemas de deslizamentos diferentes. A largura dessas bandas depende do material e apresentam, em geral, poucos subgrãos de espessura. São caracterizadas pela constante alteração de orientação o que acarreta grandes diferenças na orientação entre regiões vizinhas (Padilha e Siciliano, 1995), sendo confinadas num mesmo grão, ou seja, não ultrapassam os contornos. Os tamanhos das células de deformação dentro das bandas de transição são menores e mais alongadas. Uma vez que o início da recristalização está associado à ocorrência de grandes diferenças de orientação no reticulado, as bandas de transição são regiões onde preferencialmente se inicia a recristalização.

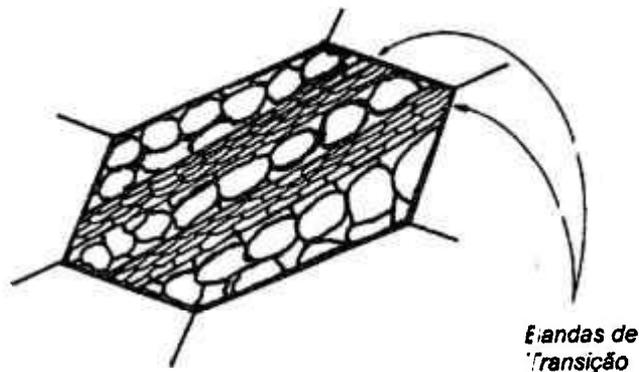


Figura 4. Esquema de um grão deformado mostrando as bandas de transição.

**Bandas de cisalhamento:** As bandas de cisalhamento são regiões de heterogeneidades importantes para o início da recristalização (Padilha e Siciliano, 1995, Humphreys e Hatherley, 1995). Essas bandas têm origem a partir do escorregamento entre regiões de máxima tensão macroscópica de cisalhamento e também nos planos onde a deformação ocorre facilmente. Normalmente, essas bandas estão associadas às regiões que formam ângulos

de cerca de 30 a 60° em relação à direção da deformação. Diferentemente das bandas de transição, as bandas de cisalhamento ultrapassam os limites de um grão, atravessando diversos grãos. Estas bandas estão associadas a metais que sofreram altos graus de deformação a frio, ou que apresentem grãos grosseiros, ou a partir de deformações que apresentem predominância de componentes de compressão.

**Microbandas:** Os metais e ligas submetidos a deformações plásticas de baixa e média intensidade apresentam blocos de células que são separadas por microbandas. Essas microbandas têm a forma de lâminas longas e estreitas, com espessuras entre 0,1 e 0,3  $\mu\text{m}$  e são somente observadas por microscopia eletrônica de transmissão. A estrutura que forma as paredes das microbandas é caracterizada pela ocorrência de grupos de discordâncias similares àquelas que ocorrem nas células de deformação. Esta, porém, apresenta uma densidade de discordâncias relativamente menor do que a encontrada no interior das microbandas.

## 5.2 - O TRATAMENTO TÉRMICO

Os processos de produção do alumínio e fabricação de suas ligas levam, normalmente, ao acúmulo de tensões residuais nesses materiais. Essas tensões podem ser prejudiciais para a seqüência de fabricação da peça ou mesmo para a vida útil desta (Kolososki, 1996). Para que essas tensões sejam eliminadas ou minimizadas, são aplicados tratamentos térmicos de acordo com o tipo da liga, forma e tamanho das peças, processo de fabricação e condições de trabalho.

A natureza do tratamento térmico aplicado às ligas confere algumas diferenças nas características dos materiais. Normalmente, utiliza-se um forno que pode ser do tipo resistivo ou indutivo para o tratamento das peças. Existe também, o recozimento em banhos de sais (Rabet e col., 1996;

Miura e col., 1996 e Marshall e Ricks, 1993) onde as temperaturas podem atingir 500 °C.

O recozimento do material encruado tem por finalidade alterar a microestrutura e a textura e, conseqüentemente, as suas propriedades. Essas alterações se dão principalmente com a diminuição da densidade das discordâncias devido à diminuição da energia retida e recuperação e/ou recristalização.

As condições do recozimento são fortemente dependentes dos parâmetros iniciais (condições do encruamento) e finais do material (propriedades desejadas), além da sua natureza própria (tipo do metal, composição química, fases, entre outras).

## **5.3 – RECUPERAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO**

### **5.3.1 - Recuperação**

Como mencionado anteriormente, vários são os fenômenos microestruturais que ocorrem durante o processamento termomecânico, (Húpalo, 1999, Padilha e Siciliano, 1995). Alguns deles se dão separadamente, outros simultaneamente, podem ocorrer de forma controlada ou sem qualquer controle. A recuperação compreende fenômenos que levam a restauração parcial da microestrutura do material advinda da deformação plástica, (Blum e McQueen, 1996). A recuperação ocorre de duas maneiras: quando ocorre durante o recozimento após as etapas de deformação plástica é classificada como recuperação estática, porém, quando ocorre durante a deformação plástica em temperaturas acima da ambiente é denominada recuperação dinâmica. O segundo caso é mais comum entre os metais de elevada EDE. Como as propriedades dos materiais estão intrinsecamente relacionadas ao seu estado microestrutural, a recuperação pode ser avaliada medindo-se as alterações nas propriedades mecânicas, resistividade elétrica e tensões residuais.

Para a restauração total ou parcial da microestrutura inicial, os fenômenos associados ao processo de recuperação estarão relacionados ao tipo do material e a sua pureza, à deformação aplicada ao material e às temperaturas aplicadas durante as etapas de deformação plástica e de recozimento. Assim, a aniquilação de lacunas e migração de defeitos puntiformes em direção aos contornos de grãos e discordâncias ocorrerá em temperaturas acima de  $0,2.T_f$ , onde  $T_f$  é a temperatura absoluta de fusão. Na região entre  $0,2$  a  $0,3.T_f$  os fenômenos predominantes serão a aniquilação e rearranjo de discordâncias de sinais opostos fazendo com que os subcontornos dos grãos se tornem mais aparentes, o que irá caracterizar uma estrutura de contornos de baixos ângulos, (Humphreys e Hatherley, 1995). Outras estruturas, como a formação de subgrãos somente ocorrem em temperaturas superiores, normalmente acima de  $0,4.T_f$ , quando há energia suficiente para que o escorregamento e a escalada ocorram em grande escala.

### **5.3.1.1 - O grau da recuperação**

Uma vez que os fenômenos associados à recuperação do material competem com aqueles que levarão à recristalização, a extensão em que o primeiro irá ocorrer depende diretamente de quanto o material é susceptível à ocorrência dos fenômenos do segundo processo. Apesar da competição com a recristalização, a recuperação ocorre antes que a recristalização esteja adiantada. Se o material estiver com a estrutura inteiramente recristalizada não há como ocorrer a recuperação, pois toda a subestrutura de deformação já foi eliminada.

O material encruado não apresenta homogeneidade na distribuição das deformações sofridas. As regiões com pouca deformação estarão preferencialmente associadas aos fenômenos de recuperação ao passo que aquelas com maior grau de deformação estarão sujeitas aos fenômenos de recristalização. Essa significativa seletividade dos fenômenos se dá devido à concorrência entre si, local e cronológica, quando da aplicação dos tratamentos térmicos. Dessa forma, a ocorrência da recristalização, ou seja, a migração de

contornos de alto ângulo será comprometida, pois o potencial termodinâmico para esse fenômeno irá diminuir já que a recuperação estará ocorrendo concomitantemente.

Os mecanismos que determinam o fenômeno da recuperação estão relacionados à ocorrência de escorregamento e escalada, já que dependem da capacidade de dissociação das discordâncias. Assim, em materiais de alta EDE a ocorrência da recuperação estará associada ao rearranjo das discordâncias, pois leva ao alívio das tensões internas devido aos defeitos originados dos processos de deformação plástica. A extensão da deformação irá exercer um papel definido. Nos materiais em que a estrutura é policristalina, os fenômenos somente levarão à recuperação total se a extensão da deformação for baixa. Por outro lado, observa-se que em monocristais de metais de estrutura c.c.c., orientados para deformação com um sistema de deslizamento, quando submetidos até o estágio I de encruamento, são levados ao estado de quase total recuperação durante o recozimento.

As alterações que ocorrem na microestrutura são, algumas vezes, difíceis de serem classificadas como recuperação ou recristalização, já que são fenômenos que podem ocorrer simultaneamente no tempo e espaço e concorrem entre si. De uma forma geral, é consenso entre os autores considerar que a seqüência de fenômenos associados à recuperação se inicia com a aniquilação das discordâncias presentes nas células de deformação, poligonização das discordâncias presentes nas paredes das células resultando na formação de subgrãos definidos por contornos de baixo ângulo de alta mobilidade. Com a diminuição da tensão associada nos defeitos, esses núcleos acabam por migrar para as regiões deformadas do cristal.

O processo de recuperação não leva a alteração de textura.

### 5.3.1.2 - Os estágios da recuperação

#### 5.3.1.2.1 - Aniquilação das discordâncias

São dois os fenômenos principais que levam à aniquilação de discordâncias. Uma primeira quando discordâncias que atuam no mesmo plano de escorregamento, porém com sinais opostos, deslizam uma em direção à outra. E a outra quando discordâncias em planos de escorregamento diferentes e com vetores de Burgers opostos combinam escorregamento e escalada para se aniquilar. Neste caso, só ocorre em temperaturas elevadas, pois há necessidade de maior energia para que a escalada ocorra. A representação desses fenômenos é apresentada na Figura 5.

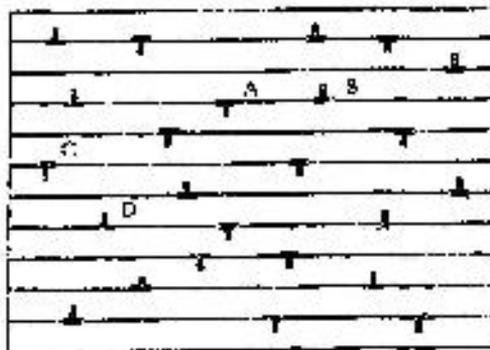


Figura 5. Representação de uma distribuição de discordâncias em cunha onde ocorre a aniquilação de discordâncias de sinais opostos, A e B, e aniquilação de discordâncias com vetores de Burgers opostos em planos distintos, C e D.

### 5.3.1.2.2 - Configurações estáveis de discordâncias

**Poligonização:** Considere a distribuição de discordâncias produzida pela flexão de um cristal simples e que foi deformado com um único sistema de deslizamento, Figura 6. Se a distribuição envolver uma quantidade desigual de discordâncias de sinais opostos, estas não poderão ser aniquiladas totalmente, remanescendo a diferença que, durante o processo de recozimento será rearranjada em uma ou mais configuração de menor energia. Esses arranjos assumem configurações regulares ou estarão presentes em contornos de baixo ângulos.

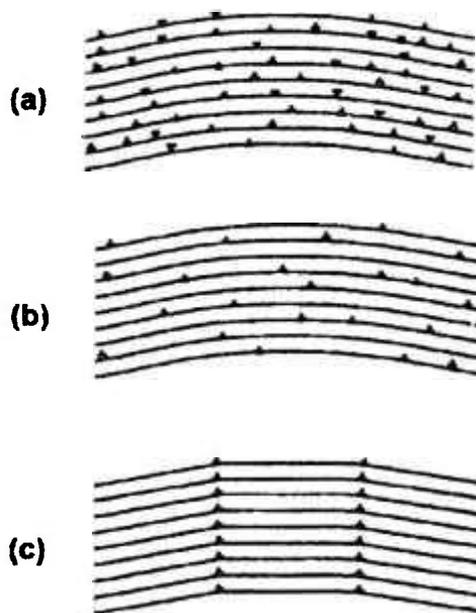


Figura 6. (a) Cristal deformado e as discordâncias resultantes, (b) aniquilação somente das discordâncias de sinais opostos e (c) rearranjo das discordâncias remanescentes em um arranjo geométrico.

**Formação de subgrãos:** A aplicação de quantidades de energia crescente irá resultar em grandes deformações na microestrutura inicial introduzindo discordâncias que se distribuirão em arranjos complexos e com diferentes vetores de Burgers. Essa é uma situação real para um material policristalino. No caso do alumínio, material de elevada EDE, ou em outros com EDE moderada, forma-se uma estrutura na forma de células com uma elevada densidade de discordâncias. Nessa condição, as paredes dessa estrutura celular apresentam uma distribuição desordenada das discordâncias formadas sendo as dimensões das células dependentes da natureza do material e da quantidade da deformação produzida.

A formação de subgrãos pode ser observada em uma seqüência de duas micrografias, Figura 7, apresentada por Humphreys e Hatherley, 1995, obtidas por um microscópio eletrônico de transmissão de alta voltagem (HVEM). As imagens são de uma amostra de alumínio deformada 10%. Na primeira imagem (a) observa-se que a estrutura resultante da deformação plástica é constituída por células cujas paredes são constituídas por discordâncias desordenadas e pela presença de quantidade significativa de discordâncias no interior das mesmas. O processo de recozimento *in situ* (250 °C por 2 minutos), ou seja, no interior do microscópio eletrônico, levou ao aniquilamento de discordâncias, resultando em subgrãos definidos, diminuição da densidade de discordâncias no interior dos subgrãos e uma pequena alteração na natureza e na orientação dos contornos formados.

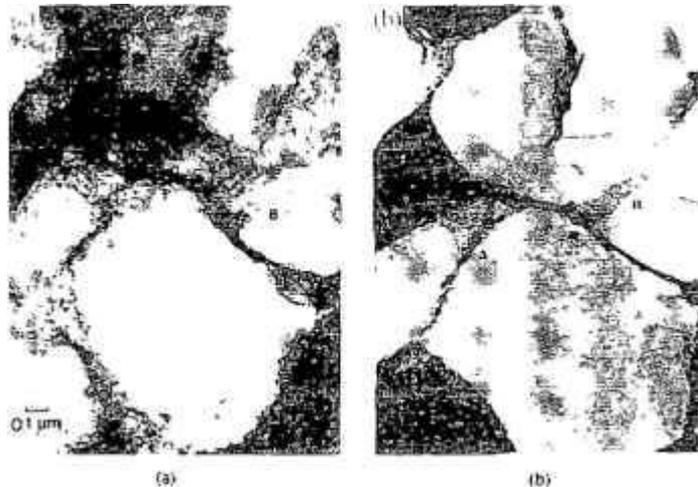


Figura 7. Micrografia de uma amostra de alumínio deformada a 10% obtida em microscópio eletrônico de transmissão (a) após a deformação e (b) após tratamento a 250 °C por 2 minutos. A recuperação se deu pela formação de subgrãos e definição dos contornos.

### 5.3.1.3 - Crescimento de subgrãos

A etapa seguinte à formação de subgrãos é o seu crescimento, (Furu e Nes, 1993). O crescimento dos subgrãos leva à diminuição da área dos contornos de baixo ângulo e ocorre somente porque a energia no material recuperado ainda continua alta, já que o material totalmente recristalizado apresenta uma subestrutura com menor energia, ou seja, mais estável.

O mecanismo mais aceito para explicar o crescimento de subgrãos baseia-se na migração de contornos de baixo ângulo. Durante a migração do subgrão ocorre a absorção de discordâncias provocando alteração na sua orientação gerando no final um contorno de alto ângulo. Por esse mecanismo fica mais evidente a formação de regiões de baixas densidades de discordâncias. Uma vez que o mecanismo se baseia na

discordâncias. Uma vez que o mecanismo se baseia na poligonização, os defeitos são aniquilados rearranjando-se numa estrutura de baixa energia.

De uma forma geral, a recuperação constitui-se em um conjunto de processos regulares. As áreas afetadas por esse fenômeno têm um comportamento similar, sendo que as alterações ocorridas pelas células e subgrãos não são bem caracterizadas quanto ao início ou fim.

### **5.3.2 - Recristalização**

Os processos que determinam e compreendem a recristalização no alumínio e suas ligas devem ser conhecidos uma vez que estão associados a vários fenômenos como a liberação da energia armazenada durante o encruamento, o aumento da densidade, a diminuição da dureza e da resistividade, entre outros (Verhoeven, 1975). Esses fenômenos afetam a facilidade com que o material pode ser trabalhado e as suas características após esse trabalho, determinando a sua correta aplicação ou não.

O processo de recristalização pode ser entendido como o resultado de um conjunto de alterações na microestrutura de um material em decorrência de tratamento térmico onde os grãos formados estão livres de defeitos, ou seja, com menor energia acumulada, Blum e McQueen, 1996. Esse processo pode levar à formação de grãos de dimensões fora do comum. Assim, o conjunto de fenômenos que levam à formação dos grãos é chamado de recristalização primária, Figura 8, e o posterior crescimento dos grãos até tamanhos exagerados é conhecido por recristalização secundária ou também por crescimento anormal de grão. Esse processo também pode ser interpretado como a eliminação de defeitos na microestrutura por migração de contornos de alto ângulo. Uma região livre de defeitos associada a um contorno de alto ângulo pode crescer avançando sobre as regiões encruadas. A recristalização, isto é, a migração de contornos de alto ângulo prossegue até que os grãos formados se encontrem. Nesta situação, a recristalização primária está terminada. O processo de recozimento de algumas ligas pode

conduzir ao seu amolecimento sem que haja a formação e migração dos contornos de alto ângulo.

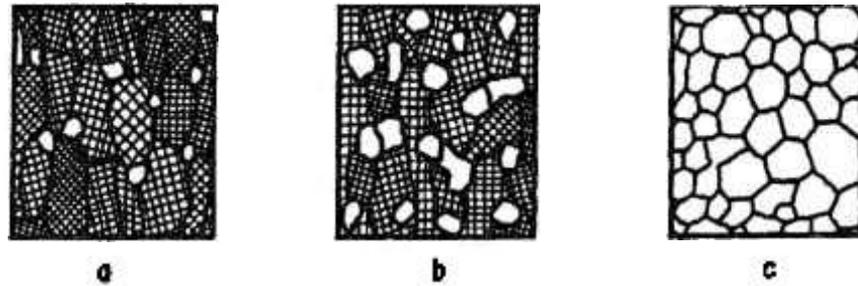


Figura 8. As etapas que representam o processo de recristalização consideram uma etapa inicial (a) onde o material encruado apresenta indícios do início da recristalização com a formação de grãos livres de defeitos. O processo segue com o aumento considerável do número de grãos livres de defeitos (b) e termina com o encontro dos contornos de alto ângulo, o que caracteriza o fim do processo de recristalização do material.

Uma interpretação generalizada dos fatores que determinam o processo de recristalização foi dada por Burke e Turnbull nas chamadas Leis da Recristalização (Padilha e Siciliano, 1995 e Humphreys e Hatherley, 1995). Nessas condições, a recristalização do material é aceita em função do tamanho dos grãos na microestrutura inicial e da quantidade de deformação e temperatura de recozimento. Considerando-se a recristalização como um processo dominado pelos fenômenos de nucleação e crescimento de grãos resultantes de processos de tratamentos térmicos controlados, essas leis podem ser aplicadas para a maior parte dos casos.

## Leis da Recristalização

- 1) “Para que a recristalização ocorra é necessária uma deformação mínima”,
- 2) “Quanto menor o grau de deformação, mais alta é a temperatura para o início da recristalização”,
- 3) “Quanto mais longo o tempo de recozimento, menor é a temperatura para o início da recristalização”,
- 4) “O tamanho de grão final depende fortemente do grau de deformação e pouco da temperatura de recozimento. Quanto maior o grau de deformação e/ou menor a temperatura de recozimento, menor será o tamanho do grão final”,
- 5) “Quanto maior o tamanho de grão inicial, maior será a deformação necessária para que a recristalização se complete no mesmo intervalo de tempo e temperatura de recozimento”,
- 6) “O grau de redução necessário para se obter um mesmo endurecimento por deformação (encruamento) aumenta com o aumento da temperatura de deformação. Para um dado grau de redução, quanto maior for a temperatura de deformação, maior será a temperatura de recristalização e maior será o tamanho de grão final”,
- 7) “O aquecimento continuado após o término da recristalização causa crescimento de grão”.

Interessante notar que as leis da recristalização não citam os fatores relacionados à orientação cristalográfica ou a textura de recristalização.

### 5.3.2.1 - Nucleação e recristalização

O início do processo de recristalização está associado à nucleação no material, (Verhoeven, 1975). A nucleação da recristalização envolve mecanismos que irão levar ao rearranjo de discordâncias formando regiões livres de defeitos associadas a contornos de alto ângulo de alta mobilidade que têm a capacidade de migrar facilmente sobre a matriz encruada.

Dessa forma, a nucleação irá determinar o tamanho e a orientação dos novos grãos formados durante o processo de recristalização. Existem vários mecanismos que procuram explicar os mecanismos envolvidos na nucleação. A teoria clássica da nucleação homogênea não será discutida, uma vez que é improvável que ocorra, pois, o potencial termodinâmico associado à recristalização é baixo e a energia de interface de um contorno de alto ângulo é mais elevada impossibilitando a formação das regiões livres de defeitos associadas a contornos de alto ângulo. A nucleação e crescimento dos grãos geralmente induzem a formação da textura de recristalização. Este tópico é melhor discutido no item 7.5.

**Migração de contornos existentes induzida por deformação:** Originalmente proposto por Beck e Sperry, 1950, este mecanismo é aplicável para deformações menores do que 40% e considera que a migração de contornos preexistentes se dá para o interior de um grão mais deformado, Figura 9. Dessa forma, cria-se regiões livres de discordâncias com orientações similares aos grãos iniciais. Esse mecanismo ocorrerá somente se o balanço energético estiver favorável, isto é, se  $E_2 < E_1$ , a migração ocorrerá no sentido onde a densidade de discordâncias for maior criando regiões livres de defeitos, ou seja, de menor energia.

**Crescimento a partir de núcleos preexistentes:** A recristalização pode ser iniciada a partir da existência de regiões livres de defeitos presentes após o encruamento tais como células de discordâncias ou subgrãos. Os fatores envolvidos nesse mecanismo estão associados a:

- 1) Após o encruamento, os núcleos apresentam orientação definida não havendo observações de que haja formação de novas orientações durante ou após a nucleação.

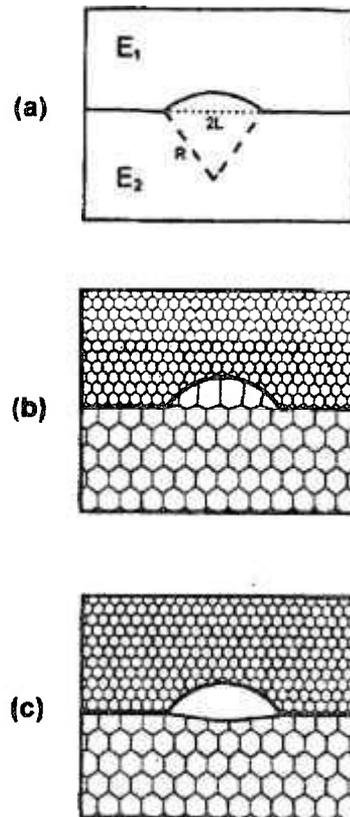


Figura 9. (a) Condições para a ocorrência da migração de contornos: A energia do grão inferior  $E_2$  deve ser menor do que a energia  $E_1$  do grão superior. (b) Migração do contorno para região de maior energia e (c) formação de região livre de defeitos com menor energia.

- 2) A nucleação se desenvolve com o crescimento de subgrãos baseados no mecanismo que envolve a formação de regiões de baixa densidade de discordâncias (poligonização) circundadas por subcontornos. Este mecanismo foi proposto independentemente por Cahn, 1950, e Beck, 1949, sendo ampliado por Cottrell, 1953, e é mais conhecido como modelo de Cahn-Cottrell.

- 3) A formação de um contorno de alto ângulo está associada à existência de um gradiente de orientação. As regiões do material onde existem diferentes orientações de cristais ou um gradiente de orientação possuem alta energia armazenada. Nessas regiões, estão presentes contornos de baixo ângulo ou discordâncias que satisfazem geometricamente a acomodação de diferenças de orientação. Nessas condições os fenômenos de recuperação são preferenciais.

