

*
COMPETIÇÃO ENTRE RECUPERAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO EM
UMA LIGA DE ALUMÍNIO CONTENDO DISPERSÃO DE PRECIPITADOS.

ANGELO FERNANDO PADILHA

Dissertação apresentada
À Escola Politécnica da
Universidade de São Pau
lo, para obtenção do tí
tulo de "Mestre em Enge
nharia" (Engenharia Me
talúrgica).

Alberto S. Andrade
Orientador: Prof. Dr. IVAN G. S. FALLEIROS

São Paulo - 1977

À Lucia e ao
Rodrigo

AGRADECIMENTOS

Agradeço:

Ao Prof. Dr. Ivan G. S. Falleiros pela eficiente e indispensável orientação em todas as etapas da elaboração deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Shigueo Watanabe pela oportunidade de pesquisa.

Ao Departamento de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica da USP pelo uso de seus laboratórios e demais facilidades.

Ao Superintendente do Instituto de Energia Atômica, Prof. Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni, pelas facilidades oferecidas.

Aos colegas da CCTM pelo incentivo e colaboração, em particular aqueles que fazem parte do Projeto Garantia da Qualidade de Componentes para Instalações Nucleares, chefiado pelo Prof. Dr. Hira Lal Foterdar.

Aos colegas Ney F. Quadros e André P. Tschiptschin pela colaboração e proveitosas discussões.

Ao grupo de estudos de recristalização dos metais, coordenado pelo Prof. Dr. Ivan G.S. Falleiros, cujas discussões e sugestões foram fundamentais para realização deste trabalho.

À Srta. Creusa Moreira Diniz, pelos serviços de datilografia.

À Srta. Fátima pela confecção das figuras.

Ao Sr. Novuo pela presteza no encaminhamento dos serviços fotográficos.

À Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo pela cessão do microscópio ótico utilizado, sob processo número 72/1168.

E a todos que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.

Agradeço ainda à ALCAN ALUMÍNIO DO BRASIL S.A., pela doação das amostras.

RESUMO

Através de microscopia ótica utilizando luz polarizada e de metalografia quantitativa, determinou-se a cinética de recristalização a 400°C de uma liga de alumínio da série 3000 contendo dispersão de precipitados, para diferentes graus de deformação produzidos por laminação.

Mediram-se parâmetros, para vários tempos de recozimento, que permitiram determinar: fração volumétrica recristalizada, quantidade de interfaces por unidade de volume entre regiões recristalizadas e não recristalizadas e, entre regiões recristalizadas, assim como velocidade média de migração de interfaces. Fizeram-se também medidas de microdureza em todas as amostras.

Os resultados experimentais mostraram que à medida que se diminui o grau de deformação, a quantidade de interfaces por unidade de volume responsáveis pela recristalização diminui exigindo portanto um crescimento através de distâncias maiores para a recristalização se completar, tornando a cinética de recristalização mais dependente do crescimento.

Constatou-se a ocorrência de recuperação, durante a recristalização, das regiões não recristalizadas e conseqüente diminuição da velocidade média de migração de interfaces com o tempo de recozimento.

Com a diminuição da deformação, ocorreram frações não recristalizadas residuais, as quais eram maiores para graus de deformação menores, chegando a atingir mais de 80% para 34,4% de redução em espessura.

Os resultados sugerem que, para baixas deformações, a velocidade de crescimento tem um papel importante na cinética de recristalização de ligas com dispersão de precipitados.

A comparação entre os resultados de metalografia quantitativa e medidas de microdureza evidenciou algumas limitações desta última técnica para estudo de recristalização.

SUMMARY

Using polarized light optical microscopy and quantitative metallography, kinetics of recrystallization at 400°C of an aluminum alloy of 3000 series were determined, for different rolling deformations.

Recrystallized volume fraction, amount of interfaces per unit volume, between recrystallized and unrecrystallized regions and between recrystallized grains, and also mean velocity of interface migration were determined. Microhardness measurements were made in all specimens.

The results have shown that with decreasing deformation, the amount of interfaces responsible for recrystallization, per unit volume, decreases and so the interfaces must sweep larger distances for complete recrystallization, making kinetics more dependent on growth.

Recovery of the unrecrystallized regions was observed, during recrystallization, causing decrease in the average velocity of interface migration with annealing time.

With decreasing deformation residual unrecrystallized volumes have been observed, after long time anneals. The fraction of residual unrecrystallized region were large than 80% for 34,4% thickness reduction.

The results suggest that, in alloys with precipitates, the growth velocity has an important role in recrystallization kinetics.

Some shortcomings of hardness measurements, as a tool to study recrystallization, were shown by comparison between the quantitative metallography and hardness measurements.

ÍNDICE

	Pg.
CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	1
I.1 - Recristalização de metais puros.....	1
I.2 - Cinética de recristalização.....	2
I.3 - Recristalização de metais impuros e ligas.....	6
I.3.1- Recristalização de ligas com dispersão de precipita- dos.....	6
I.3.1.1- O estado encruado	7
I.3.1.2- Recuperação	11
I.3.1.3- Nucleação.....	12
I.3.1.4- Velocidade de migração de interfaces.....	14
I.4 - Objetivo do trabalho.....	17
I.5 - A Liga escolhida para as experiências.....	19
 CAPÍTULO II - MATERIAL E TÉCNICA EXPERIMENTAL.....	 22
II.1 - Material.....	22
II.2 - Deformação.....	22
II.3 - Tratamentos térmicos.....	23
II.4 - Preparação metalográfica.....	23
II.5 - Metalografia quantitativa.....	25
II.5.1- Fração volumétrica recristalizada (X).....	25
II.5.2- Área interfacial entre regiões recristalizadas e não recristalizadas (S_{vrd})	26
II.5.3- Área interfacial entre regiões recristalizadas (S_{vrr})	27
II.5.4- Velocidade média de migração de interface (\bar{G}).....	27
II.6 - Medidas de microdureza.....	29
II.7 - Tratamento estatístico das medidas.....	30
 CAPÍTULO III - RESULTADOS EXPERIMENTAIS	 31
III.1 - Caracterização Inicial das amostras.....	31
III.2 - Fração volumétrica recristalizada.....	31
III.2.1- Amostras deformadas 72,7%	31

