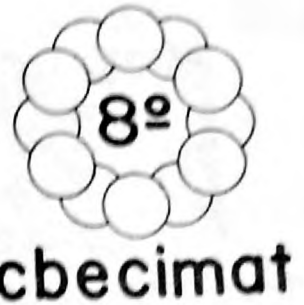




UNICAMP

MECANISMO DE RECRISTALIZAÇÃO EM LIGA DE ALUMÍNIO 7050

ORESTES E. ALARCON, ANA M.M. NAZAR
 Departamento de Engenharia de Materiais - UNICAMP
 WALDEMAR A. MONTEIRO
 Departamento de Metalurgia Nuclear - IPEN - CNEN/SP
 RICARDO E. MEDRANO
 Instituto de Física - UNICAMP



SUMÁRIO

A nucleação da recristalização em ligas de alumínio 7050, submetida a TTM, ocorre preferencialmente em torno de precipitados grosseiros (produzidos por superenvelhecimento), formando pequenas células com alta densidade de discordâncias e, prossegue através de um processo de poligonização. O crescimento posterior do núcleo de recristalização ocorre somente após a solubilização dos precipitados de equilíbrio, os quais atuam no sentido de impedir a movimentação da interface entre a região recristalizada e deformada.

INTRODUÇÃO

O comportamento das ligas de alumínio de alta resistência com relação ao encruamento, recuperação e recristalização, durante e após a laminação a quente, é difícil de prever. Além dos parâmetros de processamento (quantidade, taxa e temperatura de deformação) o processo de restauração da microestrutura depende fundamentalmente das partículas de segunda fase [1-2]. Em particular, é fenomenologicamente conhecido que, enquanto partículas grosseiras e largamente espaçadas promovem a nucleação da recristalização, devido a produção de relativamente alta densidade de núcleos ativos, partículas finas e pouco espaçadas decrescem a quantidade desses núcleos e impedem o crescimento de regiões recristalizadas [1-4]. A definição quantitativa de partículas grosseiras ou finas depende de fatores como, severidade da deformação, resistência das partículas e fração volumétrica.

De modo geral, a origem da recristalização em ligas é consequência direta da natureza da estrutura de deformação produzida no material. Se a liga contém partículas de segunda fase, é necessário um conhecimento detalhado da estrutura de discordâncias formada em torno dessas partículas para entender como as mesmas estimulam a nucleação da recristalização.

Humphreys [5], a partir de observações experimentais em microscópio eletrônico de transmissão (MET) em ligas de alumínio contendo partículas de silício, deformada por laminação (50% de redução), propõe um modelo teórico no qual descreve a origem das zonas de deformação em torno de partículas indeformáveis. De acordo com este modelo, são formados pequenos sub-grãos devido a rotação local da matriz, necessária para acomodar a deformação na interface partícula/matriz. Durante os primeiros estágios de recozimento e devido ao crescimento não uniforme desses sub-grãos, originam-se os núcleos de recristalização por um processo semelhante ao de poligonização. Medidas do espaçamento médio entre partículas maiores ou iguais a 1 µm mostraram ser próximas ao tamanho médio dos grãos recristalizados.

Por outro lado, Wert et al [6] estudando recristalização em uma liga de alumínio 7075, deformada por laminação com 85% de redução na espessura e submetida a diferentes tratamentos térmicos de envelhecimento (contendo portanto diferentes diâmetros de partículas), encontrou o menor tamanho médio de grãos recristalizados para a liga contendo um tamanho crítico de partículas de 0,75 µm. Os autores relacionaram a densidade de partículas, com tamanho maior ou igual a este diâmetro, com a densidade de grãos recristalizados. Contrariando as previsões de Humphreys [5], a relação obtida foi de 10 partículas por cada grão recristalizado. Eles justificam seus resultados argumentando que deve ter ocor-

rido crescimento de grãos, durante o tratamento térmico, ou que somente 10% das partículas têm sucesso na nucleação da recristalização.