A partir desses fatores, todo o processo de nucleação da recristalização será considerado como um conjunto de fenômenos que levarão ao crescimento descontínuo de subgrãos existentes em regiões com alta deformação e com um gradiente de orientação significativo.

### **5.3.2.2 - Crescimento de grão**

Após o processo da recristalização estar completado, a microestrutura dos grãos recristalizados não está totalmente estabilizada, dando início à recristalização secundária. Nesta etapa do recozimento, a quantidade de contornos passa a ter papel fundamental como potencial termodinâmico para o crescimento de grão diminuindo o número de grãos por unidade de volume devido ao aumento do tamanho dos grãos, ou seja, diminuindo a área total dos contornos. Esse aumento do tamanho dos grãos pode ocorrer continuamente para todos os grãos ou de maneira diferenciada onde alguns grãos crescem mais que os outros e são denominados crescimento de grão e recristalização secundária, respectivamente.

**Crescimento de grão:** A recristalização primária e o crescimento de grãos são fenômenos ativados termicamente. O potencial termodinâmico necessário para a ocorrência da recristalização primária é cerca de duas ordens de grandeza superior do que a necessária para o crescimento de grão. Em consequência disso, a velocidade de migração de contornos durante a recristalização primária é maior do que durante o crescimento de grãos. No caso de haverem dois

grãos vizinhos de tamanhos diferentes, o potencial termodinâmico será maior quanto maior for a diferença entre os tamanhos desses grãos.

**Recristalização secundária:** Com o término da recristalização primária, determinados grãos podem continuar crescendo além do que os demais, caracterizando um crescimento anormal de grãos também chamado de recristalização secundária. Os fatores que determinam esse crescimento anormal são a heterogeneidade do tamanho de grão, a dispersão de partículas, a textura pronunciada e a espessura da amostra.

## **6 - TÉCNICAS UTILIZADAS NO ESTUDO DA RECRISTALIZAÇÃO**

O estudo da recristalização freqüentemente exige a utilização de várias técnicas complementares. As técnicas utilizadas neste estudo são apresentadas a seguir.

### **6.1 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA**

A técnica da microscopia eletrônica é muito interessante para estudos microestruturais em virtude da capacidade de produzir grandes aumentos das imagens. Esta técnica baseia-se na interação de elétrons com a matéria e as informações geradas dessa interação. Os fenômenos que ocorrem durante essa interação são representados na Figura 10.

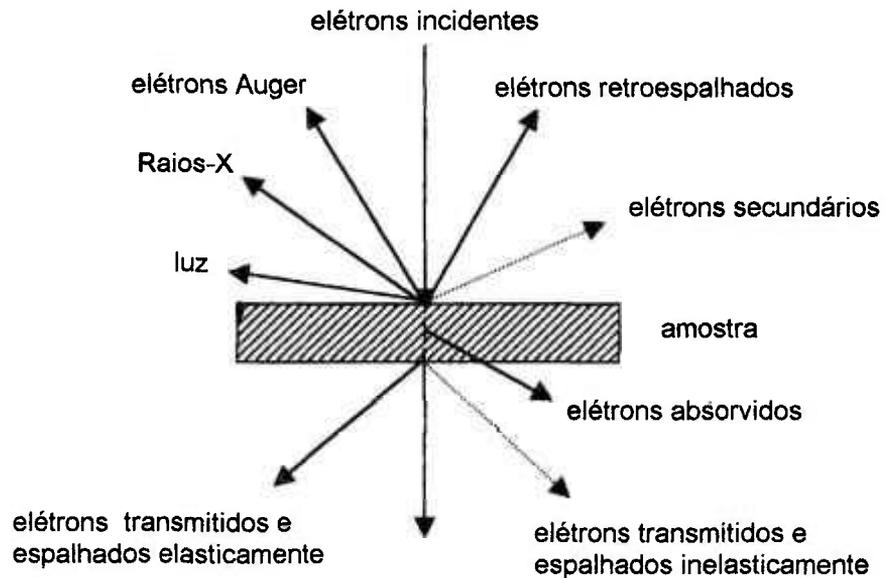


Figura 10. Interação de elétrons com a matéria e os fenômenos associados.

**Microscopia Eletrônica de Transmissão, MET**: A microscopia eletrônica de transmissão é uma das técnicas mais utilizadas para a observação de microestruturas em materiais metálicos ou não. Isso se deve ao fato dos elétrons possuírem comprimento de onda mais curto do que a luz visível e, dessa forma, poder interagir e trazer informações microestruturais (defeitos puntiformes, contornos de grãos, falhas de empilhamento, espaçamento entre discordâncias, diâmetros de grãos e subgrãos, entre outros) do que as observadas em microscopia óptica. Como o próprio nome diz, a técnica utiliza os elétrons transmitidos e espalhados elasticamente pelos núcleos dos átomos da amostra (os elétrons espalhados inelasticamente não são muito utilizados). O resultado dessa interação é basicamente a formação de imagem e de padrões de difração de elétrons. Mais uma vez, a preparação da amostra é uma etapa que deve ser realizada com muito cuidado. Nesta técnica, as amostras são normalmente afinadas para que os elétrons possam passar através destas e serem transmitidos. O processo de afinamento é escolhido em função do tipo da amostra. No caso do alumínio, as amostras devem ter, no máximo, uma espessura de 5000 Å.

Todavia, devido aos altos aumentos característicos desta técnica, a representatividade da região observada é baixa. Portanto, o uso do MET é insuficiente para caracterizar de maneira representativa o início da recristalização.

## 6.2 - DIFRAÇÃO DE RAIOS-X, NÊUTRONS E ELÉTRONS

As técnicas de difração por Raios-X, nêutrons e elétrons quando utilizadas na análise de materiais metálicos fornecem informações importantes sobre a microestrutura da amostra, tais como a natureza e os parâmetros do reticulado, tamanho, perfeição e orientação dos cristais, entre outras informações (Padilha e Ambrósio Filho, 1985). As técnicas de difração são utilizadas em análises envolvendo grandes áreas e análises envolvendo áreas selecionadas.

Apesar de essas técnicas serem utilizadas para busca de informações sobre a microestrutura da matéria, apresentam aplicações distintas ou, em outras palavras, apresentam características que as tornam adequadas a determinadas aplicações não sendo competitivas entre si e sim complementares.

**Difração de Nêutrons:** Esta técnica é a menos utilizada entre elas, não pelas suas limitações, mas pela necessidade de se ter um reator nuclear para a sua aplicação. Utilizada desde meados da década de 1930, quando ainda não se fazia uso do reator nuclear, a técnica é aplicada em situações onde a difração por Raios-X e elétrons apresentam resultados muito pobres. Como exemplos, a técnica fornece resultados muito bons para análise de materiais que contenham ferro e cobalto, pois são muito bem resolvidos (Padilha e Ambrósio Filho, 1985), além disso, podem ser utilizados para análises cristalográficas que necessitem informações sobre os elementos leves (hidrogênio, deutério e berílio, por exemplo) que são de difícil análise por Raios-X (Padilha e Ambrósio Filho, 1985).

**Difração de Elétrons:** As análises envolvendo grandes áreas utilizam câmaras de difração ou difratômetros e as análises envolvendo áreas selecionadas utilizam o microscópio eletrônico de transmissão e o microscópio eletrônico de varredura com a técnica da Difração de Elétrons Retroespalhados, EBSD, onde pode se realizar a difração de elétrons em áreas selecionadas.

**Difração de Raios-X :** Os Raios-X são radiações eletromagnéticas com comprimento de onda da ordem de 0,1 nm. Quando um feixe de Raios-X monocromático incide sobre um átomo, ocorre o espalhamento desta onda em todas as direções, e sua amplitude de espalhamento é função do número atômico e do  $\sin\theta/\lambda$ , onde  $\theta$  é o ângulo de Bragg e  $\lambda$  é o comprimento de onda. Em um reticulado cristalino, com inúmeros átomos, esse fenômeno irá ocorrer de modo que, em algumas direções teremos a relação entre os planos definidos pelos índices de Miller e o ângulo entre a radiação incidente e estes planos, definindo a lei de Bragg.

Na Figura 11 , um feixe de Raios-X monocromáticos com comprimento de onda  $\lambda$  incide sobre um ângulo  $\theta$  sobre um cristal com um conjunto de planos cristalinos com espaçamento  $d$ . A difração dos Raios-X, ocorrerá se houver interferência construtiva, ou seja, se a distância a mais percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de  $\lambda$ . Assim, o feixe difratado pelo segundo plano de átomos deverá percorrer uma distância  $PO + OQ$  a mais do que o feixe difratado pelo primeiro plano, sendo que deverá obedecer a seguinte condição,

$$PO + OQ = n\lambda = 2d \sin\theta \quad (\text{Lei de Bragg})$$

onde  $n = 1, 2, 3, \dots$

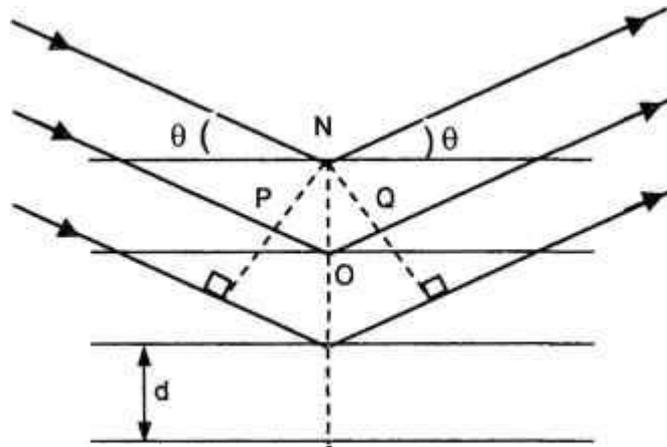


Figura 11: Difração de Raios-X por um cristal onde a equação de Bragg é satisfeita.

### 6.2.1 - Vantagens da Difração de Raios-X Utilizando Câmaras de Difração

A difração de Raios-X, utilizando a câmara de Debye-Scherrer, a câmara de transmissão ou de reflexão apresenta vantagens no estudo da determinação do início da recristalização. Consegue-se a observação da fase recristalizada em seu estágio inicial, analisando-se grandes áreas da amostra e distingue-se, também, a seqüência do processo de recristalização das fases presentes na amostra.

As câmaras de transmissão e reflexão possuem uma geometria muito simples, onde o registro do padrão de difração gerado por uma amostra é obtido colocando-se um filme perpendicular ao feixe de Raios-X incidente. Se a

amostra for posicionada entre a fonte e o filme tem-se a geometria da câmara de transmissão. Embora essas câmaras ofereçam a vantagem de se registrar o círculo inteiro resultante da projeção do cone de difração sobre o plano do filme, elas sofrem a desvantagem de estarem limitadas a valores de  $2\theta$  máximos.

O filme também pode ser colocado perpendicular ao feixe de Raios-X incidente entre a fonte e a amostra, se ângulos de espalhamento  $2\theta$  muito altos necessitarem ser estudados. As câmaras que usam essa geometria são chamadas câmaras de reflexão. Neste caso o problema é o oposto, isto é, somente valores de  $2\theta$  maiores do que um valor mínimo podem ser registrados.

A Figura 12 mostra a amostra, o feixe de Raios-X e as posições do filme nas câmaras de transmissão e reflexão.

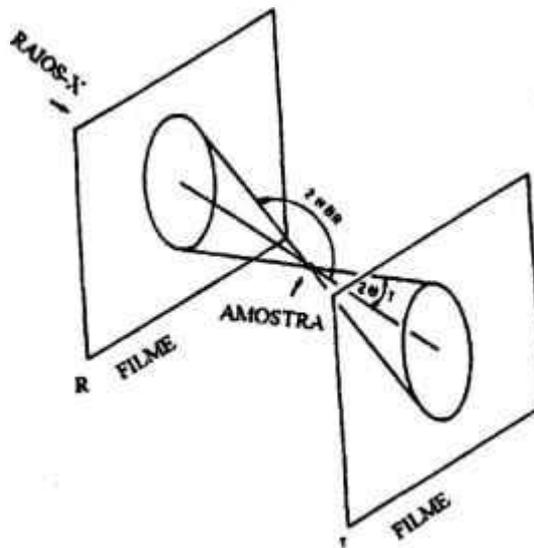


Figura 12. Posição da amostra e do filme nas câmaras de transmissão e reflexão.

Conhecendo-se a distância,  $D$ , entre a amostra e o filme e medindo-se o raio do círculo,  $x$ , resultante da projeção do cone de difração sobre o plano do filme,  $\theta$  poderá ser obtido através da relação a seguir:

$$\operatorname{tg} 2\theta = x/D$$

Após os valores de  $\theta$  de um dado cone de difração terem sido determinados, as correspondentes distâncias interplanares,  $d$ , podem ser facilmente calculadas pela aplicação da Lei de Bragg.

Para se acompanhar o processo de recristalização por meio das câmaras de difração basta apenas uma análise visual dos padrões de difração gerados. Uma amostra metálica que se apresente “perfeita”, sem defeitos, gerará, quando submetida a uma análise por difração de Raios-X (Câmara de Debye-Scherrer, transmissão ou reflexão), um padrão de pontos bem definidos de acordo com a sua estrutura cristalina. Para a dedução da lei de Bragg, foi suposto que os átomos estão posicionados com os espaçamentos constantes. Se algum átomo estiver deslocado de sua posição inicial, causará deslocamento da onda espalhada por este átomo. Isto causa um alargamento no perfil de difração. Em materiais com alta densidade de defeitos (lacunas, discordâncias, falhas de empilhamento) uma grande quantidade de átomos se encontra fora de sua posição de equilíbrio na rede, causando um alargamento acentuado no perfil de difração, proporcional a densidade de defeitos. No padrão de difração de transmissão, quando o posicionamento dos átomos está correto revela-se pontos com alta intensidade. A deformação a frio causa alta densidade de defeitos, provocando no padrão de difração de transmissão pontos difusos. A ocorrência simultânea dos dois fenômenos, apresenta padrões de difração difusos com pontos bem definidos quando exposto a filme fotográfico. Este tipo de contraste não é detectado quando se utiliza difratômetros de Raios-X.

## 7 – TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

Os metais comumente utilizados são agregados policristalinos, nos quais cada grão individual tem uma orientação cristalina que difere das dos seus vizinhos. De uma forma geral, esses grãos podem tanto estar distribuídos aleatoriamente em relação a um sistema de referência (pouco provável), como apresentarem orientações concentradas, em maior ou menor grau, em uma ou mais orientações (Padilha e Siciliano, 1995, Hatherley e Hutchinson, s.d.). Essas distribuições não aleatórias são chamadas de orientações preferenciais ou texturas. Essas características puramente cristalográficas, porém, não devem ser confundidas com o alinhamento da estrutura do grão ou distribuições preferenciais de segundas fases que são reveladas por metalografia óptica.

Orientações preferenciais são comumente descritas por meio de figuras de polo. Estas figuras são projeções estereográficas simples que mostram a distribuição de determinadas direções cristalográficas dos grãos que constituem o metal. Figuras de polo são descritas em sistemas de referência que são escolhidos de modo a corresponderem às direções definidas na amostra. Em folhas laminadas, por exemplo, o sistema de referência é a direção de laminação (RD), direção transversal (TD) e a normal ao plano da folha (ND) (Bowen, 1988; Bunge, 1986 e Bunge, 1982).

Uma orientação preferencial é representada da seguinte forma:  $(hkl) [uvw]$  onde  $(hkl)$  é o plano paralelo ao plano de laminação e  $[uvw]$  é uma direção cristalina paralela à direção de laminação.

## 7.1 - O MÉTODO SCHULZ DE REFLEXÃO

Para determinar as figuras de polo, o método mais utilizado é o método de reflexão de Schulz, (Bunge, 1986 e Bunge, 1982). A amostra utilizada neste método é tipicamente uma peça na forma de chapa de cerca de  $25 \text{ mm}^2$  com uma superfície plana que foi preparada por polimento químico. O feixe de Raios-X não deve ser transmitido através da amostra sendo a espessura normalmente maior do que 0,2 mm. O limite superior para a espessura é determinada somente pelo desenho do porta-amostra e é normalmente de cerca de 5 mm. Quando montado sobre o goniômetro, a amostra é sujeita a três tipos de movimento. Estes são :

- (i) oscilação simples lateral, melhora a média estatística da medida de textura por aumento do número de grãos que são analisadas (oscilação  $\gamma$ ).
- (ii) rotação em volta de um eixo perpendicular à superfície da chapa (rotação  $\beta$ ) e
- (iii) rotação em volta de um eixo paralelo à superfície da amostra, e coplanar com o feixe incidente e difratado (rotação  $\alpha$ ).

A Figura 13(a) mostra um goniômetro de textura comercial com uma amostra em posição. Um diagrama esquemático que explica o arranjo geométrico é mostrado na Figura 13(b) e a projeção estereográfica correspondente é dada na Figura 13(c). Na Figura 13(a), um feixe de Raios-X vindo da fonte (1) é colimado por fendas de divergências (2) passando subsequenteiramente através de uma fenda horizontal estreita (3) até chegar à amostra (4). O círculo maior do goniômetro (5) é ajustado de tal modo que o seu eixo obedeça ao ângulo de Bragg,  $\theta$ , com o centro do eixo incidente. A

condição de difração necessária é escolhida movendo-se o braço e mantendo as fendas de entrada (6) e do contador (7) na posição do ângulo  $2\theta$ . Na prática, o ângulo  $\theta$  não é crítico (dentro do intervalo de  $0,5^\circ$ ) e é simplesmente ajustado para o valor calculado. A posição do contador,  $2\theta$ , necessita, entretanto, de um ajuste fino para se obter uma medida de intensidade otimizada do feixe difratado. A intensidade difratada é medida e coletada para cada rotação  $\alpha$  e  $\beta$ , normalmente em passos de  $5^\circ$ . Estes dados são, então, “plotados” em forma de isolinhas de mesma intensidade, com sistemas de coordenadas apresentadas na Fig. 13.c

## 7.2 - FUNÇÃO DISTRIBUIÇÃO DE ORIENTAÇÃO

A descrição da textura com auxílio de figuras de polo é muito útil, mas as informações que elas contém são incompletas e semiquantitativas. A razão fundamental para essa dificuldade é que uma orientação geral apresenta três graus de liberdade ao passo que uma figura de pólo apresenta somente duas variáveis independentes (Hatherley e Hutchinson, s.d.). A textura pode ser descrita de uma forma mais completa com auxílio das funções distribuição de orientação dos cristalitos ou grãos (FDO). Três métodos matemáticos foram propostos para a obtenção dessas funções: Williams a partir de uma solução iterativa de mínimos quadrados (Williams, 1968) e Roe (Roe, 1965) e Bunge (Bunge, 1969), independentemente a partir de métodos que utilizam harmônicos esféricos generalizados. Essas funções, definidas na equação 1 abaixo,

$$F(\varphi_1 \phi \varphi_2) = f(g) = dV/V \quad (1)$$

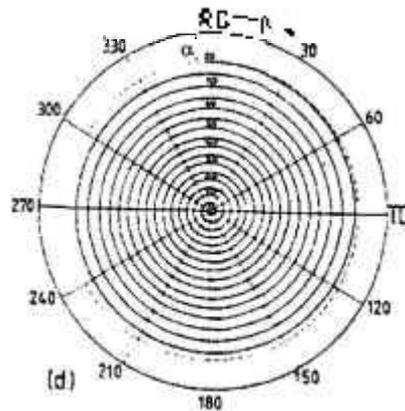
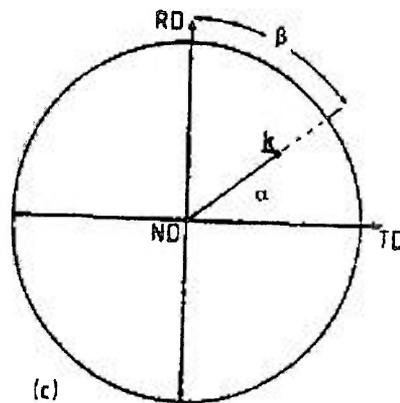
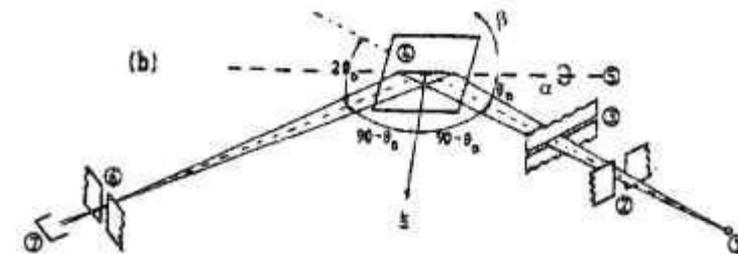
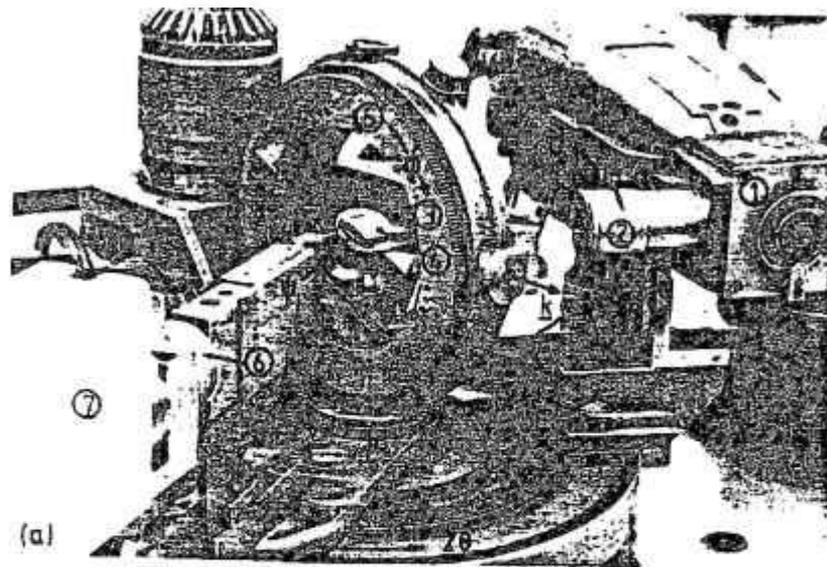


Figura 13: (a) Goniômetro de textura comercial, (b) diagrama esquemático do arranjo geométrico, (c) sistema de coordenadas  $\alpha$  e  $\beta$  e (d) projeção estereográfica correspondente.

especificam a freqüência de ocorrência de determinadas orientações em um espaço tridimensional. Este espaço é definido pelos três ângulos de Euler, Figura 14, segundo Bunge, 1965, utilizando os ângulos  $\varphi_1$ ,  $\phi$  e  $\varphi_2$ , os quais constituem um conjunto de três rotações consecutivas que precisam ser aplicadas a cada célula unitária para tornar os seus eixos cristalográficos  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 010 \rangle$  e  $\langle 001 \rangle$  coincidentes com o eixo da amostra.

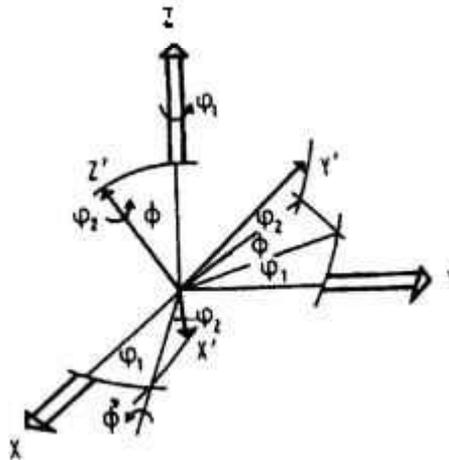


Figura 14. Definição dos ângulos de Euler, Bunge, 1965.

Os valores de  $f(g)$  são, geralmente, mostrados em seções constantes de  $\varphi_2$ , isto é, para cada  $0 \leq \varphi_2 \leq 90$  em passos de  $5^\circ$ , são plotados isolinhas de várias intensidades de  $f(g)$  em função de  $\phi$  e  $\varphi_1$ .