III.2.2-	Amostras deformadas 50,0%.....	31
III.2.3-	Amostras deformadas 41,2%.....	34
III.2.4-	Amostras deformadas 34,4%.....	35
III.3	- Observações sobre a microestrutura.....	36
III.4	- Quantidade de interfaces de alto ângulo.....	41
III.4.1-	Amostras deformadas 50,0%.....	41
III.4.2-	Amostras deformadas 41,2%.....	42
III.4.3-	Amostras deformadas 34,4%.....	45
III.5	- Velocidade Média de migração de interfaces.....	46
III.5.1-	Amostras deformadas 50,0%.....	46
III.5.2-	Amostras deformadas 41,2%.....	47
III.6	- Recuperação e medidas de microdureza.....	49
III.6.1-	Amostras deformadas 50,0%.....	49
III.6.2-	Amostras deformadas 41,2%.....	50
III.6.3-	Amostras deformadas 34,4%.....	50
III.7	- Tamanhos de grão final e crescimento de grão.....	51
III.7.1-	Tamanho de grão final.....	52
III.7.2-	Crescimento de grão.....	53
CAPÍTULO IV - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....		54
IV.1	- Determinação da cinética de recristalização.....	54
IV.2	- Fração volumétrica recristalizada.....	56
IV.3	- Quantidade de interfaces de alto Ângulo.....	57
IV.4	- Recuperação.....	59
IV.5	- Velocidade média de migração de interfaces.....	60
IV.6	- Considerações finais.....	63

CAPÍTULO V - CONCLUSÕES 65

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 66

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO

A presente dissertação preocupa-se com a recristalização de ligas com dispersão de precipitados.

Neste capítulo faz-se inicialmente uma revisão sobre recristalização de metais puros, porque toda a teoria fundamental de recristalização esta baseada nestes materiais. A introdução de uma segunda fase é tratada na literatura através das modificações que isto pode introduzir na teoria fundamental.

A seguir resume-se o conhecimento de recristalização de ligas com dispersão de precipitados, com ênfase nos pontos mais importantes para o presente trabalho. Estes pontos são: efeitos dos precipitados sobre o potencial termodinâmico para a reação, sobre a recuperação e sobre nucleação e crescimento de regiões recristalizadas. Como resultado da interação dos efeitos, é analisada a competição entre recuperação e recristalização. Discute-se ainda a influência do grau de deformação sobre a cinética de recristalização.

Diante disto coloca-se o objetivo do trabalho experimental, justificado pela revisão.

Finalmente, neste capítulo faz-se a caracterização da liga usada nas experiências, destacando-se os pontos pertinentes ao trabalho e a importância de estudos de recristalização na liga escolhida.

I.1 - RECRISTALIZAÇÃO DE METAIS PUROS

Após a deformação a frio, aproximadamente 10% da energia utilizada na deformação é armazenada no metal ⁽¹⁾.

Esta energia é armazenada na forma de defeitos pontiformes e discordâncias. A densidade e distribuição destes defeitos, principalmente as discordâncias, as quais podem estar distribuídas não homogeneamente formando uma subestrutura celular, dependem de vários fatores: do metal, de sua pureza e tamanho de grão, e da quantidade, temperatura, velocidade e maneira de deformação ^(2,3,4).

Portanto um metal deformado a frio é termodinamicamente instável com relação ao estado recozido. Quando este metal deformado for recozido estes defeitos poderão ser eliminados, abaixando a energia interna, através de dois processos: recuperação e recristalização.

No processo de recuperação pode-se ter: recombinação de intersticiais e lacunas, pequenos rearranjos de discordâncias reduzindo seus campos de tensões elásticas, aniquilamento de discordâncias de sinais opostos e arranjos de discordâncias formando subcontornos^(5,6); todas estas maneiras de recuperação são ativadas termicamente.

A recristalização é definida como a eliminação de defeitos através de migração de contornos de alto ângulo. A recristalização se dá por nucleação e crescimento de novos grãos livres de deformação. Tanto a nucleação como o crescimento de grãos recristalizados são ativados termicamente.

A nucleação pode-se dar por crescimento⁽⁵⁾ ou rotação^(7,8,9) de sub-grãos ou ainda por migração de contornos de grão existentes antes da deformação^(10,11,12,13).

O crescimento de regiões livres de deformação se dá pela migração de contornos de alto ângulo eliminando defeitos, ou, em outras palavras, pelo movimento de átomos da região deformada, junto à interface, para a região recristalizada.

I.2 - CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO

Recristalização, tal como muitas transformações de fase, pode ser tratada formalmente como um processo de nucleação e crescimento no qual as grandezas fundamentais são \dot{N} , velocidade de nucleação, e G , velocidade de crescimento do núcleo recristalizado.

A velocidade de nucleação, \dot{N} , é o número de núcleos formados por unidade de tempo, por unidade de volume. A velocidade de crescimento, G é definida como a derivada no tempo da distância que a interface percorre na direção normal a ela mesma.

Este tratamento formal é largamente independente de modelos particulares de nucleação e de crescimento.

Dos tratamentos teóricos existentes na literatura dois se destacam pela sua aplicação frequente em estudos de recristalização e são devidos a JOHNSON e MEHL⁽¹⁴⁾ e AVRAMI⁽¹⁵⁾.

Essencialmente os tratamentos de JOHNSON e MEHL e de AVRAMI divergem somente quanto à função $\dot{N} = f(t)$, onde t é o tempo.

De acordo com JOHNSON e MEHL esta função precisa em geral ser avaliada experimentalmente, enquanto AVRAMI parte de uma forma explícita para ela.

Segundo a teoria de AVRAMI existem na matriz não transformada um número por unidade de volume, \bar{N} , de locais propícios para a nucleação tendo uma probabilidade, n , de nucleação.

Durante a recristalização estes locais seriam utilizados de duas maneiras: tornando-se núcleos ativos (N') ou sendo consumidos (N'') pelo crescimento de novos grãos recristalizados.

AVRAMI mostrou que o número de locais que se tornam núcleos (N') durante o tempo t é

$$N' = \bar{N} [1 - \exp(-nt)] \quad (\text{eq. 1})$$

que para pequenos valores de t , pode ser aproximada por

$$N' = \bar{N}nt \quad (\text{eq. 2})$$

Portanto, nos primeiros estágios da nucleação, o número de novos grãos varia linearmente com o tempo e posteriormente de forma mais lenta.

Nota-se que, segundo o tratamento de AVRAMI, a velocidade de nucleação, dN'/dt , só pode ser constante ou decrescer com o tempo, e neste aspecto, a teoria de JOHNSON - MEHL, que não faz nenhuma hipótese a respeito de $\dot{N} = f(t)$, é mais flexível.