Com a finalidade de esclarecer os mecanismos operantes no processo de recristalização, bem como o efeito que partículas de segunda fase exercem no processo, investiga-se neste trabalho os mecanismos de recristalização operantes em uma liga de alumínio 7050 contendo uma distribuição de precipitados grosseiros.

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

a) Material

Utiliza-se liga de alumínio 7050 (Al-6Zn-2Mg-2Cu). Na condição comercial esta liga apresenta uma microestrutura parcialmente recristalizada, com grãos recristalizados medindo entre 30 e 300 µm na direção de laminação e grãos não recristalizados contendo sub-grãos medindo entre 3 e 15 µm [7].

b) Tratamento termomecânico

A sequência de procedimentos utilizados para a obtenção de material com microestrutura recristalizada de grãos finos, encontra-se esquematizada na figura 1. A combinação de tempo e temperatura de superenvelhecimento utilizada (400°C x 8h) foi escolhida em função dos dados obtidos por Wert [6] para ligas de alumínio 7075.

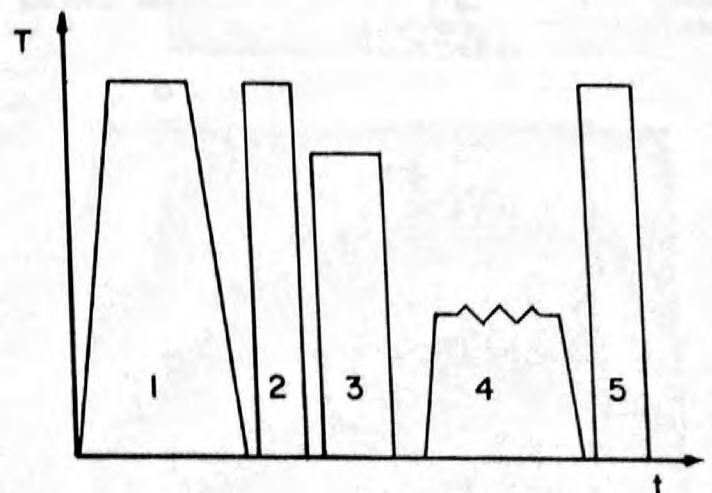


Figura 1. Representação esquemática do tratamento termomecânico: 1) Tratamento térmico de homogeneização (480°C x 12h); 2) Solubilização (480°C x 1h); 3) Superenvelhecimento (400°C x 8h); 4) Laminação; 5) Solubilização.