A determinação das orientações preferenciais  $(hkl)\langle uvw \rangle$  através das FDOs é feita por meio de uma carta mostrada na Figura 15. Nesta carta são apresentadas as orientações em função dos ângulos de Euler e algumas orientações preferenciais no espaço de Euler, Figura 16.

Análises quantitativas de textura usando FDOs permitem, além da identificação sem ambigüidade de todas as orientações, a obtenção da fração volumétrica de cada orientação e da intensidade absoluta destas orientações, (Bowen, 1990).

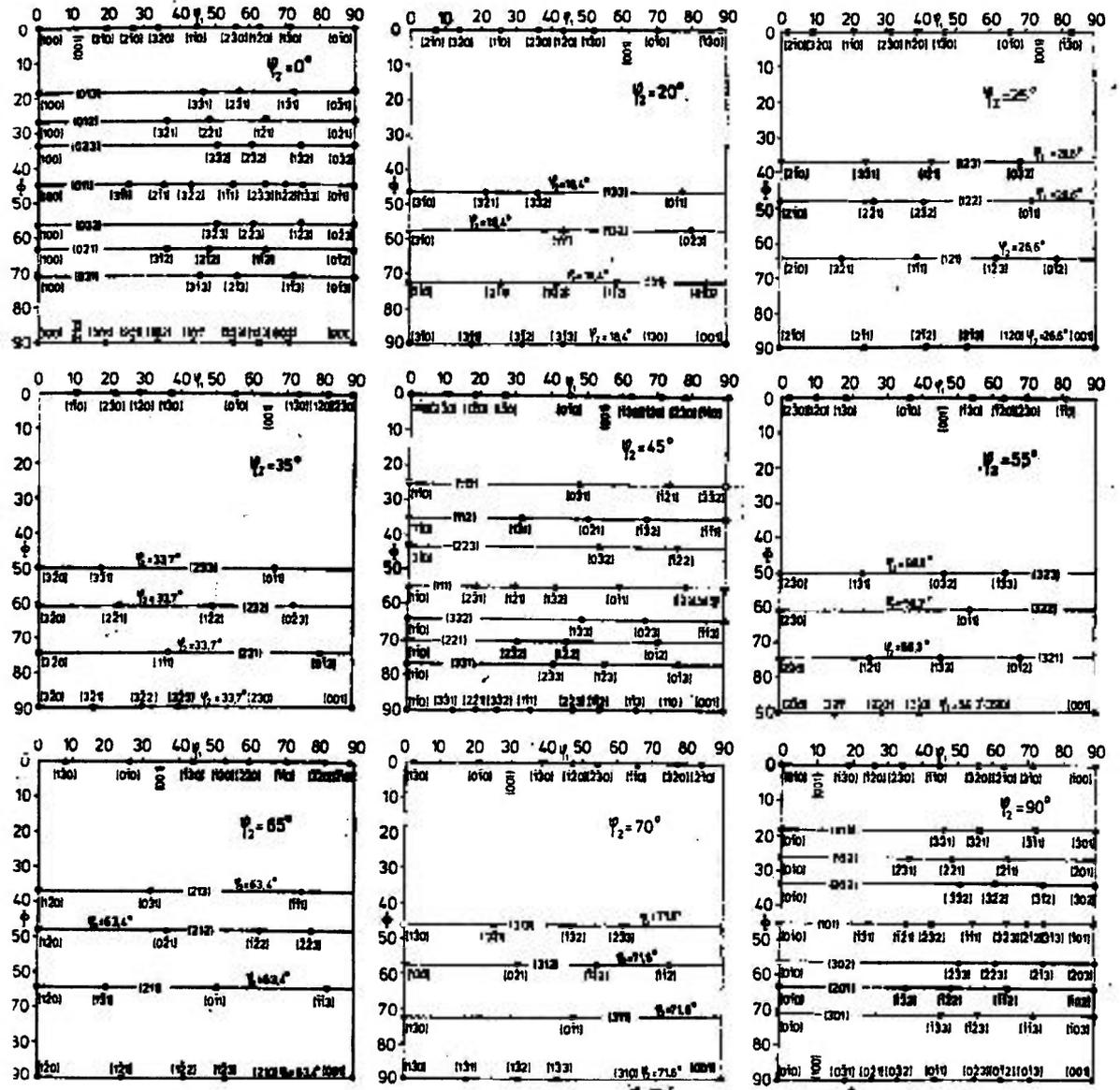
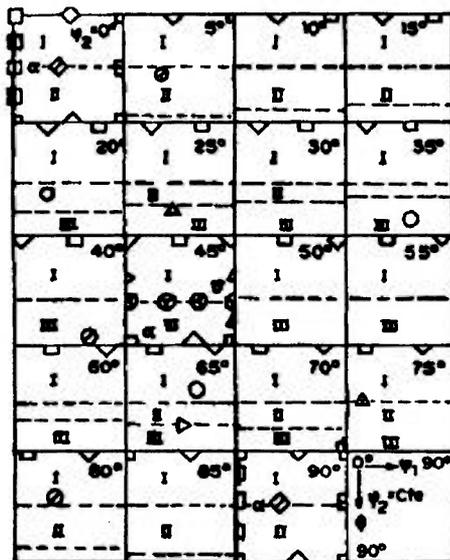


Figura 15: Carta de orientações no espaço de Euler.



símbolo	{hkl}	<uvw>	nome
△	{112}	<11 $\bar{1}$ >	C
○	{123}	<63 $\bar{4}$ >	S
⊙	{011}	<21 $\bar{1}$ >	B
□	{011}	<100>	G
▲	{255}	<5 $\bar{1}\bar{1}$ >	TC
⊗	{111}	<11 $\bar{2}$ >	Y
⊕	{111}	<1 $\bar{1}$ 0>	Z
◇	{001}	<110>	rotW
⊞	{011}	<01 $\bar{1}$ >	rotG
⊗	{168}	<21 $\bar{1}$ >	S/B
⊕	{025}	<100>	W <sub>RD</sub>
□	{001}	<100>	W
◇	{112}	<1 $\bar{1}$ 0>	A

Figura 16: Algumas orientações preferenciais no espaço de Euler em seções constantes de  $\varphi_2$ .

### 7.3. FIGURAS DE FIBRA

Muitas vezes para uma melhor avaliação da FDO fixamos dois ângulos do espaço de Euler e "plotamos"  $f(g)$  em função de apenas um ângulo.

Para análise de materiais c.f.c. laminados, é interessante analisar a fibra  $\alpha$ , ( $0 \leq \phi_1 \leq 90^\circ$ ,  $\phi = 45^\circ$ ,  $\phi_2 = 0^\circ$ ), onde ocorrem os principais componentes

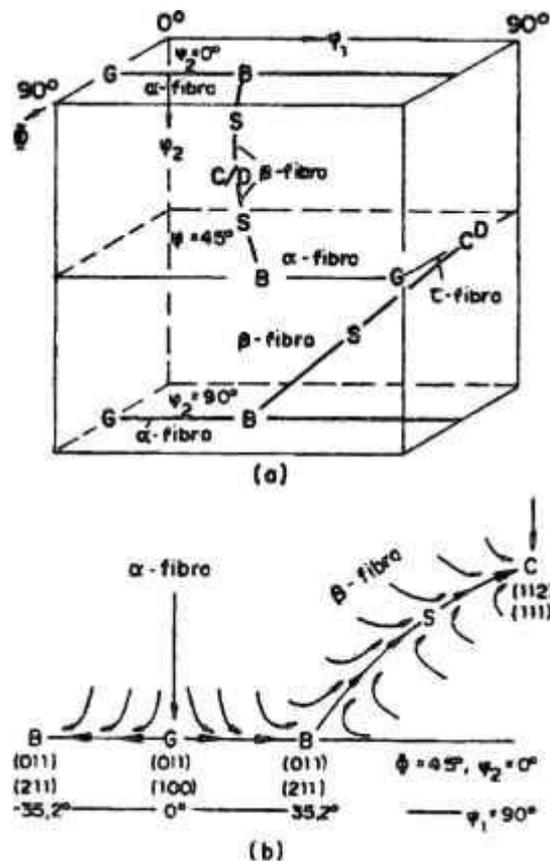


Figura 17. Gráfico das fibras de orientação da estrutura c.f.c.

- Espaço tridimensional de Euler mostrando a fibra  $\alpha$  ao longo da direção  $\langle 110 \rangle$  paralela a ND e a fibra  $\beta$  com a direção  $\langle 110 \rangle$  inclinada de  $60^\circ$  na direção de RD.
- Esquema das orientações importantes ao longo das fibras  $\alpha$  e  $\beta$ .

de textura de deformação, e a fibra  $\beta$  que é definida como o valor máximo de  $f(g)$  para cada  $\varphi_2$ . No caso da textura de recristalização do alumínio é interessante avaliar a fibra  $\langle 100 \rangle // DL$ , pois temos uma avaliação mais precisa da textura cubo. A Figura 17 ilustra estas fibras.

## 7.4 - TEXTURA DE LAMINAÇÃO

As texturas de laminação a frio de metais cúbicos de face centrada, c.f.c., são representadas principalmente por dois tipos, a cobre,  $\{112\} \langle 111 \rangle$ , e a latão,  $\{110\} \langle 112 \rangle$  (Hatherley e Hutchinson, s.d.). A textura do tipo cobre ocorre na maioria dos metais puros com alta EDE, por exemplo: Cu, Ni e Al, enquanto que a textura do tipo latão é encontrada na prata pura e em ligas com baixa EDE. A Figura 18 mostra figuras de polo (111) para cobre e latão 70/30 laminados a frio em condições similares. As transições das texturas do tipo cobre para latão podem ser induzidas por adições de elementos de liga que diminuem a energia de falha de empilhamento do metal (Zn, Si, Ge, P, entre outros) no cobre. Transições similares podem também ser conseguidas por abaixamento da temperatura de laminação. Ao contrário, metais e ligas que apresentam a textura do tipo latão podem produzir texturas do tipo cobre se laminados a temperaturas elevadas. Esta transição não está associada com os fenômenos de têmpera tal como recristalização, mas é devido à competição entre escorregamento e maclação como modo de deformação.

### 7.4.1. Desenvolvimento de Textura de Laminação e Microestrutura

O desenvolvimento da textura de laminação em metais com alta Energia de Defeito de Empilhamento (EDE), tem sido representado de um modo muito claro por Hirsch e Lücke, 1988. O desenvolvimento teórico baseado na teoria de Taylor (Taylor, 1938) da força de compressão do plano ideal usando os modelos de "full constraints", FC, e "relaxed constraints", RC,

(Hirsch e Lücke, 1988) fornecem resultados muito próximos dos resultados experimentais. O modelo RC, é aplicado para altas deformações e o modelo FC é válido para baixos graus de laminação.

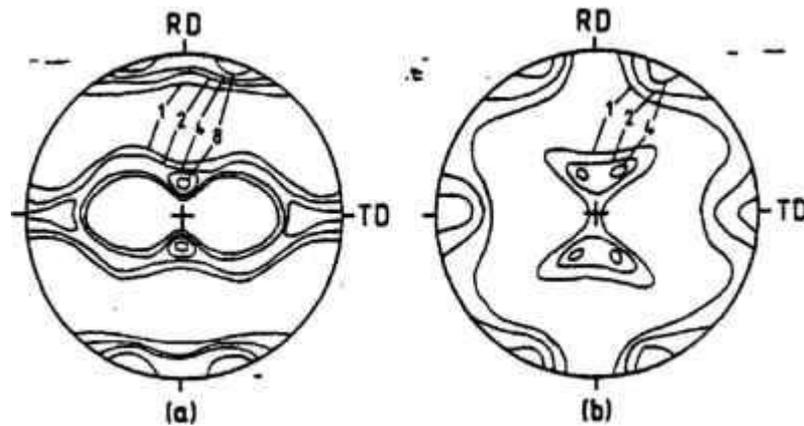


Figura 18. Figuras de polo (111) para a) cobre, laminado a frio 95% e b) latão 70/30, laminado a frio 95%.

De acordo com os resultados experimentais, durante a laminação de metais c.f.c. com alta EDE, a maior parte das orientações é rapidamente arranjada ao longo de duas fibras incompletas (Figura 17): a fibra  $\alpha$ , que se inicia da orientação Goss,  $G=\{011\}\langle 100\rangle$ , para a orientação Latão,  $B=\{011\}\langle 211\rangle$ , e a fibra  $\beta$  que parte da orientação Cobre,  $C=\{112\}\langle 111\rangle$ , passando pela orientação  $S=\{123\}\langle 634\rangle$  e terminando na orientação  $B=\{011\}\langle 211\rangle$ . No espaço de Euler a fibra  $\alpha$  é melhor observada na seção  $\varphi_2=0^\circ$ ,  $\Phi=45^\circ$  e  $\varphi_1$  variando de  $0^\circ$  (orientação G) a  $35^\circ$  (orientação B). A fibra  $\beta$  é verificada em  $\varphi_2=45^\circ$  (orientação C),  $\varphi_2=65^\circ$  (orientação S) e  $\varphi_2=90^\circ$  ou  $0^\circ$  (orientação B), Figura 17.

Enquanto que a fibra  $\alpha$  existe principalmente em laminações de graus muito baixos, a fibra  $\beta$  apresenta características de texturas em graus

médios e altos, a assim chamada textura de “metal puro” ou “tipo Cobre” (Figura 18). Este tipo de textura pode então ser representada “plotando” a densidade de orientação máxima ao longo da fibra  $\beta$  contra o ângulo  $\varphi_2$  correspondente. Uma vez que a posição exata desta fibra no espaço do ângulo de Euler varia de alguma forma com o material e o tratamento, este diagrama é obtido plotando os valores máximos de  $f(g)$  em várias seções  $\varphi_2$  contra  $\varphi_2$ . Nos metais c.f.c. com EDE mais baixa, por exemplo ligas de cobre, aços austeníticos, e prata, onde ocorrem modos de deformação e textura muito diferentes pois são influenciados por macla e subsequente formação de bandas de cisalhamento é aconselhável avaliar a fibra  $\beta$ .

Deve ser enfatizado que a descrição acima é válida somente para textura que se inicia aleatoriamente e que para texturas que se iniciam diferentemente, diferentes texturas de laminação serão obtidas. Então, a necessidade de texturas iniciais idênticas representa uma das maiores dificuldades em uma investigação sistemática. Além disto é reconhecido que esses efeitos da textura inicial não podem ser corrigidos (Lücke e Engler, 1990).

## 7.5 - TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO

Os metais que apresentam textura de recristalização do tipo cubo têm diversas aplicações tais como, chapas de alumínio para capacitores de alta voltagem, fitas supercondutoras de cobre, folhas de aço-silício, entre outras (Mao, 1999). Os fatores que afetam a nucleação e a migração de contornos de alto ângulo, importantes para o processo de recristalização, irão influenciar a formação da textura cubo. Nos materiais recozidos, os grãos recristalizados irão apresentar uma orientação preferencial e em muitos casos até mais intensa do que a textura de deformação, (Honeycombe, 1982).

As texturas de recristalização de metais c.f.c., como no caso do alumínio de alta pureza, que possuem texturas de laminação tipo Cobre, são caracterizadas pela formação de uma pronunciada orientação  $\{100\}\langle 001\rangle$  ou textura Cubo (Huh e col., 1996, Bowen, 1990). No caso do cobre essa formação pode ser tão altamente desenvolvida, que se aproxima de um cristal

perfeito. A adição de alguns elementos de liga como o arsênico e o fósforo pode ter um forte efeito de inibição no desenvolvimento da textura cubo, proporcionando o surgimento de orientações difusas ao redor das orientações formadas durante a laminação. No caso do alumínio essa perfeição não é tão notada, dessa forma a textura cubo coexiste com um pouco da textura de laminação retida, cobre  $\{123\}\langle 412 \rangle$ , (Hatherley e Hutchinson, s.d.). Para o alumínio de alta pureza, a textura cubo é reforçada após a recristalização favorecida pelo processo de crescimento de grãos durante o recozimento, (Mao, 1999). Para a liga AA1080, Samajdar e col., 1999, observaram que esse reforço do componente cubo foi devido ao grande número (chamada de vantagem de frequência) de grãos cubo recristalizados.

A origem das texturas de recristalização durante o recozimento de um metal deformado tem sido matéria de controvérsia por décadas, com a discussão focada nas teorias rivais da nucleação orientada e crescimento orientado

As razões dessa falta de progresso são identificadas:

- (i) experimentos de seleção de crescimento assim como experimentos com taxa de crescimento controlado usando cristais simples deformados têm claramente demonstrado que a mobilidade do contorno de grão é sensível à relação de orientação entre o novo grão e a matriz deformada. Entretanto, para transformar esta relação observada, mobilidade-orientação, em teoria capaz de predizer a evolução das texturas de recristalização num metal policristalino deformado em um caminho não ambíguo, tornou-se uma tarefa difícil.
- (ii) A idéia da nucleação orientada foi por muitos anos um conceito sem suporte teórico e experimental. A verdadeira natureza do evento da nucleação não foi elucidada e assim permaneceu até recentemente.

Não existe praticamente nenhum exame experimental direto da natureza da nucleação e reações de crescimento que ocorrem devido ao recozimento de um metal policristalino. Existem muitos estudos indiretos seguindo a evolução das texturas de recristalização numa escala mais global usando figuras de polo por Raios-X e FDOs. Por este ponto de vista foram

supridas uma enorme quantidade de valiosas considerações empíricas sobre a evolução das texturas de recristalização. Além disso, durante os últimos 10-15 anos uma imagem muito mais clara também emergiu considerando-se a evolução microestrutural durante a deformação dos metais. No contexto da recristalização, a importância das heterogeneidades da deformação nos sítios que dão origem à nucleação de recristalização é bem documentada. As características da orientação desses sítios têm uma função importante na evolução da textura de recristalização. Mas, uma vez que a questão fundamental relacionada ao mecanismo dominante responsável pelas origens das texturas de recristalização ainda permanece parcialmente sem solução. Atualmente com a técnica do retroespalhamento de elétrons (EBSD) no MEV (Garmestani e col., 1998, Hjelen e col., 1991) a evolução textural pode ser seguida em escala local. Isso abre o exame direto de ambos os aspectos da nucleação e crescimento das texturas de recristalização. Neste presente trabalho não serão realizadas análises por EBSD, mas artigos mais recentes tratam da evolução das texturas de recristalização em um contexto mais amplo, tanto experimentalmente como teoricamente.

Na maioria dos casos, porém, a recristalização é iniciada durante o tratamento térmico de recozimento, através da formação de núcleos de recristalização em alguns pontos da microestrutura. Para uma região se tornar núcleo de recristalização e crescer para formar um componente de textura de recristalização, algumas condições devem ser satisfeitas.

- i) Os sítios devem possuir alta densidade de discordâncias, isto leva a um rápido crescimento do subgrão na reação de recuperação, o qual é necessário para formação de zonas de tensão, que podem atuar nos núcleos.
- ii) Permitir o subsequente crescimento do núcleo, o tamanho desta zona deve exceder um diâmetro crítico  $d_{crit}$ , o qual é dado por

$$d_{crit} = 4\gamma_{GB}/\rho_D$$

onde  $\gamma_{GB}$  é a energia do contorno de grão e  $\rho_D$  é a força motriz devido à energia armazenada no contorno da matriz deformada.

- iii) O núcleo deve possuir um contorno de alto ângulo em relação a matriz, o qual em princípio, se torna habilitado para se mover, isto implica em desorientações maiores do que  $15^\circ$ .

### 7.5.1. Sítios de Nucleação

Em termos de sítios potenciais de nucleação ativos no alumínio, a terceira condição é mais crucial, uma vez que a recuperação da matriz deformada fornece desorientação que dificilmente excedem  $10^\circ$  (Engler, 1996). Conseqüentemente, a nucleação é geralmente restrita a sítios próximos de deformação não homogêneos, onde zonas locais de alta desorientação são formadas na deformação. Em alumínio altamente deformado, quatro diferentes sítios de nucleação são formados: as bandas cúbicas, contornos de grãos, bandas de cisalhamento e zonas de deformação ao redor de precipitados.

Para a formação dos componentes de textura de recristalização de maior intensidade, deve ser formado na microestrutura um número suficiente de sítios potenciais de nucleação destas orientações, para garantir um rápido crescimento de grão, isto é, os núcleos devem possuir desorientação que correspondem a alta mobilidade do contorno de grão. Estas hipóteses levam a discussão de duas teorias. a) nucleação orientada, onde é assumido que ocorre a formação de núcleos com a mesma orientação cristalográfica da textura de recristalização, ou seja, os núcleos iniciais determinam a textura final do material e b) crescimento orientado, onde é assumido que ocorre a formação de núcleos com várias orientações, mas que somente alguns núcleos, com orientações específicas em relação à matriz, crescem mais rapidamente, e portanto domina a textura de recristalização. Em alumínio a direção  $40^\circ \langle 111 \rangle$  em relação à matriz deformada possui a maior taxa de crescimento.

A textura de recristalização de muitas ligas de alumínio são dominadas por uma forte textura do tipo Cubo  $(100)\langle 001 \rangle$  com espalhamento

em torno da direção de laminação (textura tipo fibra em torno da direção de laminação, isto é,  $(hkl)\langle 001 \rangle$  e que são perceptíveis entre os ângulos  $\varphi_1$  e  $\varphi_2 = 90^\circ$ , para  $\phi = 0^\circ$  e  $\varphi_2 = 0^\circ$ .

#### **7.5.1.1 – Nucleação em estrutura do tipo banda (*bandlike structure*)**

Nucleação de grãos orientados com textura Cubo, ocorrem em estruturas semelhantes a bandas que se recristalizam com textura tipo Cubo, envolta na matriz que possui textura de deformação. Geralmente, não ocorre contraste muito visível entre os contornos destas bandas e a matriz e, portanto, as bandas cubo são caracterizadas pela microtextura e não pela microestrutura.

Ainda está em discussão se as bandas cubo são bandas de transição que são formadas durante a deformação ou se são grãos deformados que possuem a textura cubo retida da deformação.

Durante o recozimento, ocorre o crescimento de subgrãos até que alguns estejam aptos para crescer para fora da banda, consumindo a matriz deformada. Grãos orientados com textura cubo recuperam mais rapidamente do que outras orientações, resultando em uma vantagem para posterior crescimento em relação a outros durante a nucleação.

### **7.5.1.2 – Nucleação no contorno de grão**

Os contornos de grãos entre os grãos deformados da matriz também são sítios favoráveis de nucleação em alumínio laminado. Nas regiões de contorno de grão é encontrada uma alta densidade de discordâncias e alto gradiente de orientações ativando sistemas de escorregamento no intuito de reduzir as deformações incompatíveis no contorno de grão durante a deformação. Daí, estas regiões possuem boas condições para recuperação, conseqüentemente para sítios de nucleação. Além disto, se o contorno entre os grãos da matriz deformada for de alto ângulo, favorecerá o crescimento do núcleo da recristalização.

As ligas de alumínio geralmente possuem estrutura recuperada de subgrãos antes do início da recristalização. Nucleação no contorno de grão pode advir do crescimento de um subgrão para a região deformada no outro lado do contorno. Este mecanismo (SIBM) em alumínio, leva à formação de grãos com orientações próximas às texturas de deformação. Daí, conclui-se que (SIBM) produz núcleos que possuem orientações iguais à de sua matriz deformada. Durante o processo de crescimento, estas orientações são mantidas, porém em comparação com a intensidade da orientação cubo, as texturas retidas de deformação são menos intensas.