Considerando-se que a velocidade de nucleação tem o comportamento acima e supondo que a velocidade de crescimento seja isotrópica e independente do tempo, AVRAMI propôs uma expressão geral para a cinética de transformação:

$$X = 1 - \exp(-At^K) \quad (\text{eq. 3})$$

onde X é a fração volumétrica recristalizada, t é o tempo e A e K são constantes.

Para crescimento tridimensional os valores de K são tais que $3 \leq K \leq 4$, o valor 3 está associado à velocidade de nucleação nula, o valor 4 a velocidade de nucleação constante e maior que zero e os valores intermediários entre 3 e 4 a velocidade de nucleação decrescente com o tempo.

Vários trabalhos recentes de recristalização^(16,17,18) tem constatado que a velocidade de crescimento não é constante com o tempo, diminuindo segundo a relação:

$$G = \frac{B}{t} \quad (\text{eq. 4})$$

onde B é uma constante.

GORDON e VANDERMEER⁽¹⁹⁾ trabalhando com alumínio policristalino refinado por zona, utilizando a deformação de 40% de redução em espessura, constataram que a baixas temperaturas de recristalização, a partir de certa fração recristalizada (a qual era menor quanto menor a temperatura de recozimento) as frações recristalizadas medidas eram menores que as previstas pela equação de AVRAMI.

Justamente nestes casos em que se observavam desvios da equação de AVRAMI, a velocidade de crescimento diminuía com o tempo, e segundo os autores esta diminuição da velocidade de crescimento com o tempo se devia à recuperação das regiões não recristalizadas, diminuindo o potencial termodinâmico para recristalização.

LI⁽²⁰⁾ sugere que a variação de G com o tempo da maneira expressa na equação 4 pode ser explicada através da cinética de recuperação. De acordo com este autor, a densidade de discordâncias das regiões não recristalizadas decresce por recuperação segundo a equação:

$$\rho^{-1} - \rho_0^{-1} = Ct \quad (\text{eq. 5})$$

onde : ρ é a densidade de discordâncias após um tempo de recozimento t , ρ_0 é a densidade de discordâncias do material deformado, t é o tempo e C é uma constante.

Em situações em que ρ_0 é pelo menos uma ordem de grandeza maior que ρ , a equação 5 se torna, com um erro máximo de 10%

$$\rho \approx \frac{1}{Ct} \quad (\text{eq. 6})$$

Quanto maior a diferença entre ρ_0 e ρ menor o erro da aproximação.

Supondo-se ainda que o potencial termodinâmico, ΔP , para crescimento de regiões recristalizadas seja proporcional à densidade de discordâncias, tem-se que durante a recristalização:

$$\Delta P \approx \frac{D}{t} \quad (\text{eq. 7})$$

onde D é uma constante.

Para se chegar a uma expressão semelhante a equação 4, a partir do suposto acima para a densidade de discordâncias e potencial termodinâmico, resta mostrar que a velocidade de crescimento em recristalização isotérmica é diretamente proporcional ao potencial termodinâmico.

Considerando o modelo de crescimento no qual os átomos vencem individual e independentemente uma barreira de ativação, ao passar do grão de formado para o grão recristalizado, pode-se chegar teoricamente à expressão:

$$G = L \cdot f \exp(-\Delta G^*_a/KT) \{ 1 - \exp(-\Delta P/KT) \} \quad (\text{eq. 8})$$

onde ΔP é o potencial termodinâmico, ΔG^*_a é a energia de ativação para o crescimento, T é a temperatura absoluta, K é a constante de Boltzman, L é a espessura da interface, e f é uma frequência característica.

Quando $\Delta P \ll KT$, a equação 8 pode ser aproximada para :

$$G = Lf (\Delta P/KT) \exp(-\Delta G^*_a/KT) \quad (\text{eq. 9})$$

Tomando-se o mais alto valor de ΔP existente na literatura para recristalização de alumínio comercialmente puro⁽¹⁾, 121 joules/átomo grama, e ainda, por segurança, o multiplicarmos por dois, a aproximação levando a equação 8 à equação 9 pode ser feita com menos de 3% de erro a 400°C.

I.3 - RECRISTALIZAÇÃO DE METAIS IMPUROS E LIGAS

As adições ou impurezas levam a três tipos de ligas, do ponto de vista de recristalização: (i) as impurezas ou elementos de liga encontram-se em solução sólida; (ii) os elementos de liga ou impurezas encontram-se na forma de precipitados de segunda fase; (iii) os elementos de liga encontram-se na forma de uma segunda fase e a fração volumétrica desta segunda fase é alta.

A separação de (ii) e (iii) em dois tipos deve-se ao fato de que no tipo (ii) se estuda a recristalização da fase matriz, geralmente mais dútil e se considera o precipitado indeformável. É o caso das ligas Al-Cu super envelhecidas, Al - Fe - Si, Al-Mn-Fe-Si.

Nas ligas do tipo (iii) considera-se que as duas fases deformam-se, geralmente de maneira diferente, e recristalizam-se obedecendo a uma cinética diferente; é o caso dos latões α - β , por exemplo.

A seguir, discute-se o tipo (ii), dentro do qual se enquadra a liga estudada no trabalho experimental.

I.3.1 - RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS COM DISPERSÃO DE PRECIPITADOS

Neste tipo de ligas, existem evidências de casos em que a presença de dispersão de precipitados atrasou a recristalização^(21,22,23,24), e de casos em que a recristalização foi acelerada^(25,26), em relação à solução sólida matriz, isenta de precipitados.

DOHERTY e MARTIN^(27,28,29,30) em trabalhos com ligas Al-Cu com várias porcentagens de Cu e várias dispersões de precipitados, em monocristais e policristais, mostraram que:

- a) Em uma matriz contendo dispersão grosseira de precipitados,

a recristalização dava-se mais rapidamente do que no caso da solução sólida.

b) Com dispersões finas de precipitados, a recristalização era cada vez mais retardada até se tornar mais lenta que a recristalização da solução sólida.

c) Um decrêscimo de quatro vezes na distância livre média entre precipitados aumentava 10^5 vezes o tempo para 50% de recristalização e aumentava o tamanho de grão final 10^3 vezes.

Estes resultados foram explicados considerando que a dispersão de precipitados afeta três parâmetros : (i) estado encruado, (ii) a nucleação e (iii) a velocidade de migração de interfaces.

DOHERTY e MARTIN não consideraram na análise dos seus resultados o papel da recuperação das regiões não recristalizadas durante a recristalização, a qual diminui o potencial termodinâmico para recristalização, influenciando portanto sua cinética.