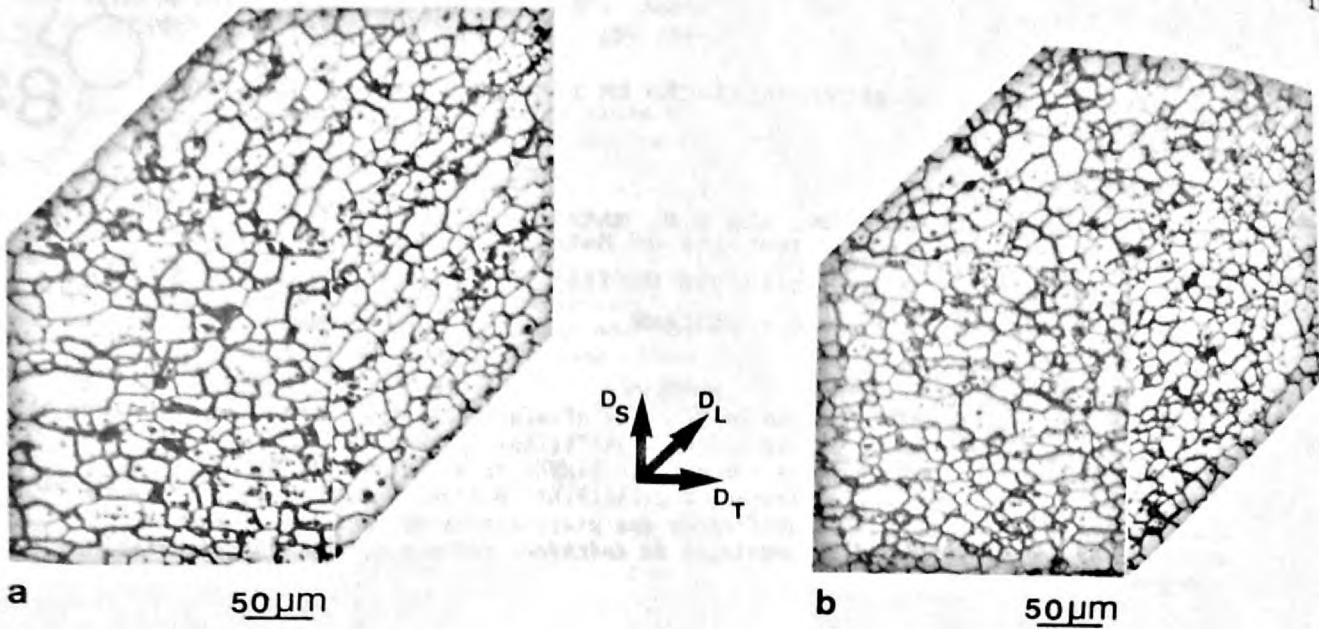


Figura 2. Microestrutura da liga de alumínio 7050. a) R-1: tamanho de grão (μm) - DL = 30, DT = 21, DS = 27. b) R-2: tamanho de grão (μm) - DL = 20, DT = 16, DS = 17.

Com o material previamente superenvelhecido foram laminadas duas placas a 250°C , com espessura inicial de 38mm. O material foi laminado com rea aquecimento entre passes, tendo o material R-1 uma redução total de 70% na espessura (9 passes) e, o material R-2 uma redução de 80% (10 passes). As porcentagens de redução por passe foram sequencialmente: 7,8 - 8,6 - 9,4 - 10,3 - 11,5 - 13,0 - 15,0 - 17,6 - 21,4 - 30,1 (%).

c) Microscopia eletrônica de transmissão

Foram estudadas amostras em diferentes etapas do tratamento termomecânico (TIM). Além disso, amostras deformadas foram aquecidas diretamente no MET utilizando o estágio quente com rotação em um único eixo do goniômetro para observação "in situ" do processo de recristalização. O polimento das amostras foi realizado em aparelho Tenupol, com eletrólito contendo em volume 30% de HNO_3 e 70% de metanol à -20°C .

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Com o TIM adotado, obteve-se dois tipos de materiais com microestrutura totalmente recristalizada (R-1, R-2) e diferentes tamanhos de grãos (figura 2).

O estudo de amostras compactas realizados em MET, investigando a microestrutura do material nas diversas etapas do TIM, evidenciou que:

a) O material superenvelhecido, além dos dispersóides, que aparentemente não sofreram modificações quanto ao tamanho e distribuição, apresentou duas fases de equilíbrio distintas: precipitados de equilíbrio θ (Mg_2Zn_7) $\{8,9\}$, de forma esférica, com diâmetro médio de 500 \AA e fração volumétrica de 0,034 (figura 3 (a)) e; uma distribuição grosseira de precipitados de equilíbrio T ($\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Al}_2$) $\{11\}$, possuindo morfologia irregular com dimensões variando entre 0,5 a $1,5 \mu\text{m}$ (figura 3 (b)).

b) O material deformado com 80% de redução na espessura apresenta uma matriz homogênea, formada de sub-grãos alongados bem definidos, medindo aproximadamente $0,5 \mu\text{m}$ na direção transversal à de laminação e $2,0 \mu\text{m}$ na direção longitudinal (figura 4 (a)). No entanto, nas vizinhanças das partículas a estrutura de deformação foi significativamente diferente (figura 4 (b)); essas regiões apresentaram um grande número de pequenas células medindo aproximadamente entre 0,1 e $0,2 \mu\text{m}$.