### **7.5.1.3 – Nucleação em banda de cisalhamento**

Bandas de cisalhamento são zonas deformadas não homogêneas as quais são ocasionalmente encontradas em ligas de alumínio que contém partículas finas e cisalháveis ou com alto teor de magnésio. As bandas de cisalhamento no alumínio formam um ângulo aproximado de  $35^\circ$  com a direção de laminação e são sítios favoráveis de nucleação durante o recozimento, uma vez que nestas bandas estão concentradas alta densidade de defeitos que levam ao rápido crescimento de subgrãos durante a recuperação. Para o alumínio deformado, é esperado que a orientação Goss e a orientação

(013)<231> sejam advindas da nucleação na banda de cisalhamento. Para baixas deformações, as bandas de cisalhamento são muito finas e, conseqüentemente não conseguem obter um tamanho de núcleo crítico para crescer.

$$d_{crit} = 4\gamma_{GB}/\rho_D \quad (2)$$

onde,

$\gamma_{GB}$  = energia do contorno de grão

$\rho_D$  = força motriz devido à energia armazenada

Por outro lado, com altas deformações, a energia armazenada aumenta e conseqüentemente o tamanho de núcleo crítico é menor.

Experimentalmente, conforme reportado por Engler, para baixas deformações é esperado a orientação (013)<231> e para altas deformações a orientação Goss.

Este fato sugere que a forma da orientação Goss necessita de alta deformação, portanto, deve nuclear dentro da banda e que a orientação (013)<231>, que não necessita de alta deformação, mas de um tamanho de grão crítico grande, deve nuclear fora da banda.

#### **7.5.1.4. Nucleação estimulada por partículas**

Em ligas de alumínio que contém precipitados (> 1  $\mu\text{m}$ ) antes da deformação, pode ser observado a nucleação em torno das partículas. Este efeito é devido a alta energia de defeito armazenado na interface matriz/precipitados e que durante a recuperação, estes defeitos se recuperam rapidamente para formar subgrãos e que não possuem relação de orientação com a matriz deformada. Durante o recozimento, ocorre o crescimento do

subgrão, consumindo a região deformada formando contornos de alto ângulo. Finalmente, excede o diâmetro crítico  $\sim 1 \mu\text{m}$ , e algum dos subgrãos aumentados tornam-se núcleos e aptos a crescer fora da zona deformada. Este processo geralmente leva a uma textura ao acaso.

## 8. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Esta revisão bibliográfica não pretende ser exaustiva, porém, informativa considerando as fontes necessárias para que o leitor possa ter conhecimento de onde procurar pela informação original, além de servir de suporte para este trabalho. Os trabalhos apresentados nesta revisão se restringem ao período de cerca de 30 anos passados a partir da época atual. Porém, para dar uma idéia do quanto o assunto é antigo, um pequeno comentário histórico será dado a seguir.

O início das publicações relacionadas aos processos de deformação mecânica (encruamento) e tratamento térmico não coincide com o início da utilização desses tratamentos. Existem evidências que os metais e suas ligas já recebiam tratamentos metalúrgicos já a cerca de 6000 ou 7000 anos idade das mais antigas peças de metal encontradas. Até o início da Revolução Industrial o progresso nos tratamentos metalúrgicos foi muito significativo, porém, restrito a um número relativamente pequeno de pessoas. O advento da Revolução Industrial fez com que os materiais conhecidos fossem mais exigidos e quando não satisfaziam às novas exigências, novos materiais foram testados e aplicados. Os primeiros trabalhos sobre esses tratamentos metalúrgicos resultantes dessa época foram publicados no início

da década de 80 do século XIX. Desde então, muito se desenvolveu e o conhecimento adquirido sobre os metais e suas ligas aumentou enormemente.

As publicações onde podem ser encontrados os conceitos sobre encruamento, tratamento térmico, recuperação e recristalização e as técnicas analíticas para o estudo desses processos são muitas. Dessas, destacamos os seguintes.

Samajdar e col., 1999, discutiram sobre a textura de recristalização em ligas de alumínio de pureza comercial após a laminação. Durante esse processo de laminação a frio, o processo de endurecimento está relacionado com o fortalecimento da componente Cubo  $\{001\}\langle 100 \rangle$ . Para chegarem a essa conclusão, utilizaram os recursos da representação de Figuras de Polo e das Funções Distribuição de Orientação, FDO.

Bacroix e col., 1999, estudaram as relações do tamanho de grão e textura, antes e depois da laminação e recristalização de uma liga de alumínio 1050. Discutiram que as texturas obtidas após o recozimento podem ser relacionadas, em sua maioria, como uma mistura das texturas de laminação e de recristalização.

Doherty, R. D., 1997, apresenta numa espécie de revisão muito interessante sobre os fenômenos que determinam a recristalização e a textura. Nesse texto, apresenta ainda as hipóteses da nucleação orientada e do crescimento orientado. Conclui dizendo que as bases da teoria da nucleação da recristalização foi apresentada há pelo menos 45 anos por Cahn e Cottrell.

Engler, 1996, discute o desenvolvimento da estrutura em ligas de alumínio a partir de mecanismos de nucleação e crescimento de grão durante o processo de recristalização de materiais deformados. Afirma que, em ligas de alumínio deformadas, a nucleação da recristalização ocorre, geralmente, melhorando o crescimento de subgrãos nas vizinhanças das heterogeneidades de deformação.

Embury, J. D., 1996, num texto muito interessante, apresentou uma visão de como as ligas de alumínio podem e poderão ser aplicadas em função de suas propriedades e após algumas alterações.

Blum e McQueen, 1996, apresentaram um interessante texto em que discorrem sobre a dinâmica da recuperação e da recristalização. Um texto com conceitos básicos muito bem explicados acompanhados com esquemas

gráficos e micrografias onde são vistos as estruturas relacionadas aos processos.

Miura, e col., 1996, estudaram a influência da adição de pequenas quantidades de escândio em ligas de Al-Mg. Os estudos mostraram que a temperatura de recristalização para a liga Al-Mg sem escândio foi de ~600 K (330 °C), enquanto para a liga com adição de escândio foi de 800 K (530 °C). Para essa última liga, as condições iniciais de tratamento térmico e deformação determinaram as temperaturas de recristalização.

Burger, G. e col., 1996, relataram um trabalho onde estudaram a recristalização da liga de alumínio AA6111 na forma de chapas e concluíram que a recristalização ocorre rapidamente no intervalo entre 400 e 420 °C; dependendo linearmente da temperatura, independentemente da orientação cristalográfica e que ocorre recuperação antes do processo de recristalização na taxa de aquecimento de 20 °C.s<sup>-1</sup> entre outras conclusões.

Marshall, 1996, em um trabalho sobre ligas de alumínio para a produção de latas para bebidas (cerveja e refrigerantes, principalmente) descreveram o controle sobre a microestrutura do material para que pudesse ser utilizada nessa aplicação. Assim, utilizaram para o trabalho as ligas AA3104 e AA5182 que são as mais utilizadas para essa finalidade. No texto discorrem sobre as microestruturas formadas por deformação a quente e a frio e a caracterização destas.

Humphreys e Ferry, 1996, apresentaram um trabalho discutindo a importância da maclação nos processos de recristalização de metais c.f.c. e especificamente nas ligas de alumínio. O processo de maclação é importante, pois aparece já no início da recristalização ou do crescimento dos grãos. Já que a maclação leva a formação de grãos com orientações novas foi proposto que este processo é muito importante para a determinação da textura de recristalização. Esse comportamento foi observado ser mais favorável para a formação de orientações durante o crescimento dos grãos do que a os núcleos de recristalização originais.

Hutchinson, e col., 1996, apresentaram um artigo onde falam sobre os cuidados de se utilizar e representar adequada e corretamente as desorientações associadas com os contornos de grãos.

Rabet e col., 1996, estudaram a nucleação na presença de partículas em liga de alumínio AA5182 laminada a frio. A Nucleação Estimulada por Partícula (PSN) foi verificada ser o mecanismo mais ativo que ocorre durante o recozimento. Os resultados da modelagem resultante dos estudos permitiram que os autores concluíssem que o mecanismo de recristalização é um caso especial de nucleação orientada. Os autores terminam ressaltando a importância da orientação cúbica na produção de folhas de alumínio.

Reeves, e col., 1996, utilizaram a difração de Raios-X a partir de um Síncrotron de Alta Energia. Essa técnica permitiu que obtivessem dados para a textura, fração de recristalização e morfologia dos grãos. Pelas técnicas convencionais, essas informações somente seriam obtidas por técnicas diferentes. Conseguiram observar a evolução da microestrutura, recristalização e textura da liga de alumínio 2024 com maior riqueza de detalhes que se utilizassem outras técnicas.

Heidelbach e col., 1996, estudaram a textura e a microestrutura de amostras de cobre de alta pureza após o tratamento térmico, a laminação e a recristalização. Utilizaram as técnicas da difração de Raios-X e difração de elétrons retro espalhados em um microscópio eletrônico de varredura. Este é trabalho interessante, pois comenta sobre as técnicas utilizadas e o porque de se utilizar uma técnica específica para obter as informações de textura e orientação dos grãos.

Ainda utilizando o cobre como amostra, Lee, 1995, apresentou um texto onde discute alguns aspectos sobre a modelagem do comportamento da textura dos metais c.f.c após a laminação e durante a recristalização. Esse modelo também foi aplicado em metais do tipo c.c.c. como algumas ligas de ferro. Finaliza concluindo que o parâmetro que é decisivo na recristalização é a energia armazenada devido aos deslocamentos.

Padilha e Siciliano Jr., 1995, apresentaram os conceitos básicos sobre encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura num texto fácil de ler e que pode ser utilizado como ponto de partida para outros textos.

Yamagata, 1995, num texto que segue um outro inicial de 1994, relatou um trabalho em que são discutidos resultados obtidos de estudos de recuperação e recristalização dinâmica com alumínio de alta pureza. Para

isso, utilizou um equipamento de compressão a quente para a preparação mecânica da amostra e as microscopias ópticas, eletrônicas de transmissão e varredura, além da difração de Raios-X pela técnica de Laue para as observações. Como resultado observou que a pureza do alumínio atuava decididamente nos mecanismos de recuperação e recristalização.

Burgholzer e col., 1993, apresentaram um trabalho muito interessante onde realizam a determinação quantitativa da fração volume recristalizada em ligas de alumínio do tipo AlMgSi1 e AlZnMgCu. Utilizaram para tal a Função Distribuição de Orientação (FDO) dos cristalitos. Os resultados foram comparados com os obtidos por métodos ópticos e concordam muito bem.

Furu e Nes, 1993, utilizaram alumínio de pureza comercial (0,43% Fe e 0,09% Si) para estudar a taxa de recristalização em grãos em amostras altamente deformadas. A partir dos resultados, estabeleceram um modelo do qual concluíram que para as amostras tratadas termicamente por pouco tempo as taxas de crescimentos dos grãos são maiores e que para as amostras altamente deformadas esse crescimento é mais lento.

Humphreys, F. J., 1993, apresentou um modelo de recristalização calculado em computador onde pode ser estudado o comportamento da microestrutura durante o recozimento considerando uma rede de grãos e subgrãos.

Kwiecinski e col., 1993, observaram os primeiros estágios da recristalização em alumínio e concluíram que ocorre um crescimento de grãos não normal associado a mecanismos de formação de novas estruturas típicas de recristalização *in situ*. Dessa forma, são formados contornos de grãos com baixa difusibilidade.

McQueen, 1993, abordou os aspectos da controvérsia entre as teorias da recristalização dinâmica. Observa que os grãos devido à recristalização dinâmica descontínua apresentam nucleação de maneira similar à recristalização estática e crescem de acordo com a formação de maclas de recozimento quando estes acompanham a migração de contorno. Concluem que o Al e as soluções sólidas com até 5% de Mg não apresentam recristalização dinâmica descontínua porque a recuperação dinâmica consegue manter uma baixa densidade de discordâncias.

Rosen, Jensen e Hansen, 1993, estudaram o processo de recuperação em alumínio puro após redução de 50% na espessura por laminação. Observaram a microestrutura após a deformação e após um recozimento a 150 e 200 °C por uma hora. Assim, com o recozimento a estrutura original fora alterada para um padrão com grãos maiores do que aqueles produzidos após a deformação.

Tegart, 1993, apresentou uma pequena revisão sobre os estudos de recristalização. Um artigo interessante para o desenvolvimento do assunto.

Bowen, 1990, num texto fundamental, discute sobre textura e o seu desenvolvimento, a sua representação, os processos metalúrgicos de deformação, entre outras discussões. Como material de partida, utiliza ligas de alumínio de alta performance.

Lücke e Engler, 1990, discutem a influência de partículas/precipitados nos mecanismos que atuam durante o desenvolvimento da microestrutura e textura em ligas c.f.c. Para tal, classificam os mecanismos de laminação e recristalização de ligas de alumínio em quatro grupos em função do tipo da liga. Apresentam diversas figuras de polo, FDOs e fibras  $\beta$  exemplificando os mecanismos.

Pimenta Jr., 1985, apresentou em sua dissertação de mestrado uma relação entre precipitados de segunda fase e o processo de recristalização em uma liga de alumínio da série 3000. Nesse trabalho o autor apresentou um texto onde discutiu a recristalização em metais e suas ligas e relação com a presença de precipitados. A parte experimental foi realizada em duas etapas, sendo a primeira uma deformação a frio das amostras por meio de um laminador e subsequente tratamento térmico e a segunda utilizando-se técnicas analíticas como difração de Raios-X, microscopia óptica e eletrônica e microsonda para a observação e caracterização dos fenômenos envolvidos.

Em 1985, Doherty, apresentou um trabalho em que discute a cinética da nucleação e crescimento para os diferentes componentes da textura de recristalização utilizando um modelo matemático aplicado a partir de duas hipóteses rivais, a nucleação orientada e o crescimento orientado. Os resultados apontaram para a ocorrência de ambos processos, porém, o modelo matemático não foi adequado para prever a ocorrência quantitativa dos processos.

Sakai e Jonas, 1984, apresentaram um trabalho extenso sobre a recristalização dinâmica. Para tal, utilizam desenvolvimentos matemáticos e conceitos termodinâmicos para demonstrarem as relações e os modelos desenvolvidos entre o processo de recristalização dinâmica e os materiais envolvidos.

Gorelik, 1981, discorreu sobre a recristalização em metais em um livro mais detalhado. Neste livro são encontrados textos sobre recristalização, recuperação, mudanças estruturais em ligas durante o encruamento e subsequente tratamento térmico, nucleação, diagramas de recristalização e assim por diante.

Verhoeven, 1975, apresenta um texto condensado com as informações fundamentais sobre a teoria da recuperação e da recristalização.

Margolin, 1966, editou os textos apresentados em um seminário da American Society for Metals. Os textos abordam temas relacionados a recristalização, crescimento de grãos e textura dando ênfase ao estado encruado, recristalização e recuperação, textura, deformação entre outros assuntos. Um livro muito interessante para adquirir conhecimentos além dos conceitos básicos.

## **9 – CONDIÇÕES E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS**

### **9.1. MATERIAL**

As ligas de alumínio utilizadas nestes experimentos, ASTM 1050 e 3003, foram gentilmente cedidas pela Alcan do Brasil.

As amostras encontravam-se na forma de chapas, obtidas por laminação a quente, com espessuras de 8,5mm para a liga ASTM 3003 e 6,0 mm para a ASTM 1050.

O processamento deste material até a laminação a quente consiste de lingotamento semi-contínuo de placas com espessura de 250mm, seguido de homogeneização e redução por laminação a quente.

A análise química das amostras estudadas realizada por Espectrometria de Fluorescência de Raios-X, XRF, revelou a seguinte composição química apresentada na Tabela 4.

Tabela 4: Composição química do alumínio 1050 e da liga 3003 obtida por XRF.

Elemento	Teor, %	
	1050	3003
Al	Base	Base
Si	< 0,2	0,09 ± 0,01
Fe	0,36 ± 0,01	0,64 ± 0,01
Cu	0,04±0,01	0,12 ± 0,01
Mn	0,02±0,01	1,04 ± 0,01
Mg	0,04±0,01	0,05 ± 0,01
Cr	< 0,01	< 0,01
Zn	< 0,01	< 0,01
Ti	< 0,01	< 0,01
Sn	< 0,01	< 0,01
Ni	< 0,01	< 0,01

## 9.2 DEFORMAÇÃO DAS AMOSTRAS POR LAMINAÇÃO A FRIO

- Equipamento. Utilizou-se um laminador simples do tipo ourives com cilindros de 64 mm de diâmetro.
- Procedimento. As amostras foram recozidas a 450 °C, para homogeneização, em um forno tipo mufla por uma hora e resfriadas ao ar. A laminação das amostras ocorreu a temperatura ambiente utilizando-se incrementos de deformação constantes (0,1mm em cada passe), até se alcançar a espessura de 0,4 mm. Obtendo-se, assim, uma deformação de 95 % para a liga da série 3003 e de 93 % para a liga da série 1050.

### 9.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS

- Equipamento. O tratamento térmico foi realizado em um forno resistivo tubular com cavidade cilíndrica de cerca de 30 mm de diâmetro interno, através da qual passa-se um tubo de quartzo com diâmetro aproximadamente igual ao da cavidade e comprimento de cerca de 1000mm, a faixa de operação desse forno está entre 50 e 1000°C. O controle de temperatura é feito por relê de contato e Variac, e a temperatura lida é obtida por meio de termopar Cromel-Alumel. Para uma maior precisão a leitura principal da temperatura foi feita utilizando-se um termômetro digital com sonda termopar de Cromel-Alumel.

- Procedimento. As amostras laminadas foram cortadas em chapas de cerca de 20 mm de comprimento X 15mm de largura. Em um dos cantos foi feito um furo para que um fio de aço resistente a altas temperaturas pudesse passar permitindo uma melhor movimentação das amostras dentro do tubo de quartzo. As amostras foram tratadas nas temperaturas nominais de 100, 150, 200, 250, 300, 350 e 400 °C, por uma hora em cada temperatura. Para cada temperatura foram tratadas duas amostras simultaneamente. Após verificação dos intervalos de temperatura em que o início da recristalização ocorre para cada uma das duas amostras, por meio da análise dos resultados da Difração de Raios-X, as amostras da série 1050 também foram tratadas nas temperaturas nominais de 210, 220, 230 e 240 °C e as amostras da série 3003 nas temperaturas nominais de 260, 270, 280 e 290 °C. Uma vez que o controle da temperatura pelo relê não apresentava estabilidade (precisão) adequada com variações acima de 20 % da temperatura ajustada, optou-se por um controle manual, utilizando o Variac, abrindo o forno quando preciso e ligando e desligando o mesmo. As temperaturas foram medidas em intervalos de dois minutos. As médias das temperaturas reais obtidas foram conforme dado na Tabela 5.

Tabela 5. Temperaturas nominais e reais dos tratamentos térmicos das amostras das ligas de alumínio das séries 1050 e 3003.

TEMPERATURA NOMINAL (°C)	TEMPERATURA MEDIDA (°C) PARA O Al ASTM 1050	TEMPERATURA MEDIDA (°C) PARA O Al ASTM 3003
100	99,8 ± 0,9	99,8 ± 0,9
150	149,9 ± 1,1	149,9 ± 1,1
200	199,6 ± 0,8	199,6 ± 0,8
210	210,2 ± 1,1	—
220	220,1 ± 0,7	—
230	229,7 ± 0,9	—
240	240,3 ± 1,0	—
250	249,9 ± 0,6	249,9 ± 0,6
260	—	260,1 ± 0,7
270	—	270,4 ± 0,9
280	—	279,7 ± 0,5
290	—	290,0 ± 1,2
300	299,9 ± 1,2	299,9 ± 1,2
350	350,2 ± 0,9	350,2 ± 0,9
400	400,3 ± 0,9	400,3 ± 0,9

## 9.4. MICRODUREZA

A dureza dos materiais está relacionada com o estado da estrutura que este apresenta. Após o processo de deformação mecânica, as ligas metálicas tendem a apresentar maior dureza que o estado inicial. Esta maior dureza é resultante da alteração da microestrutura onde são introduzidos defeitos de diversas naturezas.

A medição da dureza do material é uma das formas de se identificar um material deformado de outro não deformado desde que tenham a mesma natureza. São escalas de medição de dureza: Brinell, Rockwell, Shore e microdureza Vickers (utilizado neste trabalho). Neste tipo de ensaio utiliza-se um penetrador de diamante na forma piramidal. Esta pirâmide tem base quadrada e os ângulos entre as faces opostas são de  $136^\circ$ , fazendo com que a impressão no corpo tenha aspecto de um losango regular. Uma vez que as cargas podem ser escolhidas, como por exemplo, carga pequena para materiais moles e cargas grandes para materiais duros, o método Vickers é considerado como um ensaio de dureza universal. Normalmente, utilizam-se cargas de 5, 10, 20, 30, 50 ou 120 kgf. A dureza, HV, é obtida, então, a partir da seguinte equação.

$$HV = \frac{\text{carga (kgf)}}{\text{Área da Impressão Piramidal (mm}^2\text{)}}$$

- Equipamento. As determinações de microdureza Vickers foram realizadas em um microdurômetro Wolpert-Werke, 1972. Utilizou-se um penetrador de diamante com quatro faces dispendo-se num ângulo de  $136^\circ$  entre as faces opostas.

- Procedimento. Utilizou-se uma carga de 0,1 kg para as impressões, as quais foram feitas suficientemente espaçadas de modo a não interferirem mutuamente. Foram realizadas, sempre, não menos que 10 impressões em cada amostra, medindo-se as duas diagonais da base da pirâmide impressa.

A microdureza Vickers foi calculada a partir da seguinte relação, baseada na equação anterior:

$$HV = 1,8544 Q/D^2$$

onde:

HV = microdureza Vickers ( $\text{kg}/\text{mm}^2$ )

Q = carga aplicada (kg)

D = média aritmética das duas diagonais da impressão (mm).

## 9.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

- Equipamento. Os testes iniciais foram realizados na Câmara de Debye-Scherrer. Como as linhas obtidas nas tiras dos filmes eram muito estreitas dificultando a visualização de informações de interesse no acompanhamento do processo de recristalização, decidiu-se por utilizar a montagem da Câmara de Transmissão, uma vez que nela é possível aumentar-se a distância entre a amostra e o filme permitindo, assim, o registro de raios mais largas e, conseqüentemente, melhor visualização de informações.

Portanto foi utilizada a geometria da câmara de transmissão, tubo de Raios-X de Mo (tensão: 40 kV, corrente: 20 mA), radiação  $K\alpha$  (filtro Zr), colimador

circular de 1,5 mm de diâmetro interno, cabeça goniométrica para fixação da amostra e filme fotográfico para Raios-X (diagnóstico) da Kodak X-OMAT K XK-1 em folhas inteiras de 24 cm x 30 cm, porta-filme.

As distâncias entre a amostra e o filme e entre a amostra e a fonte de Raios-X foram, durante as diversas exposições, mantidas constantes em 32 cm para a primeira distância e 2 cm para a segunda.

- Procedimento. A cada exposição a amostra foi fixada na cabeça goniométrica que por sua vez foi presa a um trilho, entre a fonte de Raios - X e o filme fotográfico. Após verificação das distâncias entre amostra e filme e entre amostra e fonte deve-se confirmar a inclinação da amostra em relação ao feixe incidente ( $90^\circ$ ) respeitando a direção de laminação. O filme dentro do porta-filme fechado foi mantido na posição vertical por meio de um suporte preso ao trilho. O tempo de exposição de cada filme foi de 18 horas.

## 9.6. TEXTURA

- Equipamento : Utilizou-se um difratômetro de Raios-X da Rigaku Corporation, modelo RINT2000. O programa que controla o equipamento acompanha um módulo de tratamento das informações obtidas e a apresentação das figuras de polo. Os parâmetros de operação desta montagem são dados a seguir :

- Goniômetro : Goniômetro de alto ângulo RINT2000
- Acessório : Acessório de Figura de Polo
- Filtro : Filtro  $K_\beta$
- Tubo de Raios-X : Cu, 40 kV e 30 mA
- Detector : Contador de Cintilação
- Modo de Medida : Varredura circular coaxial
- Método : Reflexão de Schulz
- Variação de  $\alpha$ :  $15,0^\circ$  a  $90,0^\circ$

- Passo :  $5,0^\circ$
- Variação de  $\beta$ :  $0,0^\circ$  a  $360,0^\circ$
- Passo :  $5,0^\circ$
- Modo de Varredura : tempo fixo
- Oscilação  $\gamma$  : 0 mm
- Fendas :
  - Divergência : aberta
  - Espalhamento : 5 mm
  - Recebimento : 4 mm
  - Limitador de Altura : 1,2 mm
- Procedimento: Inicialmente as amostras laminadas e tratadas termicamente foram analisadas por difração de Raios-X para a determinação das posições dos picos da fase da amostra. Em seguida, as amostras foram montadas no porta-amostra, com a direção de laminação (RD) na vertical. Os planos cristalográficos escolhidos foram: (111), (220), (222) e (311).