Outro aspecto não discutido na literatura é a influência do grau de deformação na cinética de recristalização de ligas com dispersão de precipitados, o qual pode alterar a importância relativa de nucleação e de crescimento.

A seguir discutem-se os três parâmetros usados por DOHERTY e MARTIN e analisa-se ainda o papel de recuperação e do grau de deformação, para situar o objetivo do trabalho.

I.3.1.1 - O ESTADO ENCRUADO

As teorias de deformação plástica de ligas contendo dispersão de partículas indeformáveis tem se preocupado com dois aspectos fundamentais: (i) variação do limite de escoamento com a distribuição e fração volumétrica dos precipitados e (ii) influência destes parâmetros no encruamento.

A seguir discute-se apenas encruamento, o qual está mais ligado à energia armazenada na deformação e, portanto, à recristalização.

Uma das primeiras tentativas de explicar o endurecimento devido a obstáculos dispersos foi proposta por FISHER, HART e PRY⁽³¹⁾. Eles consideraram que, durante a deformação, formavam-se sucessivos anéis de discordâncias ao redor dos precipitados, no plano de escorregamento; a sobretensão ("back stress") correspondente a estes anéis exigiria tensões crescentes para a operação de fontes de discordâncias. A expressão deduzida para descrever o encruamento foi:

$$\tau_h = 3 N G' F^{3/2} / r + \tau'_h$$

onde : τ_h é a tensão de cisalhamento para se continuar a deformação; N é o número de anéis de discordâncias, F é a fração volumétrica dos precipitados, r é o raio dos precipitados, τ'_h é o endurecimento devido a outras causas e G' é o módulo de rigidez.

Todavia, DEW-HUGHES e ROBERTSON⁽³²⁾, utilizando esta expressão para 7% de deformação por cisalhamento, para monocristais de Al-Cu super envelhecidos, mostraram que ela não era adequada e propuseram outra expressão, de acordo com seus resultados experimentais, modificando o fator $F^{3/2}$ para F .

ASHBY⁽³³⁾ mostrou que a teoria de FISHER, HART e PRY é razoável somente para deformações menores que 2% em cisalhamento e discutiu⁽³⁴⁾ de um modo geral, a criação de discordâncias nos casos em que matriz e precipitado não se deformam igualmente.

Ele mostrou que, se uma fase dispersa, na forma de pequenas partículas, deforma-se menos que a matriz (ou não se deforma) ocorrem gradientes de deformação dentro do material.

Para acomodar gradientes de deformação impostos pela microestrutura em materiais "plasticamente não homogêneos" discordâncias "geometricamente necessárias" são armazenadas na matriz, próximas aos precipitados. São para baixas deformações, condição em que a densidade de discordâncias geometricamente necessárias é menor⁽³⁴⁾, a teoria desenvolvida por FISHER, HART e PRY seria válida.

Dois tipos de arranjos de discordâncias geomêtricamente necessãrias são esquematizadas na figura 1. A figura 1a mostra um elemento de volume do cristal não deformado contendo uma inclusão indeformãvel de segunda fase. Na figura 1b, a inclusão é hipotêticamente removida e o cristal é cilindrado uniformemente; como a inclusão é indeformãvel, o buraco tem que ter sua forma restaurada para recolocar a inclusão. As figuras 1c e 1d mostram a restauração da forma original através de anêis de cisalhamento, respectivamente nos sistemas primãrios e secundãrios.

Note-se que este processo leva a curvatura local do reticulado na matriz nesta região. Curvatura local é um fator que favorece a formação de regiões recristalizadas ⁽³⁵⁾.

Nas figuras 1e e 1f a restauração se dá pela formação de anêis prismãticos de discordâncias, que não levam a curvatura local do reticulado, mas são susceptíveis de rearranjos do tipo recuperação.

A forma e o tamanho das partículas são importantes na determinação dos tipos de arranjos de discordâncias formados, na deformação, ao redor dos precipitados. Em dispersões com partículas equiaxiais menores que 3000Å os arranjos do tipo 1e e 1f são preferidos e os arranjos do tipo 1c e 1d se dão preferencialmente em partículas maiores que 5000Å e não equiaxiais, por exemplo plaquetas ⁽³⁵⁾.

Quanto à densidade de discordâncias, RUSSEL e ASHBY ⁽³⁶⁾, trabalhando com monocristais Al-Cu envelhecidos, mostraram que a densidade de discordâncias das ligas contendo dispersão de precipitados era tanto maior quanto menor o espaçamento entre precipitados. O efeito se acentuava à medida que a deformação aumentava, devido às discordâncias geomêtricamente necessãrias.

Quanto à subestrutura de deformação, GOODRICH e ANSELL ⁽³⁷⁾ mostraram que quanto mais fina a distribuição de precipitados maior a deformação necessãria para a formação de cêlulas, todavia o tamanho de cêlula era menor.

DOHERTY e MARTIN ⁽²⁷⁾ usando a expressão de DEW-HUGHES e ROBERTSON ⁽³²⁾ sugeriram que, para uma dada deformação, a energia armazenada na