c) As amostras de material tratado termicamente a 400°C por 100 e 300s mostraram uma microestrutura parcialmente recristalizada, contendo grãos recristalizados equiaxiais com algumas regiões de sub-grãos e precipitados de equilíbrio. No entanto, devido ao estágio avançado da recristalização, não foi possível verificar a origem do processo. Na condição de tratamento térmico à 480°C por 100s a microestrutura já se encontra totalmente recristalizada e não observa-se precipitados de equi-

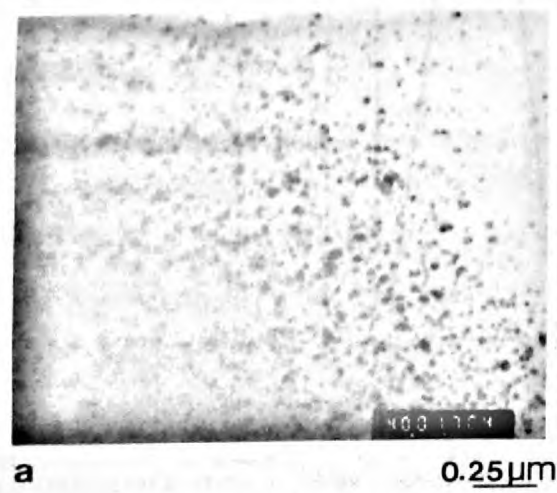


Figura 3. Microestruturas obtidas em MET, mostrando a distribuição de precipitados de equilíbrio na liga 7050, superenvelhecida a 400°C x 8h. (a) fase θ ; (b) fase T.

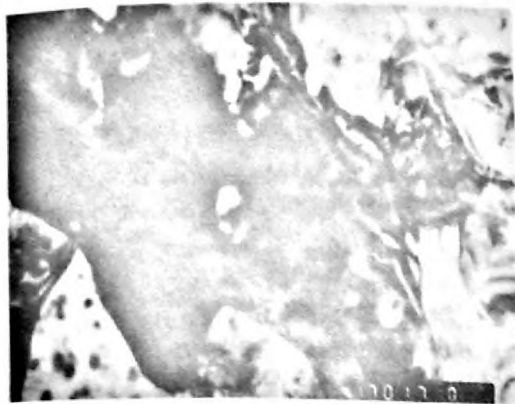
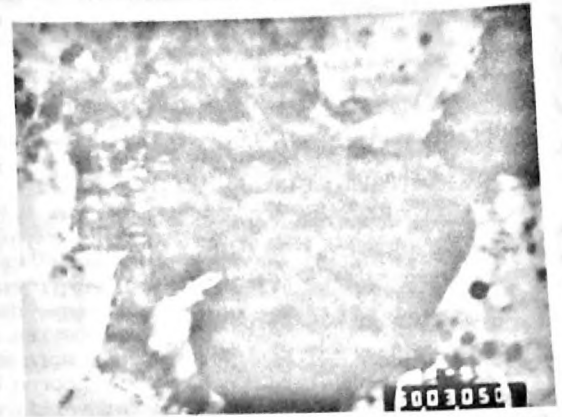
a 0.5 μmb 0.2 μm

Figura 4. Microestruturas obtidas em MET, mostrando a estrutura de deformação da liga 7050 superenvelhecida e laminada a 250°C com 80% de redução. (a) sub-grãos, (b) células em torno da partícula.

brio, indicando que o processo de recristalização possui uma cinética muito rápida.

O estudo de recristalização "in situ" em MET, das amostras deformadas por laminação, foi realizado inicialmente com aquecimento a 350°C e posteriormente a temperatura foi aumentada para 400°C e 480°C. A 350°C a estrutura de deformação da matriz apresenta-se relativamente estável, no entanto ao redor das partículas pode-se notar o início de um processo de recuperação: grupos de células formadas em torno das partículas crescem, e discordâncias individuais se juntam, diminuindo localmente a densidade de deformação. Com o aumento da temperatura as células desaparecem dando lugar a um contorno de alto ângulo, formando um núcleo de recristalização.