As informações para o cálculo das figuras de polo são obtidas automaticamente pelo equipamento a partir das condições experimentais apresentadas acima. O tempo de medida de cada passo foi de 2s para os picos mais intensos e 4s para os menos intensos.

As informações obtidas das figuras de polo foram utilizadas para o cálculo das FDOs utilizando-se um programa de tratamento de dados desenvolvido no Laboratório de Difração de Raios-X do IPEN/CNEN-SP.

## 9.7. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

- Equipamento : Utilizou-se um microscópio eletrônico de transmissão (MET) da JEOL, modelo JEM-200C, para a observação das microestruturas das amostras. As amostras foram preparadas por polimento eletrolítico em um equipamento da Tenupol-Struers.

- Procedimento : Como as amostras encontravam-se na forma de chapas finas, dispensou-se uma etapa inicial de afinamento mecânico. As condições utilizadas no eletropolimento foram: cátodo de aço inoxidável, eletrólito de ácido nítrico 26% em álcool metílico, corrente de  $0,15 \text{ A/cm}^2$ , tensão entre 7 e 9 V e temperatura entre 10 e 15 °C. Nessa série, foram observadas somente imagens das microestruturas.

## **10 - RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **10.1 – MICRODUREZA VICKERS**

Os valores de microdureza Vickers obtidos para as amostras tratadas nas diversas temperaturas são apresentados na Tabela 6 e na Figura 19.

Os valores de microdureza Vickers foram “plotados” em relação a temperatura de tratamento correspondente com o objetivo de se acompanhar o processo de recristalização por mais de uma técnica, possuindo assim um meio de comparação dos resultados obtidos.

Verificamos que à medida que os átomos de soluto aumentam, a dureza é maior nesses graus de deformação.

Amostras com menor quantidade de átomos de soluto apresentam menos obstáculos ao movimento de discordâncias e formação de subgrãos, facilitando a recuperação do material e seu subsequente amolecimento. Por este motivo, a curva de microdureza da liga 1050 apresenta uma redução na

microdureza para temperaturas mais baixas. Para a liga 3003 que tem movimento de discordâncias dificultado pelos precipitados, o amolecimento ocorre de uma maneira muito rápida, quando o potencial termodinâmico necessário para provocar a recristalização é obtida a partir de  $T = 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Tabela 6. Microdureza Vickers das ligas de alumínio das séries 1050 e 3003 tratadas em diferentes temperaturas.

Temperatura do Tratamento, ( $^{\circ}\text{C}$ )	Dureza Vickers	
	ASTM 1050	ASTM 3003
Sem tratamento térmico	$57,1 \pm 0,6$	$76,2 \pm 1,1$
100	$57,9 \pm 1,2$	$76,0 \pm 0,5$
150	$56,3 \pm 1,1$	$75,5 \pm 0,8$
200	$42,9 \pm 1,4$	$75,8 \pm 1,3$
250	$31,8 \pm 0,6$	$59,6 \pm 1,1$
300	$22,9 \pm 0,5$	$35,2 \pm 1,7$
350	$21,1 \pm 0,2$	$30,9 \pm 0,5$
400	$21,9 \pm 0,3$	$30,6 \pm 0,4$

As curvas de microdureza, Figura 19, sugerem que para a liga 1050, a recristalização ocorre entre 150 e 300  $^{\circ}\text{C}$  e para a liga 3003 entre 200 e 300  $^{\circ}\text{C}$ .

Para ambos os materiais, a microdureza tende a se estabilizar após o tratamento a 300  $^{\circ}\text{C}$ , porém em valores diferentes, em torno de 21  $\text{kg}/\text{mm}^2$  para a liga 1050 e em torno de 30  $\text{kg}/\text{mm}^2$  para a liga 3003.

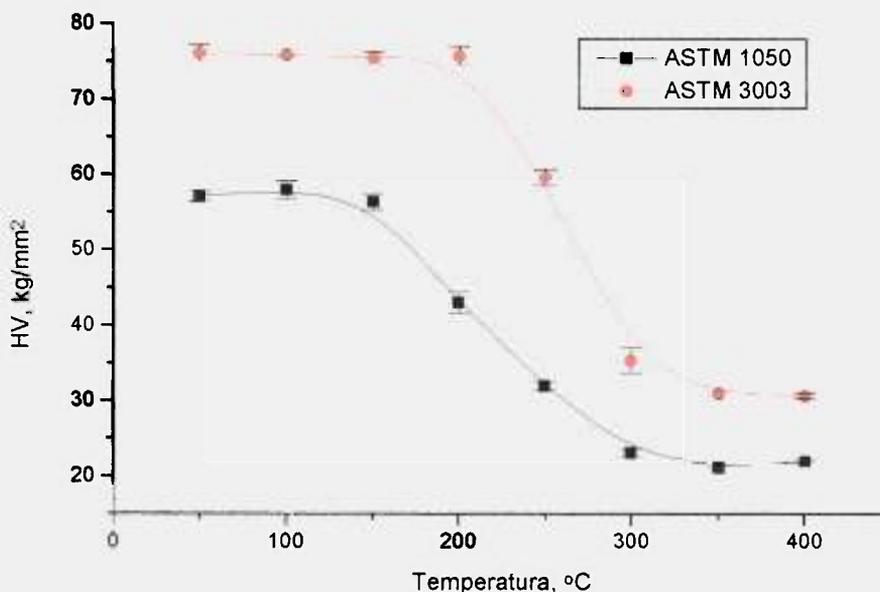


Figura 19. Variação da microdureza Vickers em função da temperatura para as ligas de alumínio das séries 1050 e 3003.

## 10.2 – DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Realizaram-se exposições de todas as amostras laminadas e tratadas termicamente, além de uma laminada e não tratada para cada série (Figuras 20 a 25). As amostras apenas laminadas apresentaram padrões de difração compostos de linhas. Esses padrões, compostos apenas de linhas, não sofreram alteração para as amostras tratadas a 100, 150, 200 e 250 °C da série 3003 e a 100, 150 e 200 °C da série 1050. A amostra tratada a 250 °C da série 1050 e a amostra tratada a 300 °C da série 3003 apresentaram padrões compostos por pontos e linhas difusas simultaneamente. As amostras tratadas a 350 °C, para ambas as séries, apresentam padrões compostos quase que exclusivamente por pontos, mostrando que a fração recristalizada é alta. Deve ser

salientado que os núcleos detectados não são núcleos que apresentam orientação preferencial após a total recristalização.

Estes resultados evidenciaram que até a temperatura de 250 °C para a série 3003 e até 200 °C para a série 1050, o processo de recristalização ainda não é detectável por difração de Raios-X, uma vez que padrões compostos apenas de linhas difusas representam uma amostra com alta densidade de defeitos cristalinos. A 250 °C para a série 1050 e a 300 °C para a série 3003 a recristalização já é detectável, pois o padrão passa a apresentar pontos mais definidos e linhas menos intensas, como consequência da presença de grãos sem defeitos. Constatado os intervalos de temperatura em que o início da recristalização ocorre por meio da difração de Raios-X, as duas séries de amostras foram tratadas a temperaturas intermediárias, entre os respectivos intervalos, determinando-se, assim, a temperatura de início da recristalização para a difração de Raios-X, que para a série 1050 é 240 °C e para a 3003 é 260 °C.



Figura 20. Padrão de difração da amostra da série 1050, tratada termicamente a 210 °C por 1 hora. Imagem positiva.



Figura 21. Padrão de difração da amostra da série 1050, tratada termicamente a 240 °C por 1 hora.



Figura 22. Padrão de difração da amostra da série 1050, tratada termicamente a 300 °C por 1 hora.



Figura 23. Padrão de difração da amostra da série 3003 apenas laminada.



Figura 24. Padrão de difração da amostra da série 3003, tratada termicamente a 260 °C por 1 hora.



Figura 25. Padrão de difração da amostra da série 3003, tratada termicamente a 400 °C por 1 hora.

### 10.3 - TEXTURA

As figuras de polo (111) obtidas para a liga 1050 são apresentadas nas Figuras 26(a-d) e as figuras de polo (200) são apresentadas nas Figuras 26(e-h).

A Figura 26a corresponde à amostra laminada sem tratamento térmico. Nota-se que as reflexões do conjunto de planos  $\{112\}\langle 111\rangle$ , representadas por  $\square$ ;  $\{011\}\langle 211\rangle$ , representadas por  $\bullet$ ;  $\{011\}\langle 100\rangle$ , representadas por  $\square$  e  $\{100\}\langle 001\rangle$ , representadas por  $\circ$ , são as mais intensas. Figuras de polo semelhantes podem ser encontradas para comparação em Honeycombe, 1982, Taylor, 1945 e Hatherley e Hutchinson, s.d., por exemplo, mostrando, como esperado, as texturas típicas de deformação (vide Figura 18).

As Figuras 26(b-d) apresentam as projeções estereográficas das amostras tratadas a 250, 300 e 400 °C, respectivamente. Nota-se que, a medida que a temperatura de tratamento térmico aumenta, as reflexões  $\{011\}\langle 211\rangle$ ,  $\{011\}\langle 100\rangle$  e  $\{100\}\langle 001\rangle$  tornam-se mais intensas em relação ao total. Esse comportamento também foi apresentado por Honeycombe, 1982 e Hatherley e Hutchinson, s.d. Essa mudança é nítida entre 250 °C e 300 °C, indicando que o início da recristalização está neste intervalo de temperatura, no entanto, para esta série de amostras o início da recristalização foi verificado em 240 °C pela câmara de transmissão. Padrão semelhante para a Figura 26d é apresentado por Hatherley e Hutchinson, s.d.

Para as amostras da série 3003, a mudança é também notada no intervalo entre 250 °C e 300 °C, o que corresponde com a temperatura determinada para o início da recristalização pela câmara de transmissão, 260 °C, Figura 27(a-h).

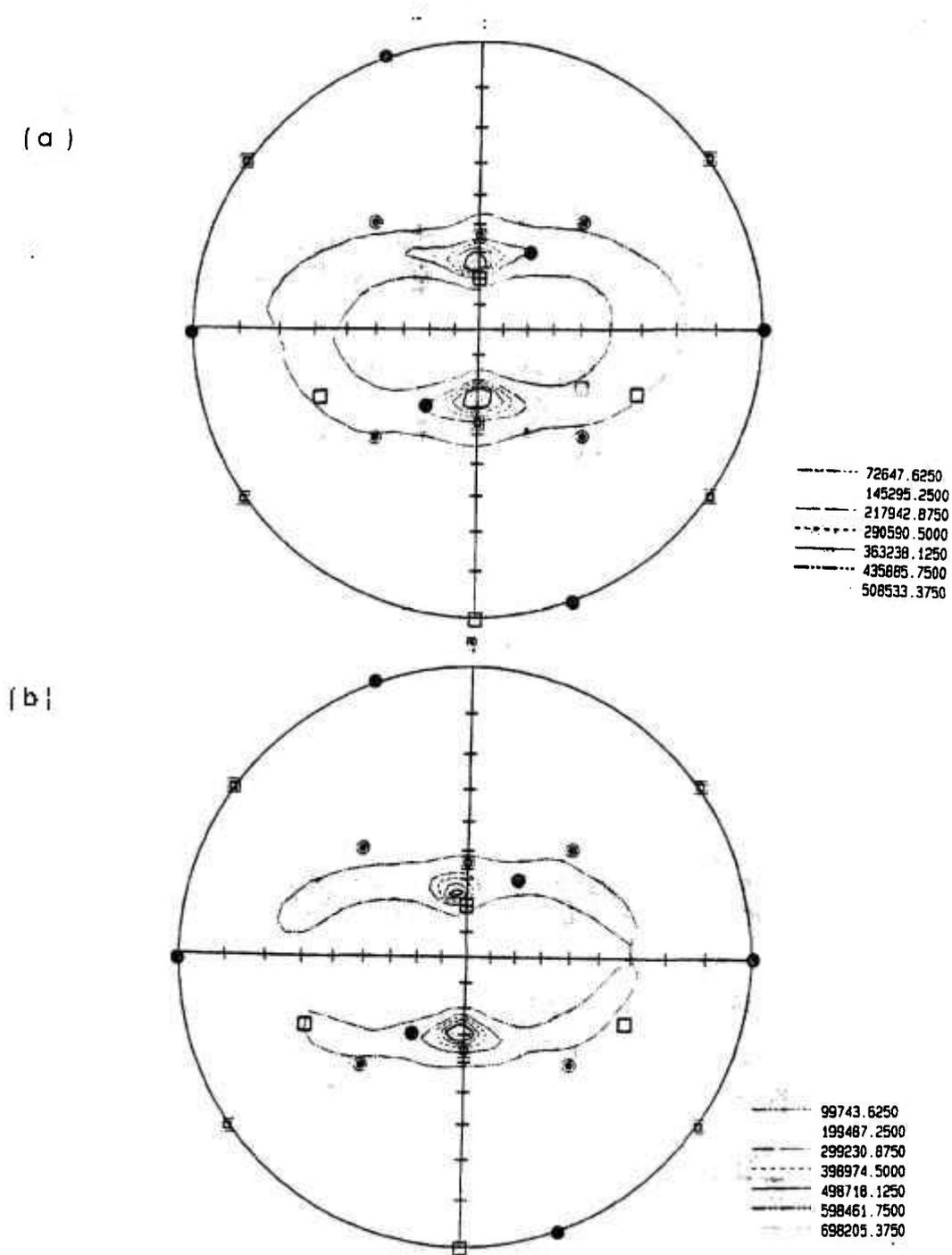


Figura 26 (a) figura de pólo (111) da amostra da série 1050, apenas laminada e, (b) figura de pólo (111) da amostra da mesma série tratada a 250 °C.

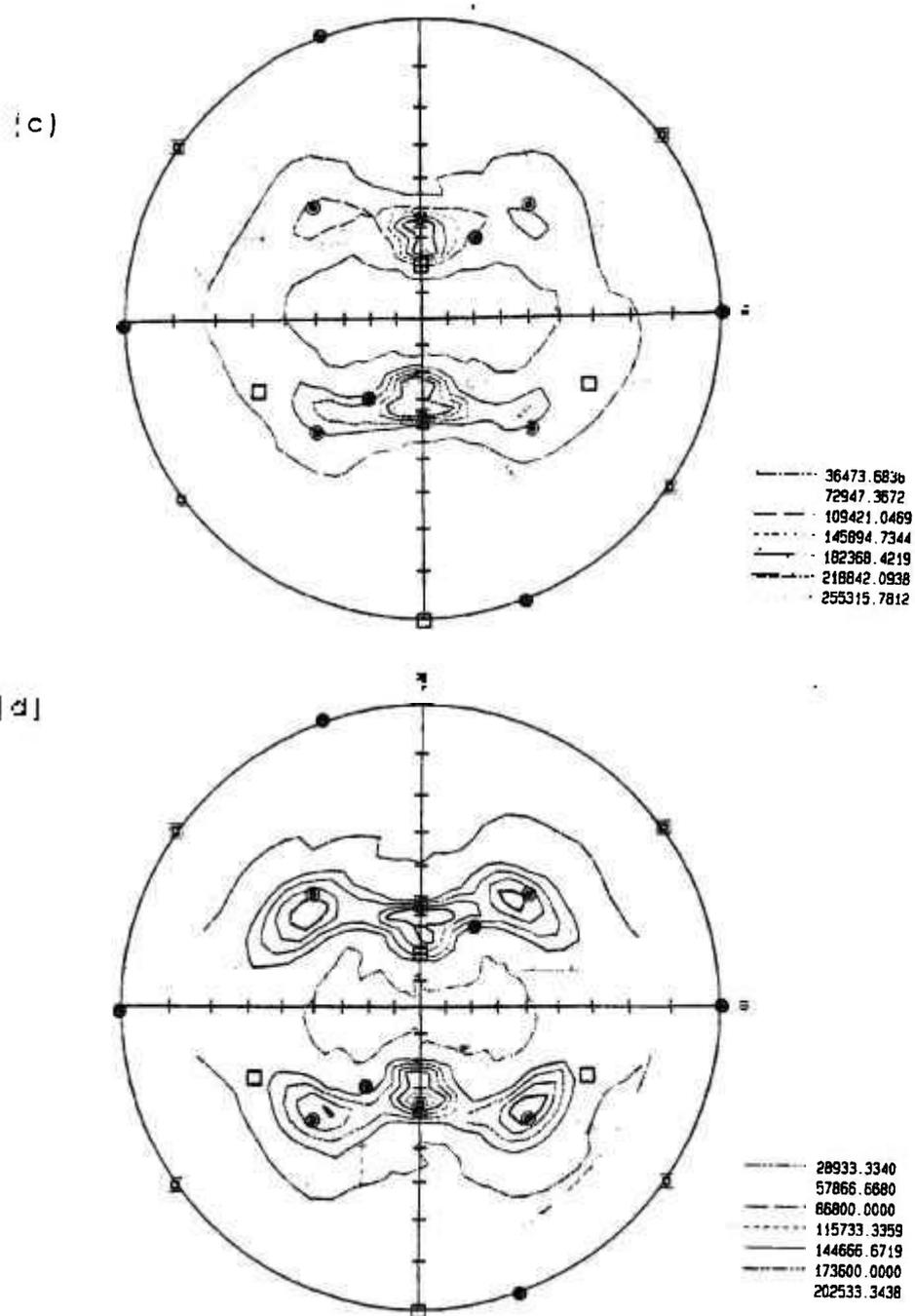


Figura 26 (c) figura de pólo (111) da amostra da série 1050, tratada a 300 °C e, (d) figura de pólo (111) da amostra da mesma série tratada a 400 °C.

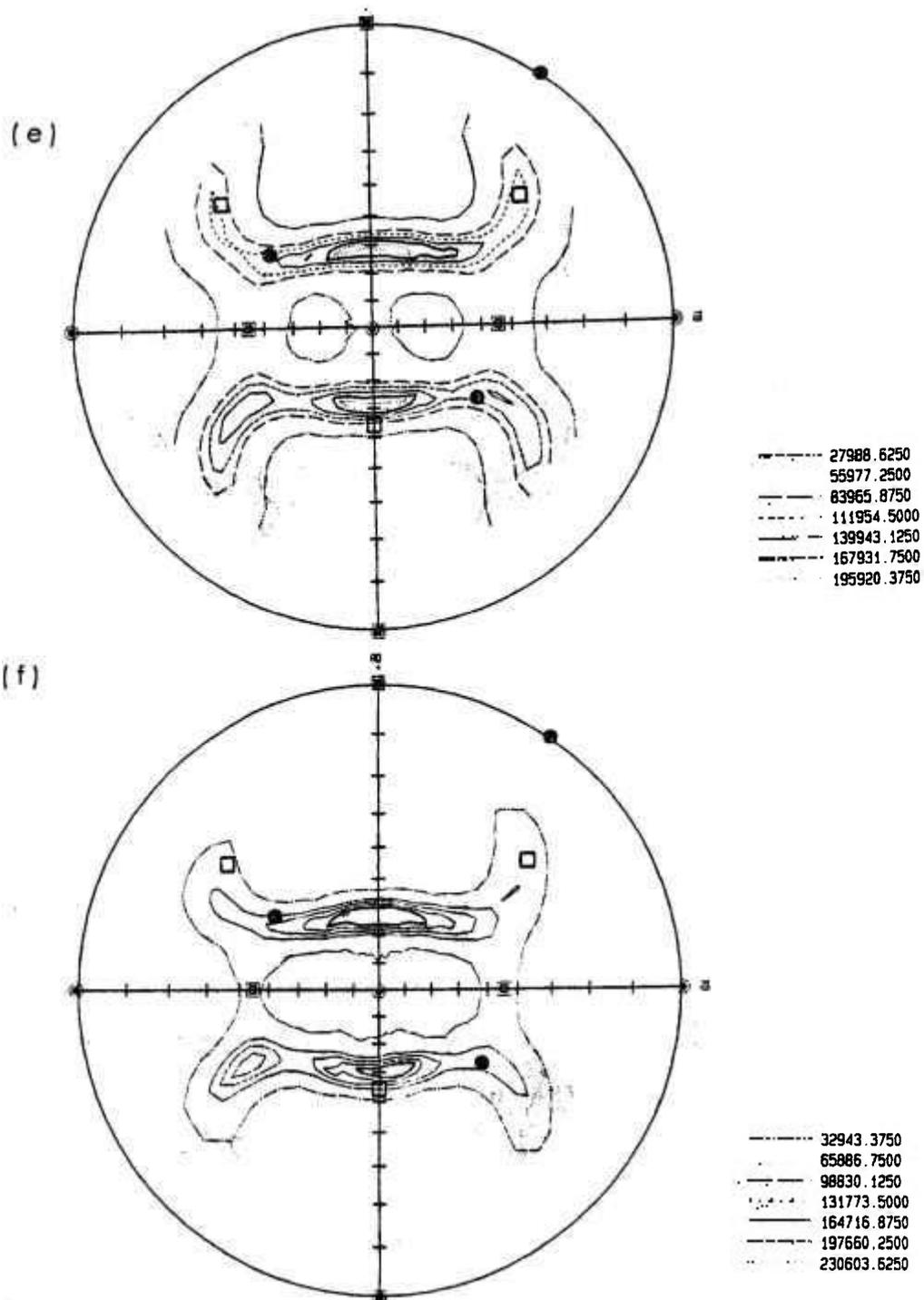


Figura 26 (e) figura de pólo (200) da amostra da série 1050, apenas laminada e, (f) figura de pólo (200) da amostra da mesma série tratada a 250 °C.