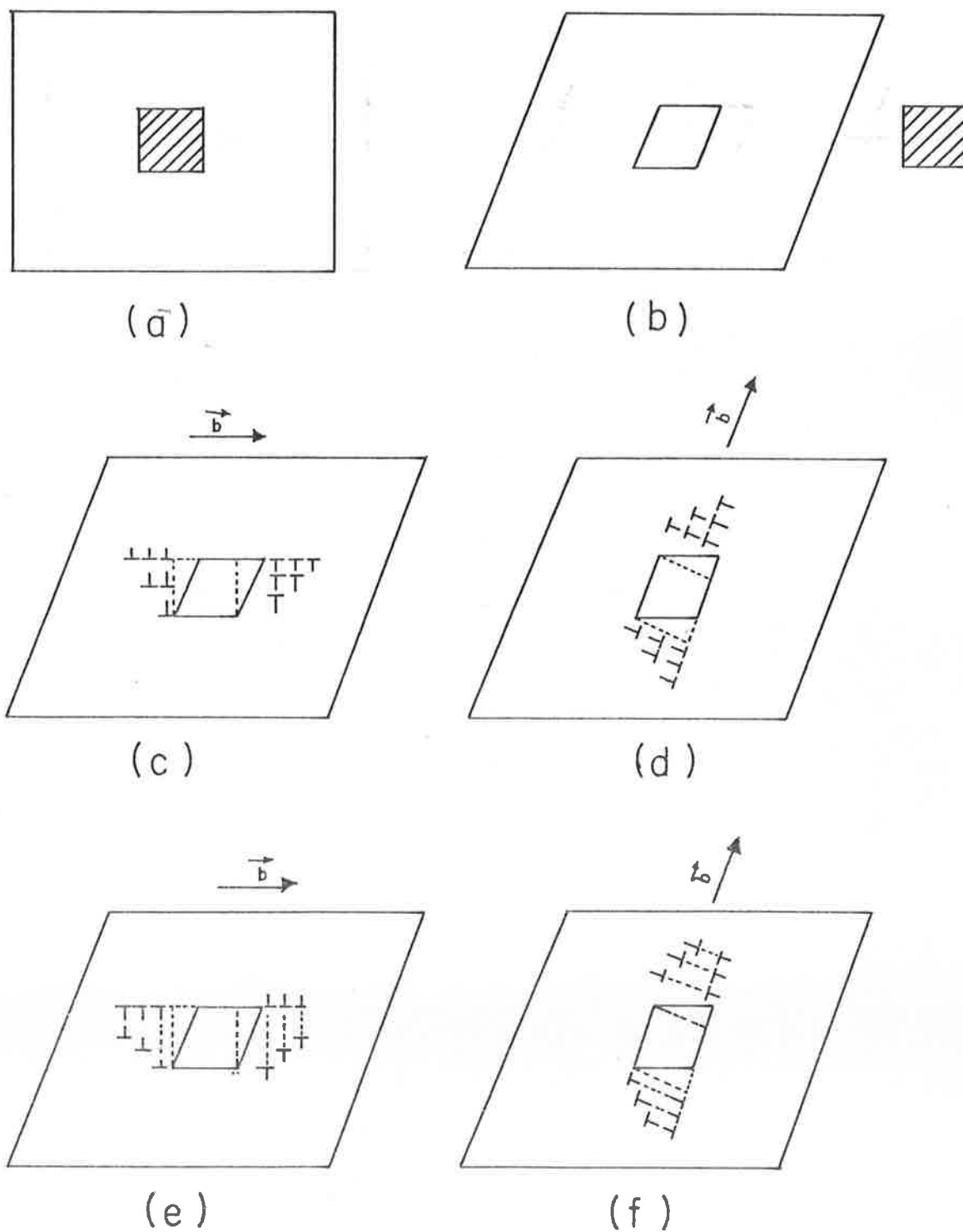


FIG. 1 - Arranjos de discordâncias Geométricamente necessárias (ref. 34 e 35)

deformação a frio e, portanto, o potencial termodinâmico para recristalização, pode ser dado por uma expressão do tipo:

$$\Delta P = K' + K'' F/r \quad (\text{eq.11})$$

onde K' e K'' são constantes, F é a fração volumétrica dos precipitados e r é o raio dos mesmos. Segundo esta expressão, para uma dada deformação, quanto mais fina a dispersão de precipitados maior a energia armazenada na deformação e portanto maior o potencial termodinâmico para recristalização.

I.3.1.2 - RECUPERAÇÃO

Os estudos de recristalização em ligas com dispersão de precipitados tem dado pouca atenção aos processos de recuperação, os quais podem ocorrer competitivamente com a recristalização.

Nestas ligas, além dos processos normais de recuperação, comum aos metais puros e soluções sólidas, podem ocorrer processos de recuperação envolvendo os arranjos de discordâncias geomêtricamente necessárias junto aos precipitados.

Trabalhos de deformação plástica⁽³⁸⁾ em ligas oxidadas internamente mostraram que o endurecimento por deformação devido a dispersão de partículas de óxidos em cobre, sofre relaxação com o tempo, mesmo à temperatura ambiente. ASHBY⁽³⁴⁾ propõe que, provavelmente, este efeito seja típico de ligas endurecíveis por dispersão. Tal relaxação se manifesta de duas maneiras: (i) através de uma taxa de encruamento marcadamente diferente quando cristais idênticos são testados a temperaturas diferentes ou (ii) quando o ensaio é interrompido, há um abaixamento da tensão necessária para se continuar a deformação, na reaplicação da carga.

HIRSCH e HUMPHREYS⁽³⁹⁾ utilizando microscopia eletrônica de transmissão mostraram que a redução na taxa de encruamento está associada com uma grande redução na densidade de anéis. As observações indicam que os anéis geomêtricamente necessários são removidos, por processos de difusão, mais facilmente que as discordâncias estatisticamente armazenadas.

Os arranjos das discordâncias dos anéis geomêtricamente necessários, sejam eles de cisalhamento ou prismáticos, são diferentes dos arranjos de discordâncias encontrados em soluções sólidas encruadas.

Como pode ser visto na figura 2, os dois lados do anel de cisalhamento, ou os dois anéis prismáticos de sinais opostos, são separados por uma distância pequena e bem definida, ou seja o diâmetro da partícula. A difusão de átomos de um lado para o outro da partícula causa ascensão de anéis de cisalhamento e aniquilação por escorregamento (fig. 2a) ou contratação - concomitante de dois anéis prismáticos, situados em lados opostos da partícula (fig. 2b). ASHBY⁽³⁴⁾ lembra ainda que este processo pode ocorrer a baixas temperaturas porque o potencial termodinâmico para difusão é alto, a distância de difusão é pequena e existem caminhos de alta difusividade pela interface matriz-precipitado.

O tamanho e a forma das partículas tem um papel importante nestes processos de recuperação.

Quanto ao tamanho, EBERLING e ASHBY⁽⁴⁰⁾ mostraram que, à temperatura ambiente, o encruamento em monocristais de cobre com dispersões de sílica de diâmetro aproximadamente de 1000Å era estável. De outro lado JONES⁽³⁸⁾ mostrou que em monocristais de cobre contendo partículas de óxido de Berílio com cerca de 100Å , o encruamento era instável à temperatura ambiente.

Quanto à forma, arranjos de discordâncias geomêtricamente necessárias ao redor de partículas cuja geometria imponha percursos de difusão maiores, são em geral mais resistentes à recuperação.

I.3.1.3 - NUCLEAÇÃO

Existem várias evidências experimentais^(27,29,30,41,42) de recristalização nucleada junto a precipitados ou inclusões.

Duas condições tem que ser satisfeitas para que uma dispersão de precipitados favoreça a nucleação:

i) tamanho e forma dos precipitados: conforme foi mencionado em tópico anterior (I.3.1.1), arranjos de discordâncias na matriz encruada, que favoreçam a nucleação, ocorrem preferencialmente junto a partículas não equiaxiais e maiores que 5000Å ⁽³⁵⁾.