Isto pode ser confirmado por difração em área selecionada a qual mostrou uma desorientação relativa nesta interface maior que 10°. A sequência de micrografias mostradas na figura 5 ilustram o mecanismo observado.

O núcleo de recristalização é formado por um grupo de células com orientações similares sendo que, após formado o contorno, o núcleo teve seu crescimento interrompido, provavelmente por partículas menores que o tamanho crítico de Zener [10]. Tais partículas podem ser observadas na micrografia da figura 5 (b). Em contradição com as previsões realizadas por Humphreys [5], na liga estudada o núcleo de recristalização formado foi menor (~1/3) que o diâmetro da partícula que o originou. Este fato pode ser explicado pela presença, nes-

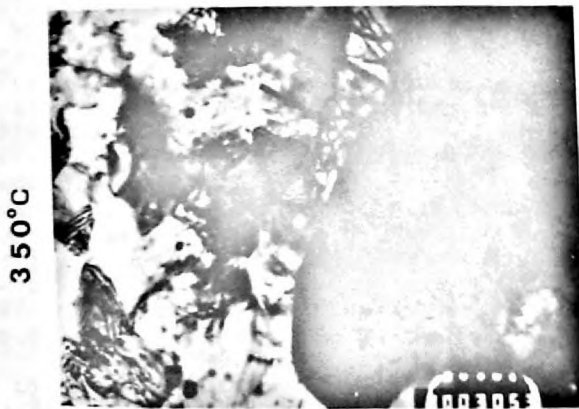
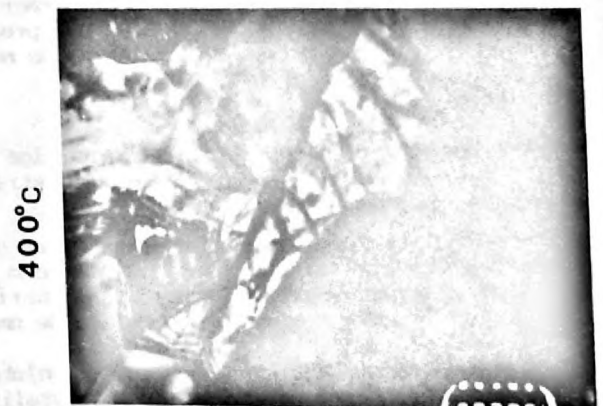
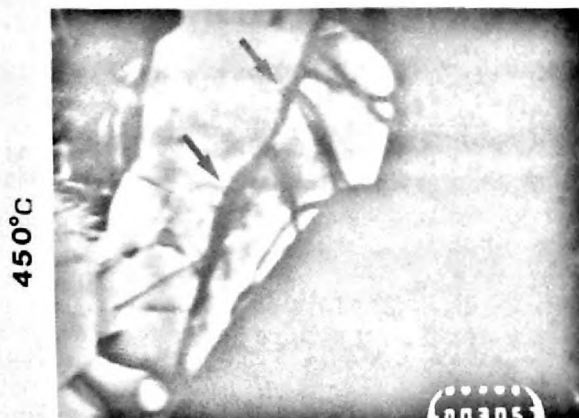
a 0.5 μmb 0.25 μmc 0.25 μmd 0.5 μm

Figura 5. Sequência de micrografias obtidas em MET utilizando a técnica de recristalização "in situ". (a) 350°C, (b) 400°C, (c) 450°C e (d) 480°C.

ta liga, de uma dispersão adicional de partículas finas, incluindo precipitados de equilíbrio θ e dispersóides, os quais exercem um efeito de ancoramento do contorno do núcleo.

Com posterior aumento de temperatura para 480°C , as partículas mais finas precipitadas na matriz dissolveram-se completamente dando lugar a um crescimento extremamente rápido do núcleo de recristalização, formando um grão recristalizado. No entanto, o processo de recristalização observado não ocorreu homoganeamente em toda a área analisada. Algumas regiões apresentam grãos recristalizados menores e, em outras a recristalização não se completou. Esta heterogeneidade pode ser explicada pela dificuldade inerente do crescimento de grãos em folhas finas [5]. Em amostras compactas o fenômeno de crescimento de grão é sempre mais pronunciado, devido a curvatura extra do contorno de grão em amostras tridimensionais. Como foi verificado anteriormente, a amostra compacta tratada a 480°C x 100s apresentou-se totalmente recristalizada.