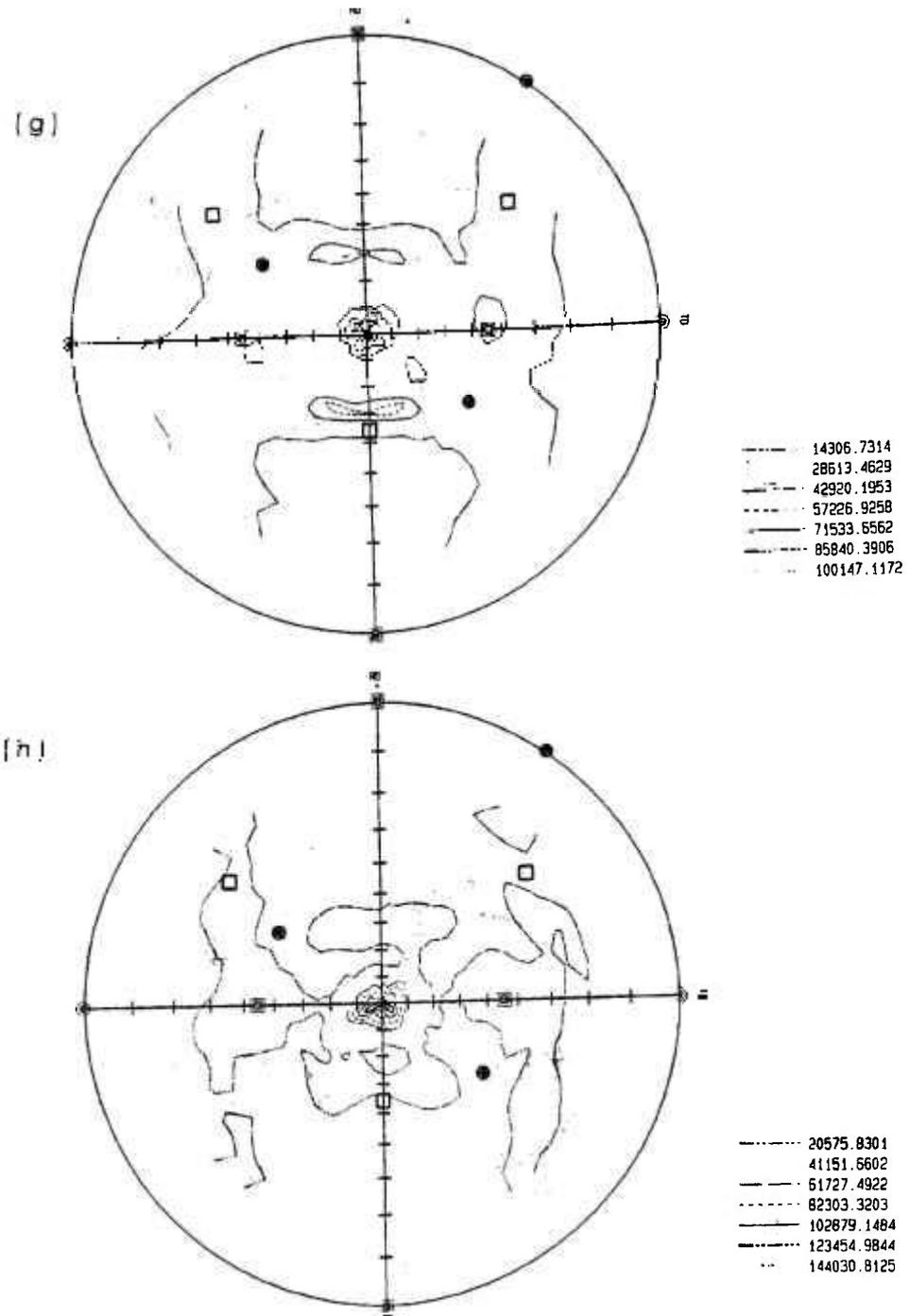


Figura 26 (g) figura de pólo (200) da amostra da série 1050, tratada a 300 °C e, (h) figura de pólo (200) da amostra da mesma série tratada a 440 °C.

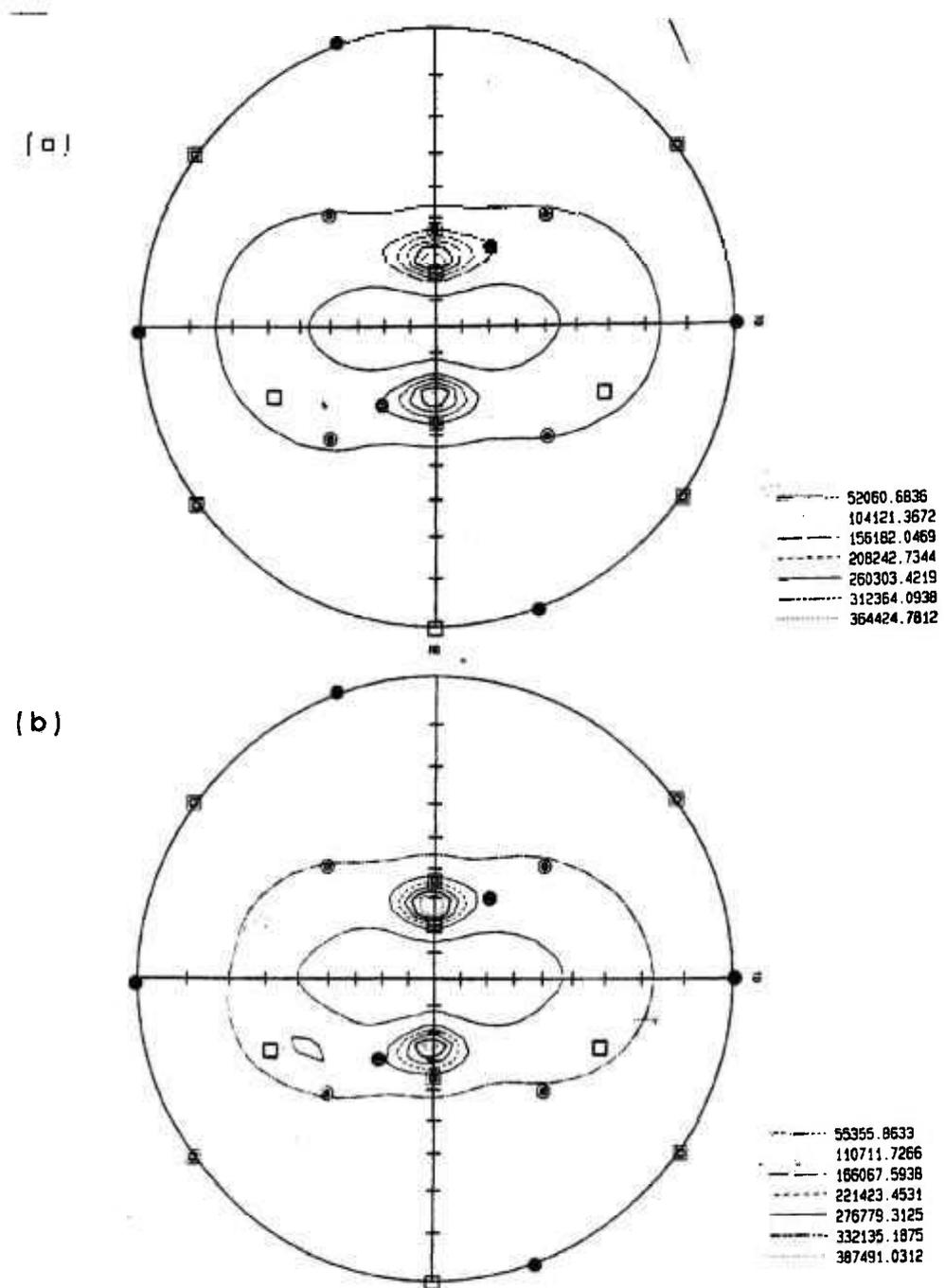


Figura 27 (a) figura de pólo (111) da amostra da série 3003, apenas laminada e, (b) figura de pólo (111) da amostra da mesma série tratada a 250 °C.

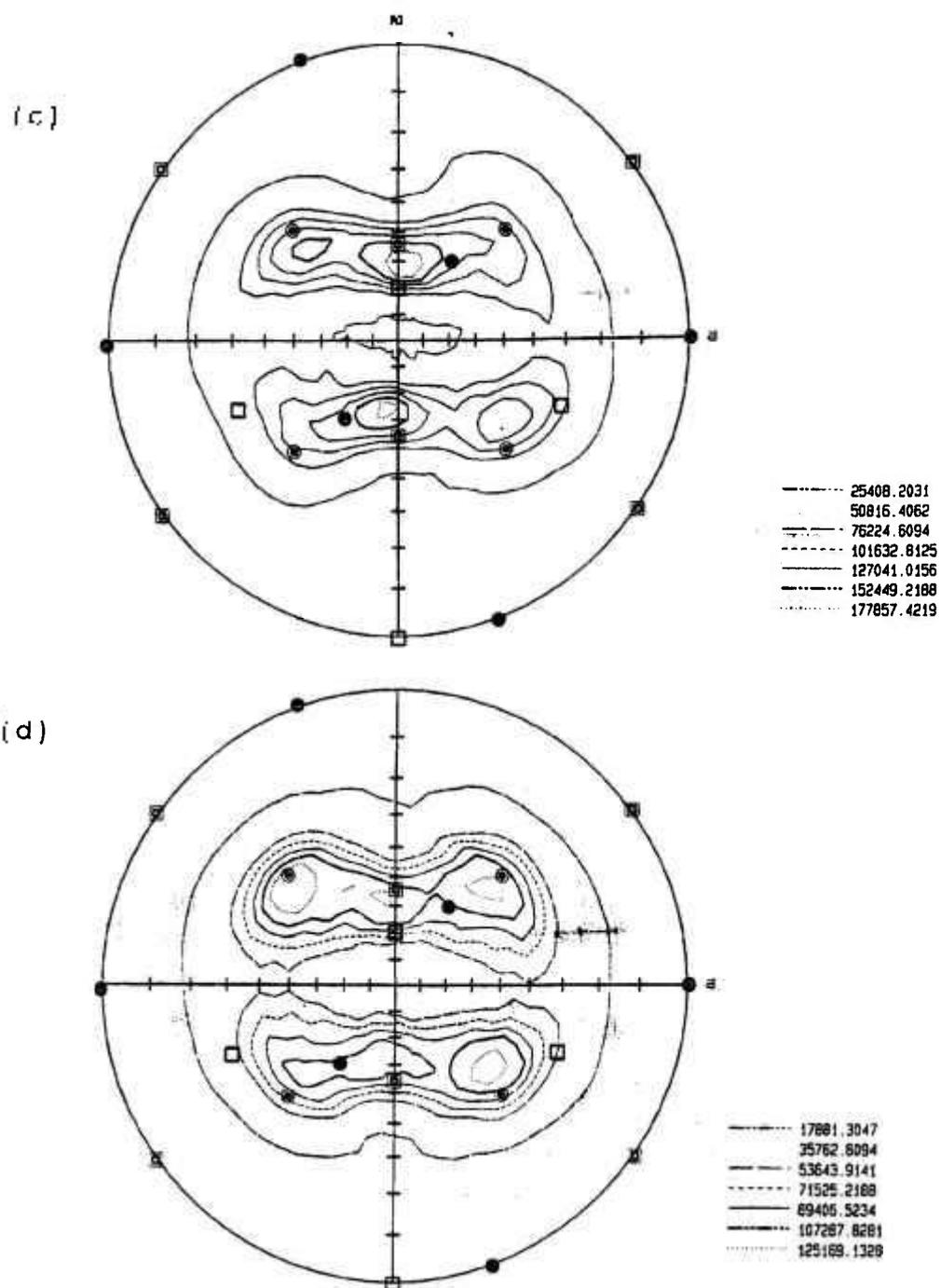


Figura 27 (c) figura de pólo (111) da amostra da série 3003, tratada a 300 °C e, (d) figura de pólo (111) da amostra da mesma série tratada a 400 °C.

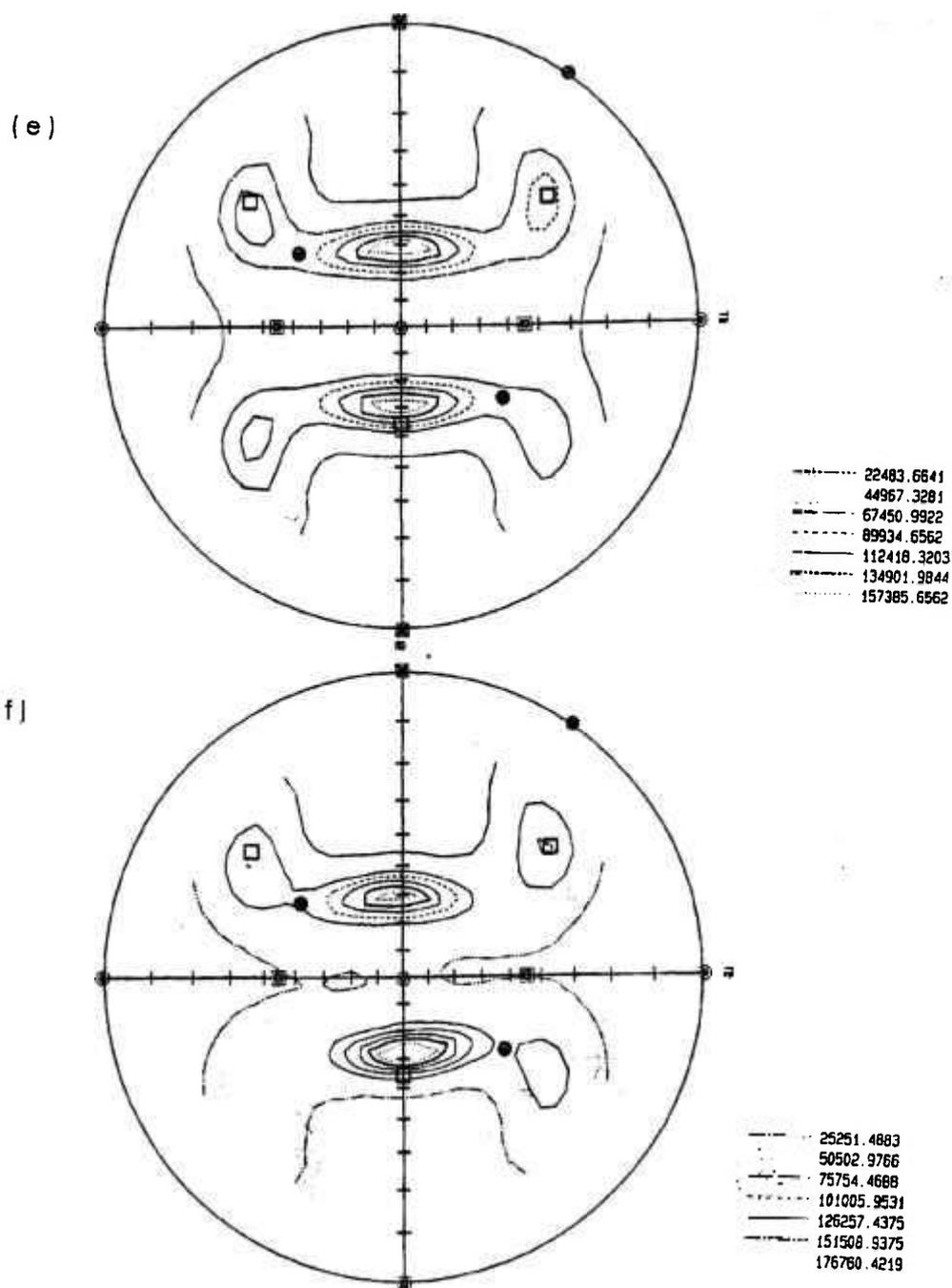


Figura 27 (e) figura de pólo (200) da amostra da série 3003, apenas laminada e, (f) figura de pólo (200) da amostra da mesma série tratada a 250 °C.

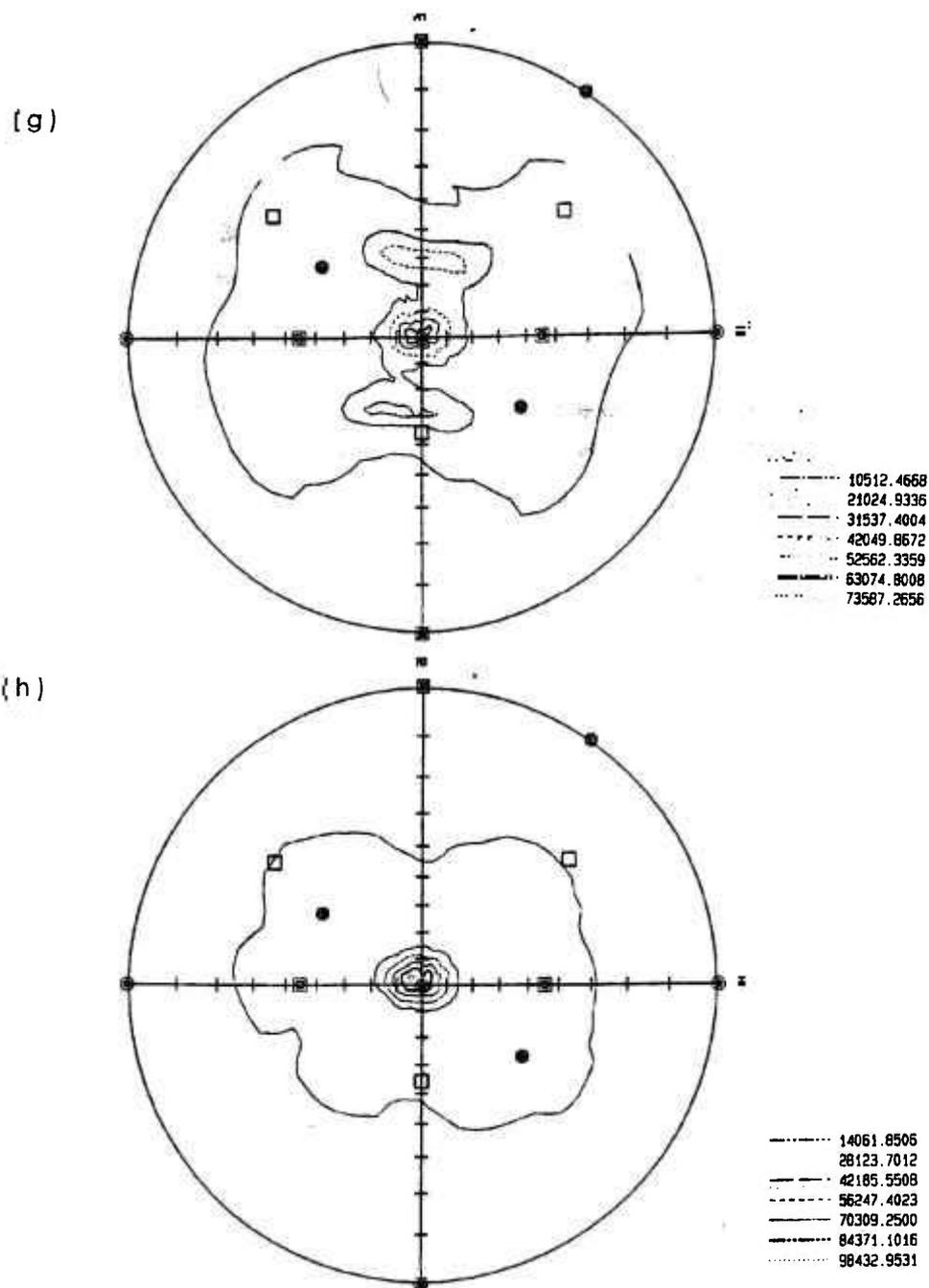


Figura 27 (g) figura de pólo (200) da amostra da série 3003, tratada a 300 °C e, (h) figura de pólo (200) da amostra da mesma série tratada a 400 °C.

As funções distribuição de orientação (FDOs) para as ligas 1050 e 3003 são apresentadas nas Figuras 28(a-h) e 29(a-h), respectivamente.

Para a liga 3003, nota-se que o início da recristalização se dá no intervalo de temperatura entre 250 e 300 °C (260 °C, obtido na câmara de transmissão). Isso é verificado devido à mudança das posições em que aparecem as reflexões.

Para a liga 1050, o início da recristalização é observado também no intervalo de 250 a 300 °C. Para essa liga, porém, o início da recristalização determinado pela câmara de transmissão se dá na temperatura de 240 °C.

A representação Fibra  $\alpha$  é uma varredura de  $\varphi_1$  em  $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $\phi = 45^\circ$  no espaço de Euler. Este tipo de varredura é muito conveniente para se analisar as texturas de laminação de materiais c.f.c. com alta Energia de Falha de empilhamento. A fibra  $\beta$  é uma varredura de  $\varphi_2$ , nos pontos em que  $\varphi_1$  e  $\phi$  são mais intensos, e também é muito conveniente para se analisar esse tipo de textura. As fibras  $\alpha$  e  $\beta$  das amostras da série 1050 são mostradas nas Figuras 30(a-b), e as fibras  $\alpha$  e  $\beta$  das amostras da série 3003 são mostradas na Figura 31(a-b). A separação dos estados anterior e posterior à recristalização, nas fibras  $\alpha$  de ambas as séries, pode ser observada pelo agrupamento distinto dos perfis de cada estado da liga. Observe em aproximadamente  $35^\circ$  um agrupamento de curvas numa posição superior ( $3,5 < f(g) < 4,5$ ) e outro agrupamento inferior ( $1,5 < f(g) < 2,5$ ), correspondendo aos estados anterior e posterior à recristalização, respectivamente.

A textura de deformação de ambas as ligas exibe texturas típicas de deformação e, qualitativamente, são muito similares entre si. Como exemplo, as Figuras 28(a-e) e 29(a-e) mostram as FDOs completas das amostras laminadas que são muito similares às apresentadas por Lücke e Engler, 1990. A textura de laminação consiste de um tubo  $\beta$  que vai da orientação tipo Cobre  $\{112\}\langle 111 \rangle$ , passando pela orientação  $S\{123\}\langle 634 \rangle$  até a orientação  $B\{011\}\langle 211 \rangle$  vide Figura 17. Portanto, foi convenientemente "plotado" nas Figuras 30b e 31b a densidade de orientações ao longo da fibra  $\beta$  e nas Figuras 30 a e 31 a ao longo da fibra  $\alpha$ . Vale ressaltar que estas fibras devem ser estudadas para a textura de deformação

de ligas c.f.c. de alta EDE. A partir do momento que o material está recristalizado, esta fibra perde o sentido, devendo ser avaliadas outras fibras, que dependem da textura de recristalização de cada material. Nas Figuras. 30b e 31b, a fibra  $\beta$  tem sentido para temperaturas até 250 °C para as ligas 3003 e 1050. As orientações preferenciais obtidas pela análise da fibra  $\beta$  são (011)<211>, (112)<111>. A partir de 300 °C percebe-se pela análise das fibras, que a orientação cristalográfica de recristalização está se formando, gerando um crescimento da fração volumétrica de grãos recristalizados e uma diminuição sensível de grãos com orientação de textura de deformação.

Entre 200 e 250 °C, é notado na fibra  $\beta$  uma diminuição dos componentes (112)<111> e (011)<211>, sugerindo que a diminuição de intensidade destes componentes estejam relacionados com o início da recristalização, uma vez que a orientação cristalográfica dos grãos recristalizados têm outra orientação e que devem consumir as orientações da textura de deformação.

Por outro lado, a análise da fibra  $\alpha$  mostra que a textura de laminação do alumínio gera os componentes B, isto é, (011)<211> como esperado, e que a recristalização gera a orientação (011)<100>, isto é, a orientação tipo Goss.

A análise da fibra <100> (Fig. 32) em conjunto com as figuras de fibra,  $\alpha$  e  $\beta$ , para a liga 1050 mostra que a diminuição da textura de deformação não gera núcleos com textura Cubo. Isto sugere que os núcleos neste estágio ainda são pequenos, da ordem de 0,5 a 2  $\mu\text{m}$  e a difração vindas destes grãos não são detectadas, embora seja detectável a diminuição da textura de deformação. Outra possibilidade é que estes núcleos tenham orientações ao acaso, não sendo detectados até que algumas orientações preferenciais se destaquem.

Após a recristalização completa das amostras, os componentes da textura de recristalização são em ambas as ligas: textura Cubo (001)<100> ( $\varphi_1 = \phi = \varphi_2 = 0^\circ$  na FDO) e a textura Goss com um forte espalhamento na direção da laminação, gerando uma textura de fibra em torno da direção <100> (visível ao longo  $\phi$  em  $\varphi_1 = \varphi_2 = 0^\circ$  em ambas as amostras recozidas em temperaturas acima

de 300 °C), (Figuras 28 e 29). Um exemplo de que a textura Cubo domina a recristalização é visto nas Figuras 32 e 33. O aumento da temperatura mostra que ocorre uma estabilização da textura cubo para ambas as ligas. A textura tipo Goss diminui com o aumento da temperatura para a liga 1050 e é estável para a liga 3003 (Figuras 32, 33, 34 e 35).

A fibra  $\langle 100 \rangle$  (Figuras 32 e 33), mostra de uma forma muito clara a diferença das orientações preferenciais entre as amostras deformadas e recristalizadas e que tanto para as amostras das ligas 1050 e 3003, a recristalização ocorre entre 250 e 300 °C.

As orientações preferenciais que merecem destaque são a textura Cubo ( $\varphi_1 = 0^\circ, \phi = 0^\circ, \varphi_2 = 0^\circ$ ) e a textura Goss ( $\varphi_1 = \varphi_2 = 0^\circ$  e  $\phi = 45^\circ$ ), ambas texturas típicas de recristalização do alumínio.

Conforme discutido anteriormente (cap. 6.5.1) a textura tipo Cubo é oriunda da nucleação na estrutura do tipo banda e a textura tipo Goss é oriunda de nucleação na banda de cisalhamento, o que sugere que a nucleação da recristalização nas ligas de alumínio ocorreu nestes sítios.