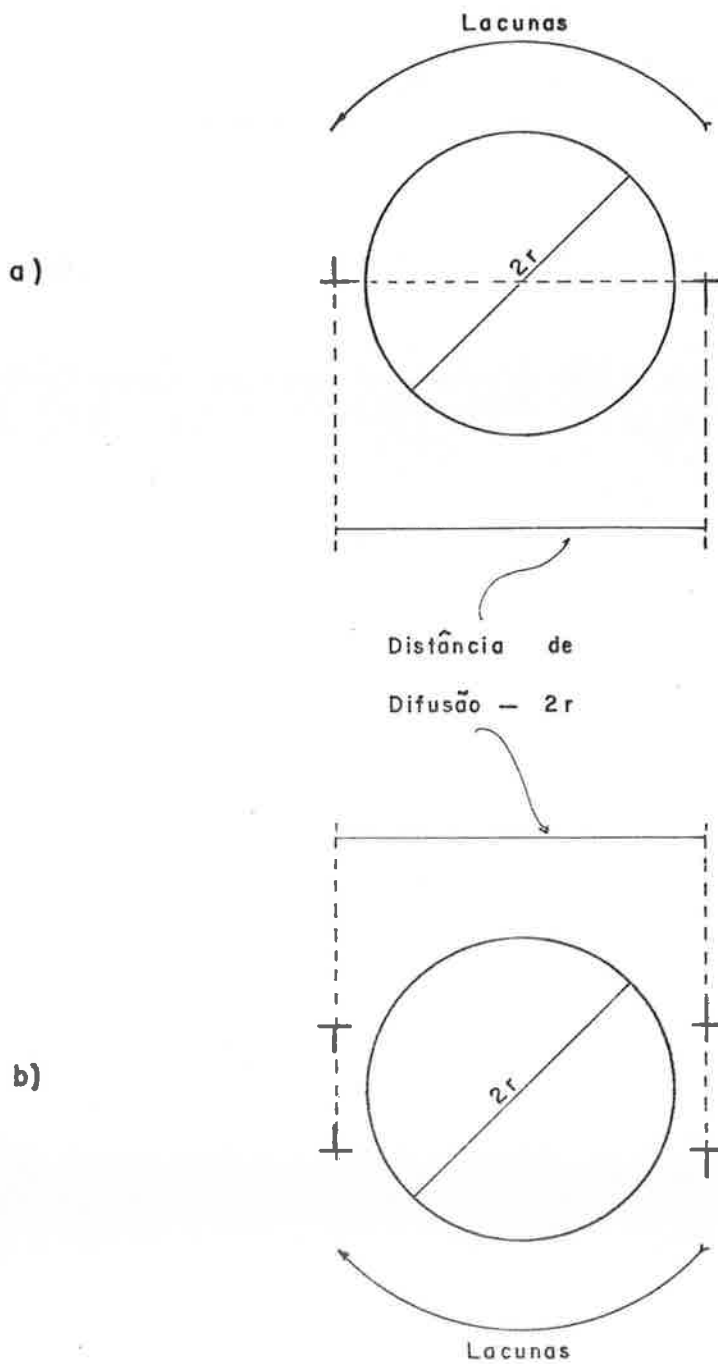


Fig. 2 Um fluxo de lacunas da direita para esquerda causa em a) ascensão ("climb") e aniquilamento por escorregamento do anel de cisalhamento e em b) a contração dos anéis prismáticos. A distância de difusão é proporcional a $2r$ e a área através da qual a difusão ocorre é proporcional a r^2 (ref.34)

ii) distância entre precipitados: existe uma distância mínima entre precipitados abaixo da qual os subcontornos são bloqueados antes de migrarem o suficiente para se transformarem em contornos de alta energia com alta mobilidade⁽⁴³⁾.

DOHERTY e MARTIN^(27,28,29,30), na explicação dos seus resultados sã consideram a condição ii) , isto ẽ, o espaçamento entre precipitados. Todavia, analisando-se as dispersões em que a recristalização foi acelerada, naqueles trabalhos, constata-se que as duas condições foram satisfeitas.

I.3.1.4 - VELOCIDADE DE MIGRAÇÃO DE INTERFACES

Em ligas com dispersão de precipitados tem-se dois fatores, atuando de maneira oposta, influenciando a velocidade de crescimento das regiões recristalizadas.

De um lado tem-se a energia armazenada na deformação, potencial termodinâmico para recristalização, ao qual a velocidade de crescimento ẽ diretamente proporcional. Por outro lado tem-se a resistência imposta pelos precipitados ẽ migração do contorno, dificultando-a . A velocidade de crescimento depende do balanço entre estes dois fatores; em casos extremos a resistência imposta pelos precipitados pode impedir completamente o crescimento.

O papel da dispersão de precipitados no potencial termodinâmico foi discutido no tópicu referente ẽ energia armazenada na deformação em ligas com dispersão de precipitados (I.3.1.1).

Discute-se a seguir o papel da dispersão de precipitados na força resistente ẽ migração dos contornos.

Os trabalhos recentes sobre a interação entre contorno de alto ângulo e partículas de segunda fase^(44,45) mostram que o tratamento original devido a ZENER⁽⁴⁶⁾ dá um limite inferior para a resistência imposta por partículas ẽ migração dos contornos.

Segundo ZENER, a força que um precipitado esférico exerce

num contorno dificultando seu movimento , pode ser deduzida utilizando-se a figura 3.

Esta força $\bar{\phi}$ é igual a $2\pi r \sigma \cos\theta \cdot \sin\theta$, onde σ é a energia de superfície do contorno. Esta força é máxima para $\theta = 45^\circ$, portanto ;
 $\phi_{\max} = \pi r \sigma$.

Se F é a fração em volume da fase dispersa (supondo partículas esféricas e uniformes de raio r) portanto 1 cm^2 de contorno intercepta $3F/2\pi r^2$ partículas.

Portanto a força resistente total máxima por unidade de área de contorno é:

$$\phi_{\text{total}} = 3\sigma F/2r \quad (\text{eq. 12})$$

A resistência ao movimento de contorno, exercida pelas partículas , é proporcional ao fator F/r .

Conforme foi discutido no item I.3.1.1, quanto mais fina a distribuição de precipitados maior a energia armazenada na deformação e portanto maior o potencial termodinâmico para recristalização (eq.11) e neste aspecto, maior seria a facilidade para o crescimento uma vez que a velocidade de crescimento é diretamente proporcional ao potencial termodinâmico.