Pelas observações realizadas ficou constatado que os precipitados grosseiros produzidos por tratamento térmico de superenvelhecimento, exercem um papel preponderante no mecanismo de nucleação da recristalização, formando um maior número de núcleos aptos a recristalizar e, conseqüentemente, produzindo menor tamanho de grãos recristalizados no material.

Por outro lado, a comparação do espaçamento médio entre precipitados grosseiros ($0,5\ \mu\text{m}$), aproximadamente $3\ \mu\text{m}$, e o tamanho de grãos recristalizados, aproximadamente $20\ \mu\text{m}$, mostra que nem todos os precipitados grosseiros participam efetivamente da recristalização. Além disso, ficou evidenciado que o tamanho crítico do núcleo de recristalização não depende somente do tamanho da partícula e do grau de deformação, mas também da distribuição e tamanho dos precipitados de equilíbrio θ , que atuam no sentido de impedir a movimentação da interface do núcleo de recristalização. Assim, é provável que em todas as partículas grosseiras forma-se um núcleo de recristalização, mas a probabilidade do núcleo crescer e formar um grão recristalizado depende da cinética de solubilização dos precipitados de equilíbrio θ que ancoram a interface do núcleo.

CONCLUSÕES

O mecanismo de recristalização na liga de alumínio 7050, desenvolveu-se sequencialmente através dos seguintes processos:

- Concentração da deformação em partículas grosseiras (fase T), formando uma estrutura celular com alta densidade de discordâncias em torno dessas partículas;
- Poligonização das células e formação de uma interface definindo o núcleo de recristalização;
- Crescimento do núcleo somente após a solubilização dos precipitados θ , formando grãos recristalizados.

REFERÊNCIAS

- Doherty, R.D. e Martin, J.W., J.Inst.Met., 91 (1962), p. 332.
- Nes, E., Acta Met. 24 (1976), p. 391.
- Mc Queen, H.J., Thermomechanical Processing of Aluminum Alloys, T.G. Morris, Ed. TSM-AIME (1978), p. 1.
- Koester, U. Met., Sci 8 (1974), p. 151.
- Humphreys, F.J., Acta Met. 25 (1977), p. 1323.
- Wert, J.A., Metall. Trans. 12A (1981), p. 1267.
- Alarcon, O.E., Influência do TIM na Microestrutura, no Comportamento Mecânico e no Mecanismo de Fratura da Liga de Alumínio 7050, Tese de Doutorado, UNICAMP (1988).

- Mueller, L.N., Alcoa Aluminum Alloys 7050, Green Letter nº220 (1983).
- Hatch, J.E. Aluminum : Properties and Physical Metalurgie, ASM, Cap. 5, (1984), p. 134.
- Gladman, T. Proc. Roy. Soc. A 294 (1966), p. 298.
- Embury, J.D. e Nicholson, R.B. Acta Met. 13(1965), p. 831.

SUMMARY

The Effect of second phase particles on the recrystallization mechanism of the 7050 aluminum alloy under thermomechanical treatment was investigated. The material, previously overaged (400°C x 8h) and rolled at 250°C was solutioned at 480°C x 30min. Transmission Electron Microscopy of compact samples of the materials during thermomechanical treatment and "in situ" recrystallization techniques were used to study deformation mode an recrystallization mechanism. The study shows that the recrystallization mechanism proceed by nucleation at coarse particles ($0,5\ \mu\text{m}$ produced during overaging treatment) like small cells of high dislocation density and continuous like a polygonization process. The small particles act like a barrier avoiding the interface movement between recrystallized and deformed zone then, these nuclei growth only after solubilization of de equilibrium precipitates.