A liga 1050 apresenta intensidade maior nas orientações Goss e principalmente na Cubo, se comparadas com a da liga 3003, mostrando que para esta liga, os sítios de nucleação do tipo Goss e cubo foram consumidos por núcleos com outras orientações. Isto se deve ao fato da liga 3003 ter maior quantidade de precipitados do que a liga 1050, gerando núcleos com textura ao acaso. Além disso, os precipitados ficam preferencialmente nos contornos de grão, portanto, consumindo preferencialmente os sítios de nucleação nesta região, fazendo com que diminua os núcleos com textura Goss, formando núcleos ao acaso que são típicos da região em torno do precipitado, conforme citado no capítulo 7.5.1.

Também não foi verificadas orientações diferentes da tipo Goss e Cubo para as ligas 3003, indicando que não houve outros mecanismos de nucleação.

Nas Figuras 34 e 35 são apresentados gráficos que mostram a evolução das texturas de deformação e recristalização em função da temperatura

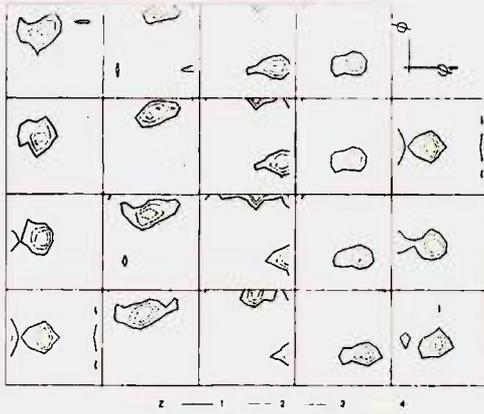
de recozimento para a liga 1050 e 3003. Interessante notar que para a liga 1050 ocorre a diminuição das texturas de deformação sem o imediato crescimento da textura de recristalização conforme já discutido. Para a liga 3003 a diminuição da textura de deformação ocorre concomitantemente com o crescimento das texturas de recristalização.

No caso da liga 1050 poderia sugerir que a nucleação da recristalização pode estar ocorrendo com orientação ao acaso ou com orientações já definidas, mas os núcleos são tão pequenos que não são detectados. Em ambas as hipóteses, esses novos núcleos consumiriam regiões cristalinas da matriz deformada, diminuindo a intensidade da textura de deformação, no caso, as orientações  $(011)\langle 211 \rangle$  e  $(112)\langle 111 \rangle$ . Por outro lado para a liga 3003 o mesmo não ocorre.

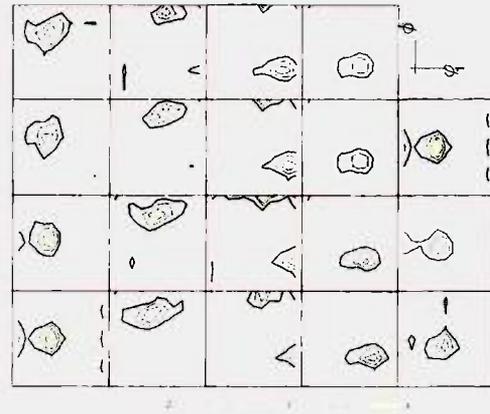
Vimos um comportamento similar com a curva da dureza onde a diminuição da dureza do estado encruado para o estado recristalizado é mais abrupto para a liga 3003 e mais suave para a liga 1050. Além disso, o início da recristalização detectado pelo padrão de difração de Raios-X indica que a nucleação ocorre antes na liga 1050 (240 °C) do que na liga 3003 (260 °C). A liga 3003 possui mais impurezas do que a liga 1050 onde destacamos o Fe, Cu e Mn, que formam uma fração volumétrica de precipitados aproximadamente duas vezes maior do que na liga 1050.

Segundo Lücke e Engler, 1990, partículas cisalháveis favorecem o escorregamento com desvio (*cross slip*), o qual leva a formação de bandas de cisalhamento. Quando o número de partículas é pequeno, as bandas são limitadas a poucos grãos e desenvolve-se a textura tipo Goss  $(011)\langle 100 \rangle$  e a textura tipo B  $(011)\langle 211 \rangle$ . Com o aumento da quantidade de precipitados, aumenta o número e comprimento de bandas de cisalhamento e, portanto, a região deformada aumenta, a qual leva a uma diminuição da intensidade dos componentes da textura de deformação. Isto é verificado na intensidade dos componentes da textura de laminação para as amostras 1050 e 3003, mostradas nas Figuras 34 e 35.

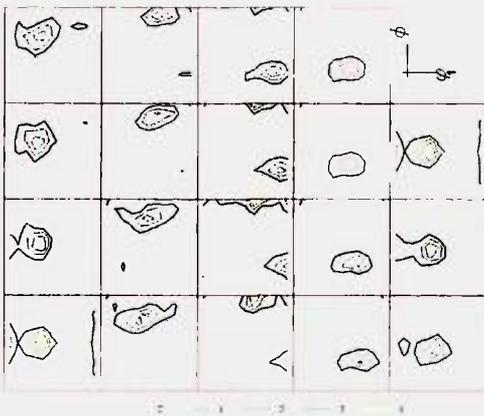
O Fe e o Mn são elementos de baixa solubilidade na matriz do alumínio, formando precipitados de  $\text{Al}_3\text{Fe}$ . Portanto, é esperado que na liga 3003 se tenha o movimento de discordâncias diminuído e dificultando o seu rearranjo para a formação de sítios de nucleação com regiões com alta densidade de discordâncias e uma posterior região livre de defeitos, crescimento de subgrão, associada a contornos de alto ângulos, com alta mobilidade sobre a matriz encruada. Quando aumentamos a temperatura, isto é, aumentamos  $\rho_D$ , da equação 2 (cap. 7.5), aumentamos a força motriz e conseqüentemente diminuimos o  $d_{\text{crit}}$  do núcleo de recristalização e assim aumentando a velocidade de reação. Logo o fato de na liga 3003, o crescimento das texturas de recristalização ser concomitante com a diminuição da textura de deformação, o que pode ser explicado pela velocidade de crescimento do núcleo, ao mesmo tempo que consomem a matriz deformada, adquirem um tamanho mínimo necessário para ser detectado. Isto descartaria a idéia de nucleação ao acaso. Estes fatos levam a acreditar que o mecanismo responsável pela textura de recristalização destas ligas de alumínio seja o da nucleação orientada.



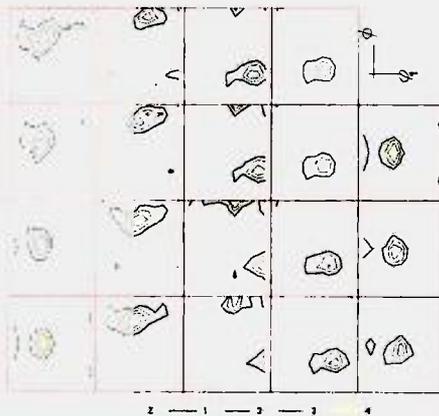
(a) Al 1050 – Apenas laminado



(b) Al 1050 – 100 °C/1 h

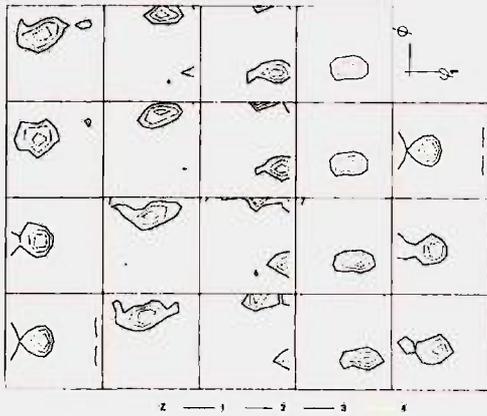


(c) Al 1050 – 150 °C/1 h

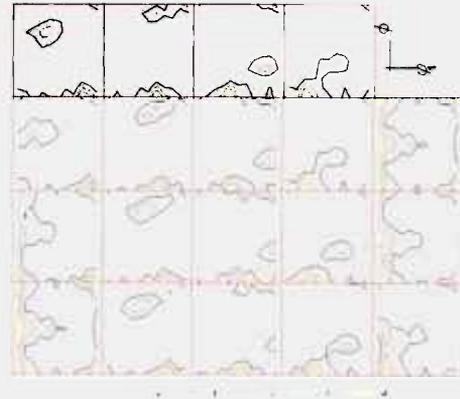


(d) Al 1050 – 200 °C/1 h

Figura 28. Função Distribuição de Orientação, FDO, para as amostras da série 1050. (a) apenas laminada, (b) tratada a 100 °C, (c) tratada a 150 °C e (d) tratada a 200 °C.



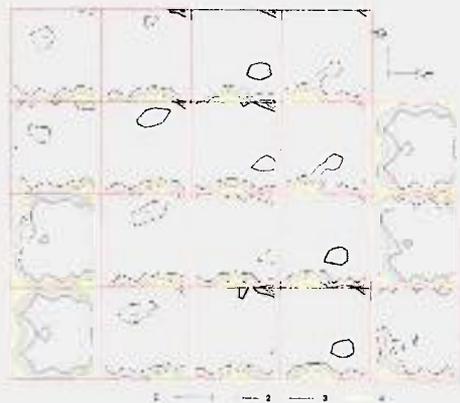
(e) Al 1050 – 250 °C/1 h



(f) Al 1050 – 300 °C/1 h

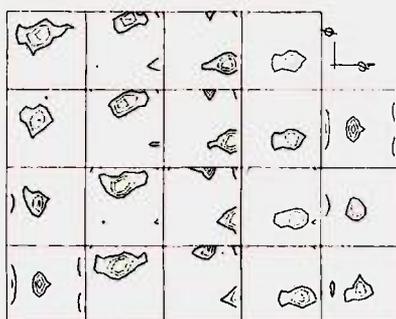


(g) Al 1050 – 350 °C/1 h

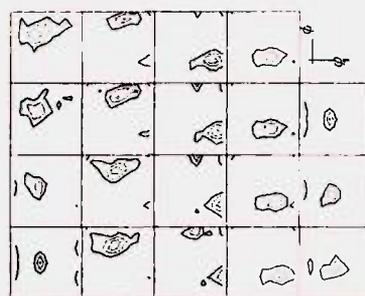


(h) Al 1050 – 400 °C/1 h

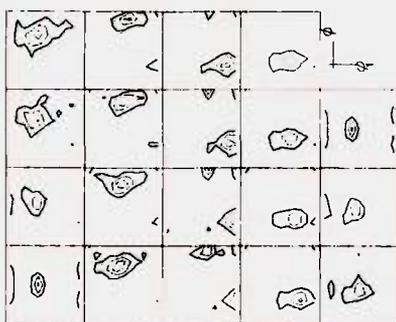
Figura 28. Função Distribuição de Orientação, FDO, para as amostras da série 1050. (e) tratada a 250 °C, (f) tratada a 300 °C, (g) tratada a 350 °C e (h) tratada a 400 °C.



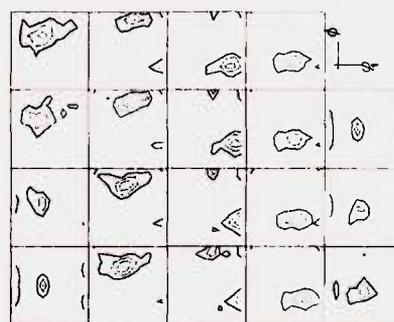
(a) Al 3003 – Apenas laminado



(b) Al 3003 – 100 °C/1 h

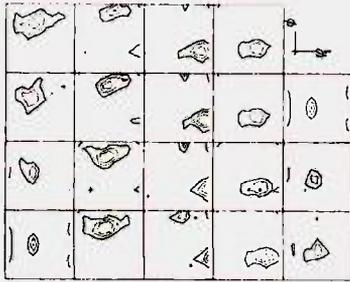


(c) Al 3003 – 150 °C/1 h

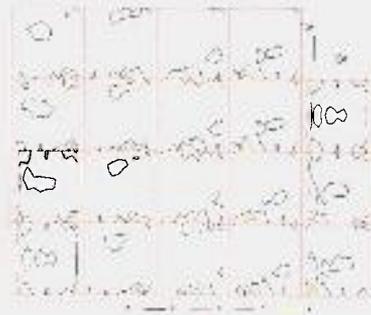


(d) Al 3003 – 200 °C/1 h

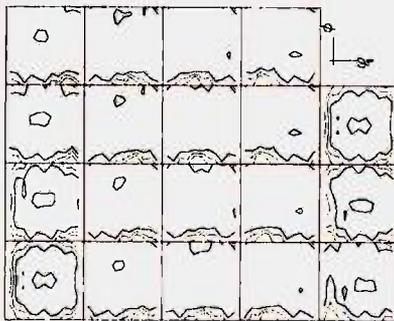
Figura 29. Função Distribuição de Orientação, FDO, para as amostras da série 3003. (a) apenas laminada, (b) tratada a 100 °C, (c) tratada a 150 °C e (d) tratada a 200 °C.



(e) Al 3003 – 250 °C/1 h



(f) Al 3003 – 300 °C/1 h

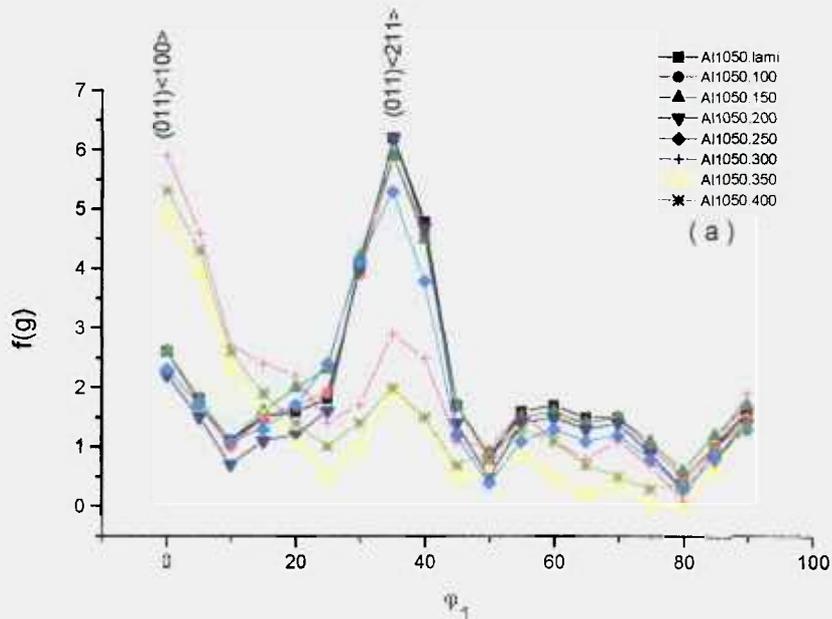


(g) Al 3003 – 350 °C/1 h

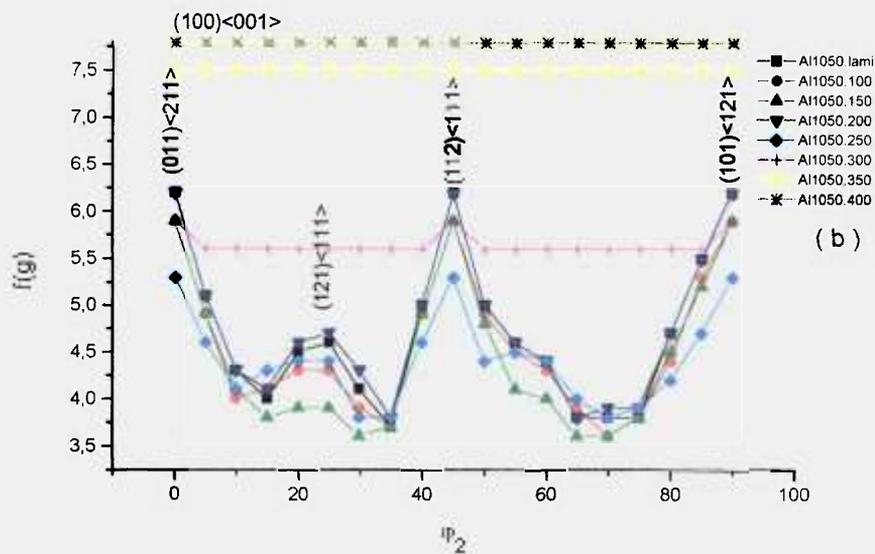


(h) Al 3003 – 400 °C/1 h

Figura 29. Função Distribuição de Orientação, FDO, para as amostras da série 3003. (e) tratada a 250 °C, (f) tratada a 300 °C, (g) tratada a 350 °C e (h) tratada a 400 °C.



(a)



(b)

Figura 30. Amostras da série 1050. (a) Fibra  $\alpha$  e (b) fibra  $\beta$ .

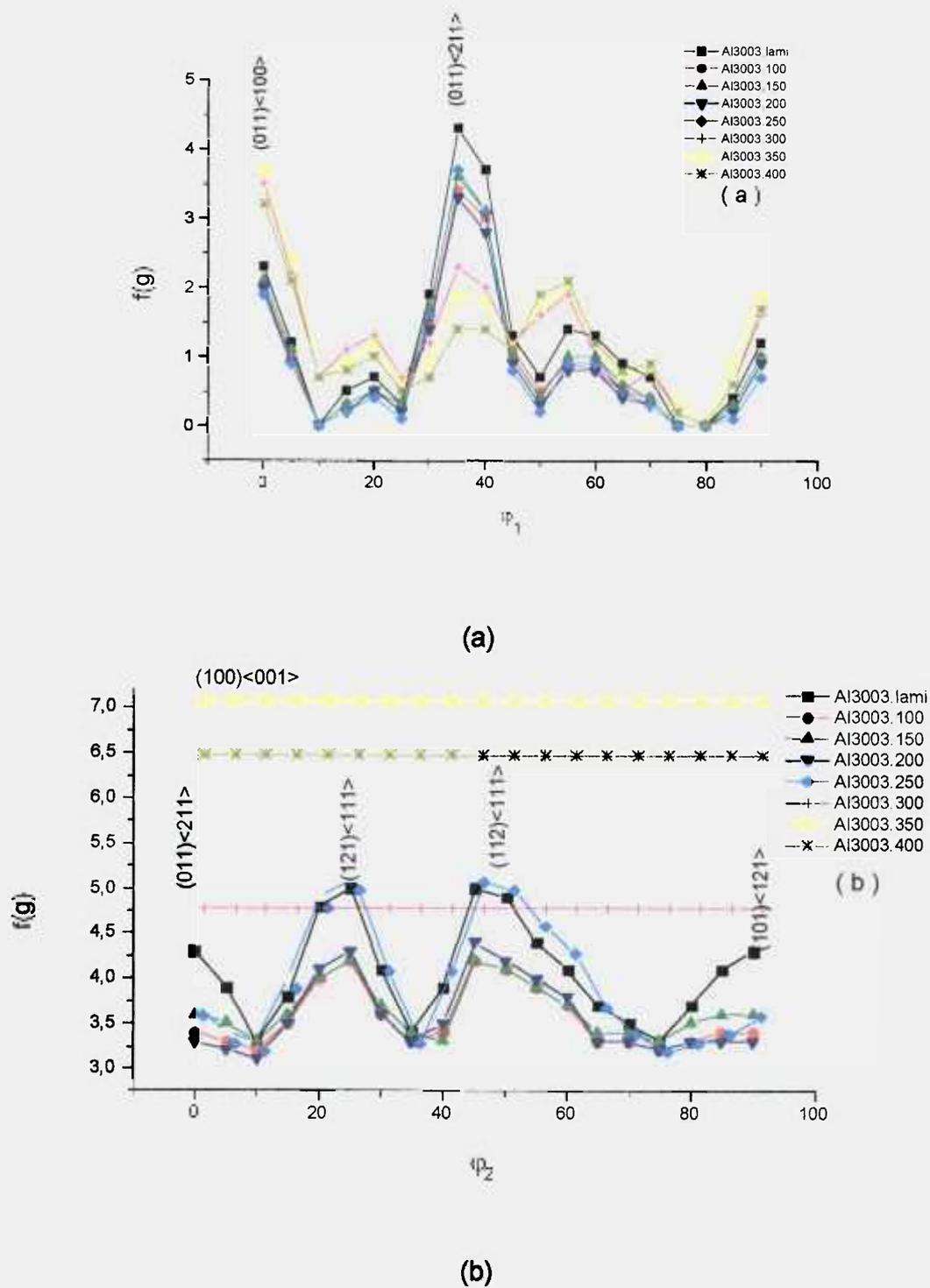


Figura 31. Amostras da série 3003. (a) Fibra  $\alpha$  e (b) fibra  $\beta$ .

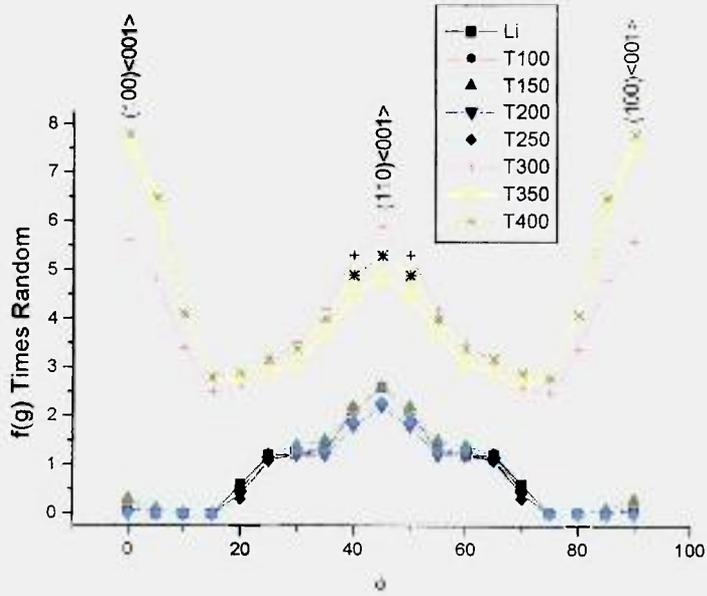


Figura 32. Fibra  $\langle 100 \rangle // DL$  para as amostras da série 1050.

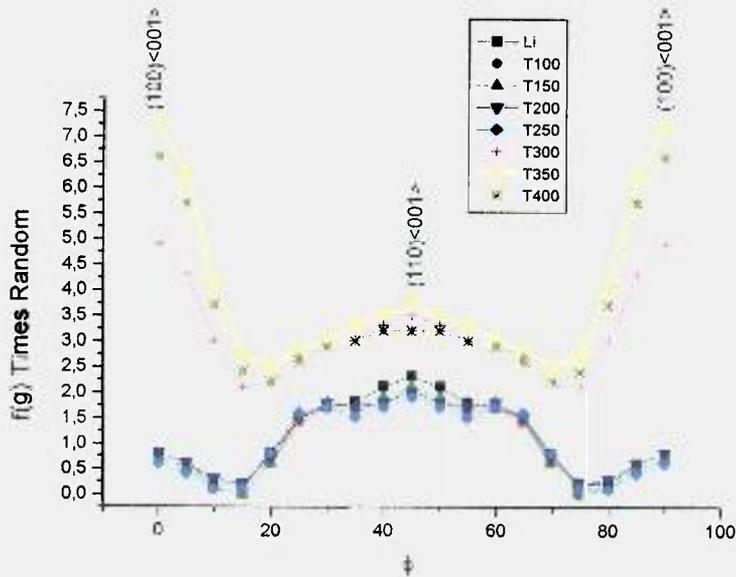


Figura 33. Fibra  $\langle 100 \rangle // DL$  para as amostras da série 3003.