De outro lado, a resistência ao movimento do contorno pelos precipitados também é maior para dispersões mais finas (eq. 12).

A partir destes efeitos opostos que a variação na dispersão de precipitados exerce na velocidade de crescimento, DOHERTY e MARTIN propuseram que esta não seria muito afetada pela variação na dispersão de precipitados, cabendo à nucleação um papel preponderante na cinética de recristalização de ligas com dispersão de precipitados.

Avaliando-se a resistência imposta pelos precipitados à migração do contorno, através do tratamento de ZENER (eq.12), tem-se , para $F = 0,01$, $\sigma = 0,3 \text{ J/m}^2$ e $r = 5000 \text{ \AA}$, um valor para a força resistente total máxima de aproximadamente 10^4 N/m^2 , o qual se supõe constante durante a recristalização.

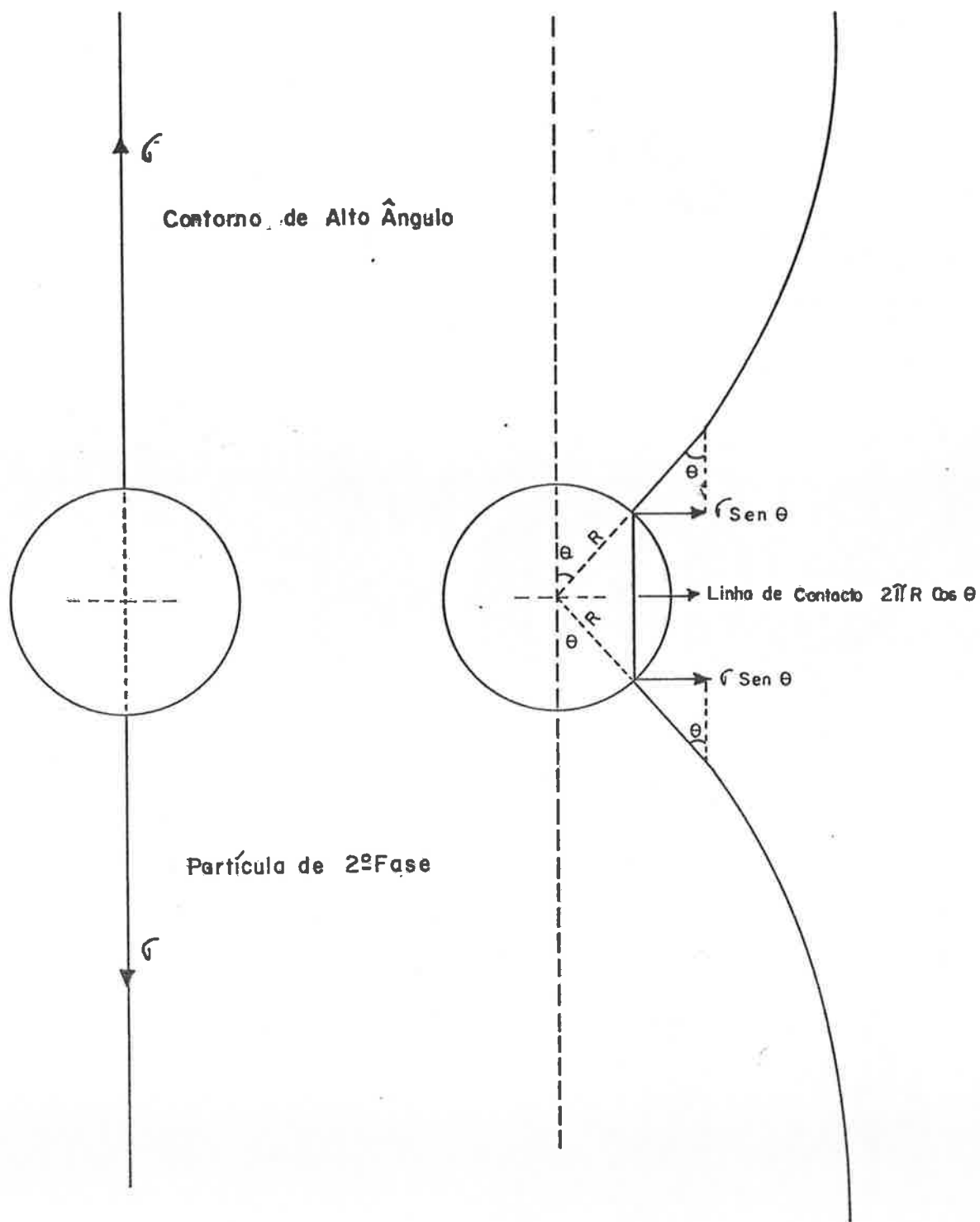


FIG. 3. Interação de Contorno de Alto Ângulo com Partícula de 2ª Fase (Ref. 46)

Calculando-se o potencial termodinâmico para recristalização de um metal deformado, através da expressão⁽⁴⁷⁾ :

$$\Delta P = \rho G' b^2 \quad (\text{eq. 13})$$

onde : ρ é a densidade de discordâncias, G' é o módulo de rigidez, e b é o vetor de Burgers.

Para valores plausíveis ($G' = 10^{11} \text{N/m}^2$, $b = 3 \times 10^{-8} \text{cm}$ e $\rho = 10^{12} \text{cm}^{-2}$) chega-se a um valor de aproximadamente 10^8N/m^2 para a força por unidade de área para migração de contorno. Se ao invés de utilizar-se a equação 13, utilizar-se diretamente o valor anteriormente citado de 121 Joules/átomo grama para a energia armazenada, chega-se a valor ainda maior ($1,21 \times 10^9 \text{N/m}^2$) para esta força.

Uma comparação dos valores obtidos através das equações 12 e 13, mostra claramente que a resistência imposta pelos precipitados pode ter pouca influência na recristalização de ligas com dispersão de precipitados, quando o contorno se move sob ação de alto potencial termodinâmico através dos obstáculos. Uma situação de alto potencial termodinâmico deve ocorrer, por exemplo, com alto grau de deformação e início da recristalização, quando ainda não tenha havido substancial evolução da energia armazenada, devido à recuperação das regiões não recristalizadas.

A medida em que a energia armazenada na deformação diminui, seja através de diminuição do grau de deformação ou através de recuperação das regiões não recristalizadas durante a recristalização, a resistência imposta pelos precipitados tem papel crescentemente importante na cinética de recristalização de ligas com dispersão de precipitados, pois os valores calculados através das equações 12 e 13 podem se tornar comparáveis.