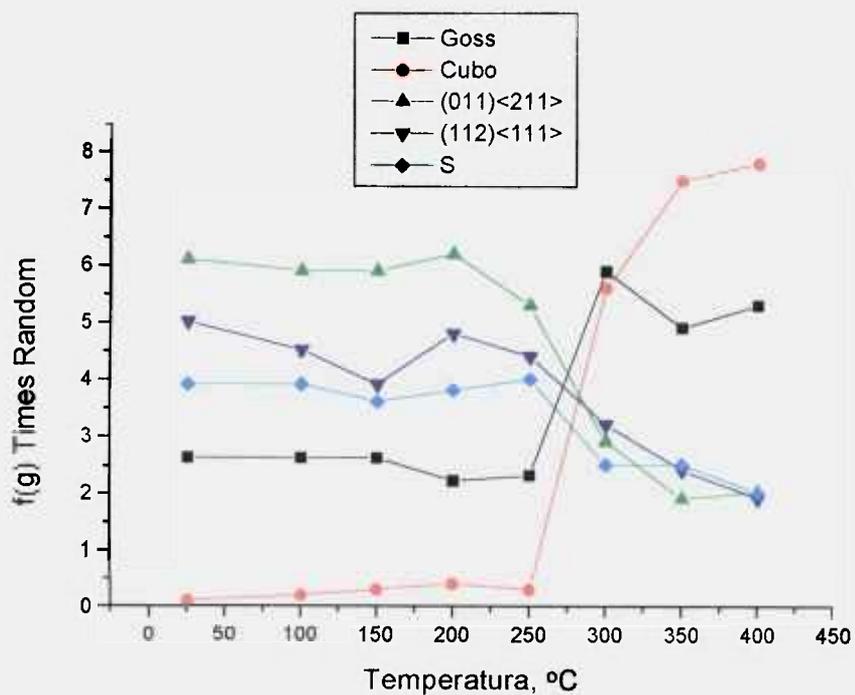


Figura 34. Gráfico de orientações para a liga 1050

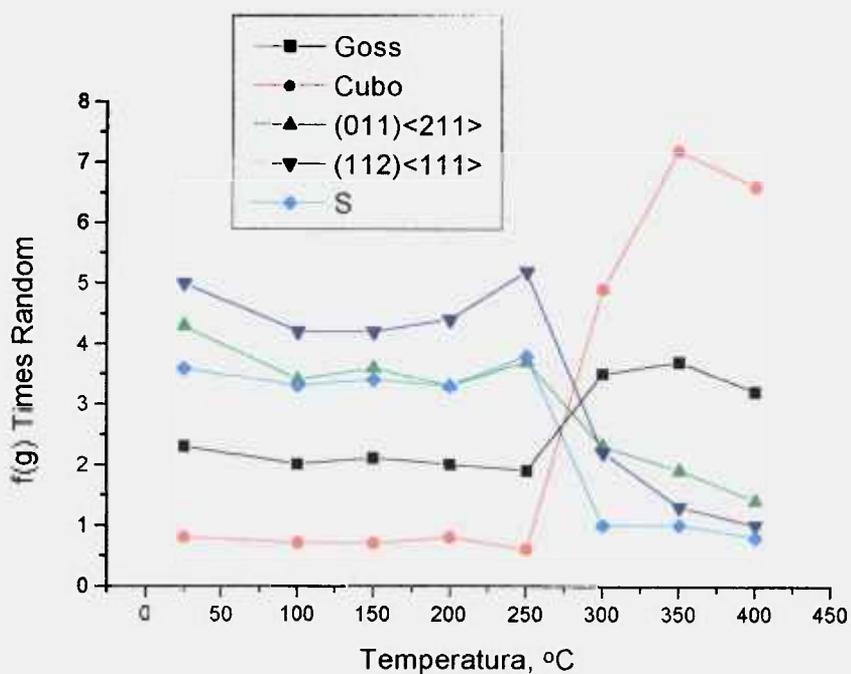


Figura 35. Gráfico de orientações para a liga 3003

## 10.4 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

A Figura 36 mostra uma micrografia da amostra apenas laminada da série 1050; podemos verificar a presença de alguns anéis de discordâncias produzidos pelo processo de deformação plástica.

Com o início do tratamento térmico a 200 °C, Figura 37, percebe-se uma diminuição da densidade de discordâncias com o início da aniquilação destas. Na Figura 38, correspondente à amostra tratada a 240 °C da série 1050, podemos ver possíveis núcleos de recristalização em torno de um precipitado e a formação de grãos livres de discordâncias. Nessa temperatura tem início a recristalização, como observada pelos padrões de difração de Raios-X. Na Figura 39, micrografia da amostra tratada a 350 °C da série 1050, podemos ver que a amostra já se encontra totalmente recristalizada com a presença de poucos defeitos.

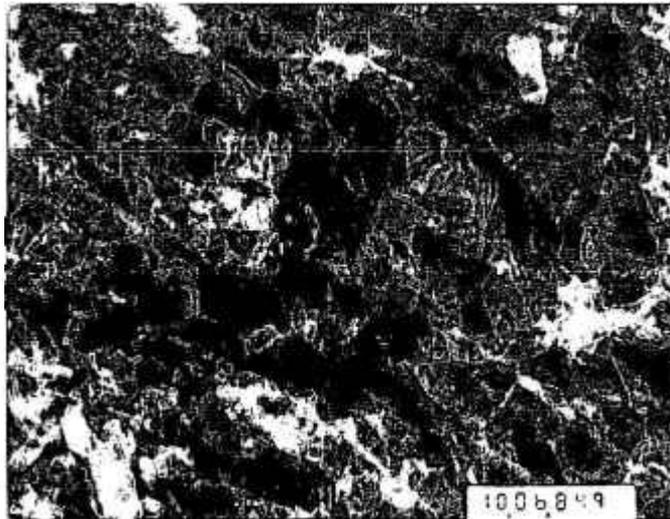


Figura 36. Micrografia da amostra apenas laminada da série 1050 (ampliada 10000x). Imagem positiva, campo escuro.

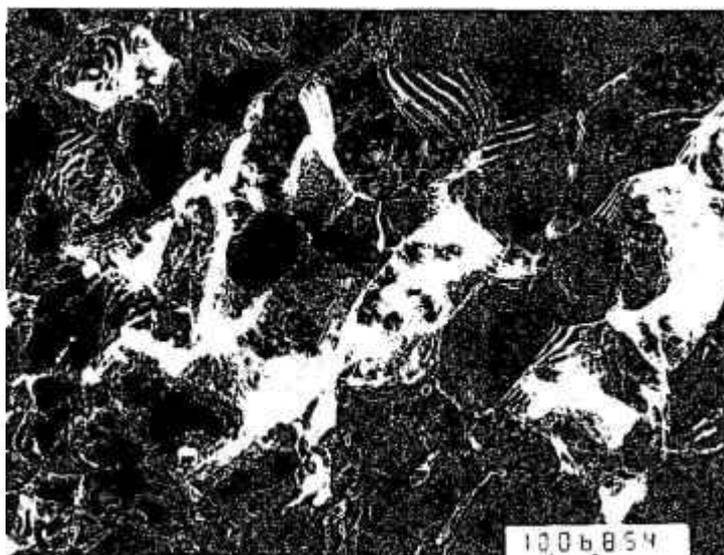


Figura 37. Micrografia da amostra da série 1050, tratada termicamente a 200 °C (ampliada 10000x). Imagem positiva, campo escuro.



Figura 38. Micrografia da amostra da série 1050, tratada termicamente a 240 °C (ampliada 10000x)



Figura 39. Micrografia da amostra da série 1050, tratada termicamente a 350 °C.(ampliada 8000x)

Observou-se por meio dos padrões de difração de elétrons obtidos para a amostra tratada termicamente a 250 °C da liga 1050, Fig. 40(a-c) a presença simultânea de texturas de recristalização e laminação no estágio inicial da recristalização (250°C) para esta liga.

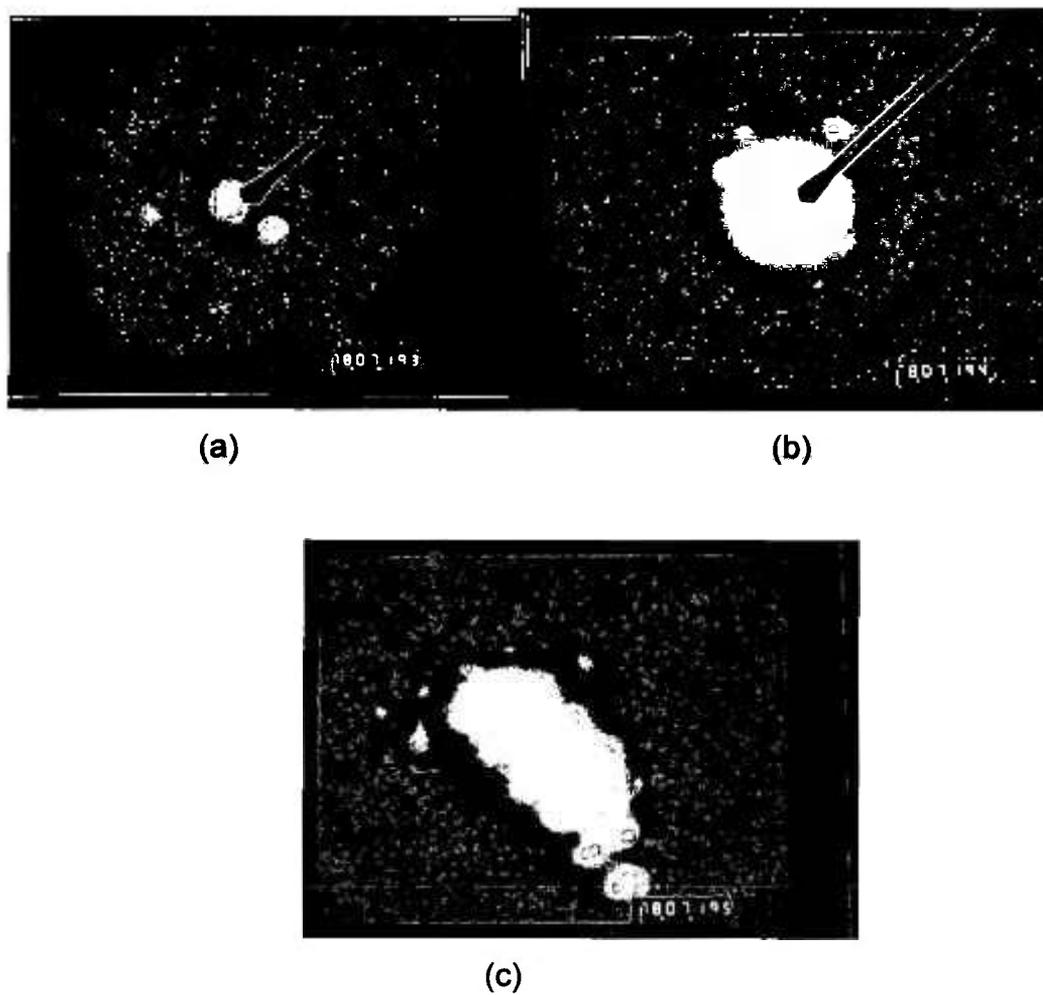


Figura 40. Padrão de difração de elétrons para a amostra tratada a 250°C da liga 1050.(a) orientação [001], Cubo, (b) orientação [112], deformação e (c) orientação [011], Goss.

## 11 - CONCLUSÕES

A técnica da difração de Raios-X utilizando a câmara de transmissão produziu resultados que permitiram a identificação do início do processo de recristalização das ligas de alumínio da série ASTM 1050 e 3003. O início da recristalização se caracteriza pela mudança de um padrão de linhas para um padrão onde começam a surgir pontos definidos.

Para a série 1050, a temperatura de recristalização identificada foi de 240 °C e para a série 3003 de 260 °C.

A análise da dureza Vickers mostrou que o início da recristalização para ambas as ligas deveria estar entre 150 e 300 °C para a amostra 1050 e entre 200 e 300 °C para a liga 3003.

A análise das figuras de polo e das FDOs revelou que o início da recristalização da liga da série 1050 deveria ocorrer entre 250 e 300 °C, ou seja, um pouco acima da temperatura observada pelos padrões de Raios-X. Já para a liga da série 3003 a análise das figuras de polo confirmou o início da recristalização em temperatura acima de 250 °C, ou seja, 260 °C.

Essas observações são as mesmas quando se observam as funções distribuição de orientação (FDOs) e as representações Fibra  $\alpha$  e Fibra  $\beta$ .

As principais orientações observadas na laminação de ambas as ligas são: textura S  $\{123\}\langle 634\rangle$ , C  $(112)\langle 111\rangle$ , B  $(011)\langle 112\rangle$  e Goss  $(110)\langle 001\rangle$ . A liga 3003 apresenta uma textura mais fraca do que a liga 1050.

As principais texturas de recristalização observadas em ambas as ligas são: textura Cubo  $(001)\langle 100\rangle$  e textura Goss  $(110)\langle 001\rangle$ , sendo a textura Cubo a mais intensa.

O mecanismo mais favorável para a textura de recristalização parece ser o da nucleação orientada.

Os sítios mais prováveis de nucleação foram as bandas cúbicas (responsáveis pela textura Cubo), bandas de cisalhamento (textura Goss), contornos de grãos (textura retida de deformação, observada somente na liga 1050) e sítios em torno dos grãos precipitados (responsáveis pela diminuição da textura, observada com mais intensidade na liga 3003).

## 12 - BIBLIOGRAFIA

1. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Alumínio e suas ligas, NBR 6834, 1981, 14 p.
2. Bacroix, B., Chauveau, Th., Ferreira Duarte, J., Barata da Rocha, A. e Gracio, J. The respective influences of grain size and texture on the formability of a 1050 aluminium alloy. *Int. J. Eng. Scien.*, 37(4):509-526, 1999.
3. Basinski, S. J. e Basinski, Z. S. The nature of the cold worked state. In : Recrystallization, grain growth and textures. Margolin, H. Ed. Seminar of the American Society of Metals, October 16 and 17, 1965, 1-44 pp, Chapman & Hall, Metals Park, 1966.
4. Bay, B., Hansen, N. e Kuhlmann-Wilsdorf, D. Microstructural evolution in rolled aluminum. *Mat. Scien. Eng.*, A158(1):139-146, 1992.
5. Beck, P. A. The formation of recrystallization nuclei. *J. Applied Physics*, vol. 20, p. 633-634, 1949.
6. Beck, P. A. e Sperry, P. R. Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum. *J. Appl. Phys.*, 21:150-152, 1950.
7. Blum, W. e McQueen, H.J. Dynamics of recovery and recrystallization. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:31-42, 1996.
8. Bowen, A. W. Texture development in high strength aluminium alloys. *Mater. Sci. Technol.*, 6:1058-1071, 1990.
9. Bowen, A. W.; In: Microstrutural Characterisation of high temperature materials Ed. E. Metcalfe; *Londres; The Institute of Metals; 1988.*
10. Bunge, H. J. Experimental techniques of texture analysis. Bunge, H. J. (ed), Oberursel, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, 1986.
11. Bunge, H. J. Texture analysis in materials science, Londres, Butterworths, 1982.
12. Bunge, H. J. Mathematische Methoden der Texturanalyse, Akademie-Verlag, Berlin, 1969.
13. Bunge, H. J. Zur Darstellung allgemeiner Texturen. *Zeitschrift fuer Metallkunde*, 56:872-874, 1965.

14. Burger, G., Gupta, A. K., Sutak, L. e Lloyd, D. J. Recrystallization in a 6000-series automotive sheet alloy during solution heat treatment practice. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:471-478, 1996.
15. Burgholzer, P., Hojas, M. e Kühlein, W. X-Ray texture measurements for determining quantitatively the recrystallized volume fraction in aluminum alloys. *Mater. Sci. Forum*, 113-115:643-648, 1993.
16. Cahn, R. W. A new theory of recrystallization nuclei. *Proc. Phys. Soc. London*, vol. 63, no. 4A, p. 323-336, 1950.
17. Cottrell, A. H. Theory of dislocation. In : *Progress in metal physics. Ed. : Chalmers, B.*, vol. 4, p. 251-255, Pergamon Press, London, 1953.
18. Deards, N. e Bhadeshia, H. K. D. H. Recrystallisation and microtexture development in an aluminium-iron alloy. *Mater. Sci. Forum*, 113-115:225-230, 1993.
19. Doherty, R. D. Recrystallization and texture. *Prog. Mat. Sci.*, 42:39-58, 1997.
20. Doherty, R. D. Nucleation and growth kinetics of different recrystallization texture components. *Scripta Metall.*, 19:927-930, 1985.
21. Embury, J. D. Strengthening mechanisms in Al alloys - an overview of natural limits and engineering possibilities. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:57-70, 1996.
22. Engler, O. Nucleation and growth during recrystallization of aluminium alloys investigated by local texture analysis, *Mat. Sci. Technol.*, 12:859-872, 1996.
23. Furu, T. e Nes, E. Growth rates of recrystallized grains in highly deformed commercial purity aluminium, an experimental and modelling study. *Mater. Sci. Forum*, 113-115:311-316, 1993.
24. Garmestani, H., Kalu, P. e Dingley, D. Characterization of Al-8090 superplastic material using orientation imaging microscopy, *Mat. Sci. Eng.*, A242:284-91, 1998.
25. Gorelik, S.S. Recrystallization in metals and alloys. Mir Publishers, Moscow, 1981.
26. Haessner, F. Systematic survey and basic problems of recrystallization. In : *Recrystallization of metallic materials. Ed. : Haessner, F.*, P. 1-3, Verlag, Stuttgart, 1978.

27. Hatherley, M. e Hutchinson, W. B. In: An introduction to textures in metals. Monograph no. 5, The institution of metalurgists.
28. Heidelbach, F., Wenk, H. -R., Chen, S. R., Pospiech, J. e Wright, S. I. Orientation and misorientation characteristics of annealed, rolled and recrystallized copper, *Mater. Sci. Eng.*, A215:39-49, 1996.
29. Hirsch, H. e Lücke, K. Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals – II. Simulation and interpretation of experiments on the basis of Taylor-type theories. *Acta Metall.*, 36:2883, 1988.
30. Hjelen, J., Orsund, R. e Nes, E. On the origin of recrystallization textures in aluminium, *Acta Metall. Mater.*, 39(7):1377-1404, 1991.
31. Honeycombe, R. W. K. The plastic deformation of metals, Edward Arnold, Londres, 1984.
32. Hughes, D. A. Deformation microstructures in refractory metals and alloys: past and present research. In: Dalder, E. N. C. E. alli (Eds.) *Evolution of Refractory Metals and Alloys*. Pittsburgh: TMS, 219-235, 1993.
33. Hughes, D. A. e Hansen, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms, *Acta Mater.*, 45(9):3871-86, 1997.
34. Hughes, D. A. e Hansen, N. Microstructural evolution in nickel during rolling from intermediate to large strains, *Metal. Transac.*, 24A(9):2021-37, 1993.
35. Huh, M. -Y., Kim, J., -H., Ha, K., -Y. e Lee, S. Influence of hot band texture on the development of cold rolling and recrystallization texture in aluminium foils. *Mat. Sci. Forum*, 217-222:571-576, 1996.
36. Humphreys, F. J. A microstructural model of recrystallization. *Mater. Sci. Forum*, 113-115:329-334, 1993.
37. Humphreys, F. J. e Ferry, M. On the role of twinning in the recrystallization of aluminium. *Scripta Mater.*, 35(1):99-105, 1996.
38. Humphreys, F. J. e Hatherley, M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Elsevier Science, Oxford, 1995.
39. Húpalo, M. F. Estudo da recuperação e da recristalização de tântalo oligocristalino forjado rotativamente a frio. Dissertação de mestrado apresentado à Faculdade de Engenharia Química de Lorena, 1999.
40. Hutchinson, W. B., Ryde, L., Bate, P. S. E Bacroix, B. On the description of misorientations and interpretation of recrystallisation textures. *Scripta Mater.*, 35(5):579-582, 1996.

41. Kolososki, J., Ambrósio Filho, F. e Couto, A. A. Curso de metalografia do alumínio e suas ligas. In: Associação Brasileira do alumínio, Coordenador: Kolososki, J., 26-29 agosto, 1996, São Paulo.
42. Kuhlmann-Willsdorf, D., Hansen, N. Geometrically necessary, incidental and subgrains boundaries. *Scripta Metal. Material.*, 25(7):1557-1562, 1991.
43. Kwiecinski, J., Ryfka, J. e Wyrzykowski, J. W. Early stages of recrystallization in aluminium. *Materials Science Forum*, 113-115:157-162, 1993
44. Lee, C. S., Duggan, B. J. e Smallman, R. E. A theory of deformation banding in cold rolling. *Acta Metal. Material.*, 41:2265-2270, 1993.
45. Lee, D. N. The evolution of recrystallization textures from deformation textures. *Scripta Metall. Mater.*, 32:1689-1694, 1995.
46. Lücke, K. e Engler, O. Effects of particles on development of microstructure and texture during rolling and recrystallization in fcc alloys. *Mat. Sci. Technol.*, 6:1113-1130, 1990.
47. Mao, W. Formation of recrystallization cube texture in high purity face-centered cubic metal sheets. *J. Mater. Eng. Performance*, 8(5):556-560, 1999.
48. Margolin, H. Ed. Recrystallization, grain growth and textures. In : Seminar of American Society for Metals, October 16 and 17, 1965. Chapman & Hall, Metals Park, 1966.
49. Marshall, G. J. e Ricks, R. A. Role of iron during recovery and recrystallisation of aluminium-iron alloys. *Mater. Sci. Forum*, 113-115:245-250, 1993.
50. Marshall, G. J. Microstructural control during processing of aluminium canning alloys. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:19-30, 1996.
51. McQueen, H. J. Controversies in the theory of dynamic recrystallization. *Mater. Sci. Forum*, 113-115:429-434, 1993.
52. Miura, Y., Shioyama, T. e Hara, D. Recrystallisation of Al-3Mg and Al-3Mg-0.2Sc alloys. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:505-510, 1996.
53. Padilha, A. F. e Ambrósio Filho, F. Técnicas de análise microestrutural, Hemus Editora, São Paulo, s.d.

54. Padilha, A. F. e Siciliano Jr., F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, São Paulo, 1995.
55. Pimenta Jr., F. C. Interação entre precipitação e recristalização em uma liga de alumínio da série 3000. Dissertação de mestrado apresentada na UNICAMP, 1985.
56. Rabet, L., Ratchev, P., Verlinden, B. e Van Houtte, P. Particle stimulated nucleation during continuous annealing of a cold rolled AA 5182 alloy. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:465-470, 1996.
57. Reed, R. P. E Schramm, R. E. *J. Appl. Phys.*, 45:4705, 1974.
58. Reeves, A., Le Gouic, F., Pannetier, J., Anne, M., Bordet, P. e Hodeau, J. L. Diffraction imaging of the grain structure and texture of aluminium alloys using high energy synchrotron x-rays at the E.S.R.F. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:595-600, 1996.
59. Roe, R. J. *J. Appl. Phys.*, 6:2024, 1965.
60. Rosen, G. I., Jensen, D. J. e Hansen, N. Recovery of deformation microstructures in pure aluminium. *Mater. Sci. Forum*, 113-115:201-206, 1993.
61. Sakai, T. e Jonas, J. J. Dynamic recrystallization: mechanical and microestrutural considerations. *Acta Metall.*, 32(2):189-209, 1984.
62. Samajdar, I., Verlinden, B., Rabet, L. e Van Houtte, P. Recrystallization texture in a cold rolled commercial purity aluminum: on the plausible macro- and micro-mechanisms. *Mater. Sci. Eng.*, A266:146-154, 1999.
63. Taylor, A. An introduction to x-ray metallography, Chapman & Hall, London, 1945.
64. Taylor, G. I. *J. Inst. Met.*, 62:307, 1938.
65. Tegart, W. J. McG. Dynamic recrystallization – an historical perspective. *Mater. Sci. Forum*. 113-115:1-18, 1993.
66. Verhoeven, J. D. Recovery and recrystallization. In: Fundamentals of physical metallurgy, John Wiley & Sons Inc., 1975.
67. Williams, R. O. *Trans. Met. Soc. AIME*, 242:105, 1968.
68. Yamagata, H. Dynamic recrystallization and dynamic recovery in pure aluminum at 583 K. *Acta Metall. Mater.*, 43(2):723-729, 1995.