1.4 - OBJETIVO DO TRABALHO

A maioria dos trabalhos de recristalização de ligas com dispersão de precipitados utilizam altos graus de deformação. Nestas condições é razoável que o crescimento tenha um papel secundário na cinética global de recristalização. Para altas deformações a concentração de locais com

altas deformações é grande, e a medida que a distribuição de precipitados permite a formação de um número maior de núcleos, estes núcleos tem que crescer menos para a recristalização se completar.

O trabalho experimental pretende verificar a seguinte hipótese: a medida que a deformação diminui, a velocidade de crescimento tem maior efeito no processo de recristalização em ligas com dispersão de precipitados.

A medida que se diminui a deformação, o número de núcleos sendo menor⁽⁴⁸⁾, as interfaces de alto ângulo formadas tem que migrar distâncias maiores para a recristalização se completar, requerendo para isto mais tempo, durante o qual a recuperação das regiões ainda não recristalizadas pode se processar, diminuindo o potencial termodinâmico e portanto a velocidade de crescimento. Este processo dependendo do grau de deformação e da extensão da recuperação, poderia levar a situações extremas em que a recristalização não se completaria.

A literatura é particularmente pobre em trabalhos sobre a cinética de recristalização de ligas com dispersão de precipitados. A maioria dos trabalhos (27,28,29,30,42) fazem afirmações a respeito da cinética de recristalização a partir de medidas do tamanho do grão final (utilizando expressões muito aproximadas para as velocidades de nucleação e de crescimento) e medidas de micro dureza.

As cinéticas de recristalização no presente trabalho serão determinadas, por metalografia quantitativa, medindo-se parâmetros que permitem determinar: fração volumétrica recristalizada, quantidade de interfaces por unidade de volume entre regiões recristalizadas e não recristalizadas, quantidade de interfaces por unidade de volume entre regiões recristalizadas e velocidade média de migração de interfaces. Com isto pretende-se evitar aproximações grosseiras, fatalmente existentes quando se calculam parâmetros cinéticos através do tamanho de grão final.

A nucleação, neste trabalho, será analisada através da quantidade de interfaces de alto ângulo por unidade de volume, de acordo com a definição moderna⁽⁴⁹⁾ de núcleo de recristalização, a qual conceitua nucleação em recristalização como a formação de interfaces de alto ângulo e portanto, de alta mobilidade.

Tendo em vista o uso extensivo de medidas de microdureza para determinação de cinéticas de recristalização, serão feitas medidas de microdureza em todas as amostras, as quais serão comparadas com as respectivas cinéticas de recristalização determinadas metalograficamente, visando verificar a potencialidade daquele ensaio para determinação de cinética de recristalização.

A introdução teórica desenvolvida no capítulo I será utilizada na discussão dos resultados no sentido de explicar a cinética observada. Neste sentido convém lembrar que a maioria dos modelos apresentados na introdução tem caráter local e as determinações metalográficas utilizadas na observação da cinética de recristalização são medidas do comportamento global médio dos corpos de prova. De outro lado, as experiências do presente trabalho limitam-se a observação por microscopia ótica que não permite a observação direta dos defeitos cristalinos.

I.5 - A LIGA ESCOLHIDA PARA AS EXPERIÊNCIAS

A liga escolhida para as experiências foi uma liga de alumínio da série 3000, contendo essencialmente Al, Mn, Fe e Si.

Dois motivos principais levaram à escolha desta liga para o presente trabalho:

- i) Estas ligas praticamente não apresentam crescimento de grão após a recristalização, devido a resistência imposta pelos precipitados à migração dos contornos. Desta maneira o conhecimento da cinética de recristalização, e particularmente das variáveis que influem no tamanho de grão recristalizado, se tornam importantes como meio de controle do tamanho de grão.
- ii) Outro aspecto que justifica a escolha desta liga, para estudo de recristalização, é a importância da estabilidade térmica da estrutura encruada pois esta liga é endurecível por deformação. Neste aspecto o conhecimento de condições em que a recristalização é dificultada, mantendo-se as propriedades do material encruado, se revestem de importância.

As fases que ocorrem na microestrutura das ligas Al-Mn-Fe-Si serão discutidas a seguir.

SPERRY⁽⁵⁰⁾, trabalhando com uma liga da série 3000 de composição bastante similar à utilizada neste trabalho, mostrou que, embora a liga seja quaternária, pode-se usar um sistema de três componentes, Al-Mn-Si, para interpretação da microestrutura, por que as fases presentes no sistema Al-Mn-Fe-Si, nas composições das ligas da série 3000, são as mesmas presentes no sistema Al-Mn-Si.

Tais fases são quatro:

- 1- A solução sólida de Mn, Fe e Si no Alumínio
- 2- $Al_6(Mn, Fe)$, com estrutura cristalina ortorrômbica, apresentando-se na estrutura bruta de fusão como prisma alongados (paralelogramos quando seccionados). Sua cor varia de cinza claro ao escuro quando visto sob polarizadores cruzados. Esta fase pode ter o manganês substituído até 50% (em átomos) pelo Fe⁽⁵¹⁾.
- 3- Al(Mn, Fe)Si, com estrutura cristalina cúbica. No estado bruto de fusão, quando proveniente do eutético, aparece na forma de escrita chinesa; não muda de cor quando vista sob luz polarizada.
- 4- Si - é usualmente fácil de ser reconhecido pela sua cor cinza azulado.

Na figura 4, apresenta-se uma seção isotérmica típica do estado sólido do sistema Al-Mn-Si mostrando as fases presentes e a faixa de composições das ligas da série 3000.

Os precipitados enumerados acima tem composição e estrutura cristalina diferentes mas são todos incoerentes, indeformáveis, tendo tamanho semelhantes, quando a liga é submetida a recozimento prolongado. Portanto, para efeito de deformação plástica e recristalização, neste trabalho, eles não serão diferenciados. A liga será considerada como uma solução sólida contendo precipitados incoerentes e indeformáveis.

Quanto à aplicação, estas ligas preenchem o vazio entre o alumínio comercialmente puro e as ligas de alumínio de alta resistência, desde que a adição de manganês proporciona aumento na resistência à tração, causando uma redução somente ligeira na ductilidade. A resistência à corrosão também é melhor que a das ligas Al-Fe-Si (alumínio comercialmente puro)^(52,53).

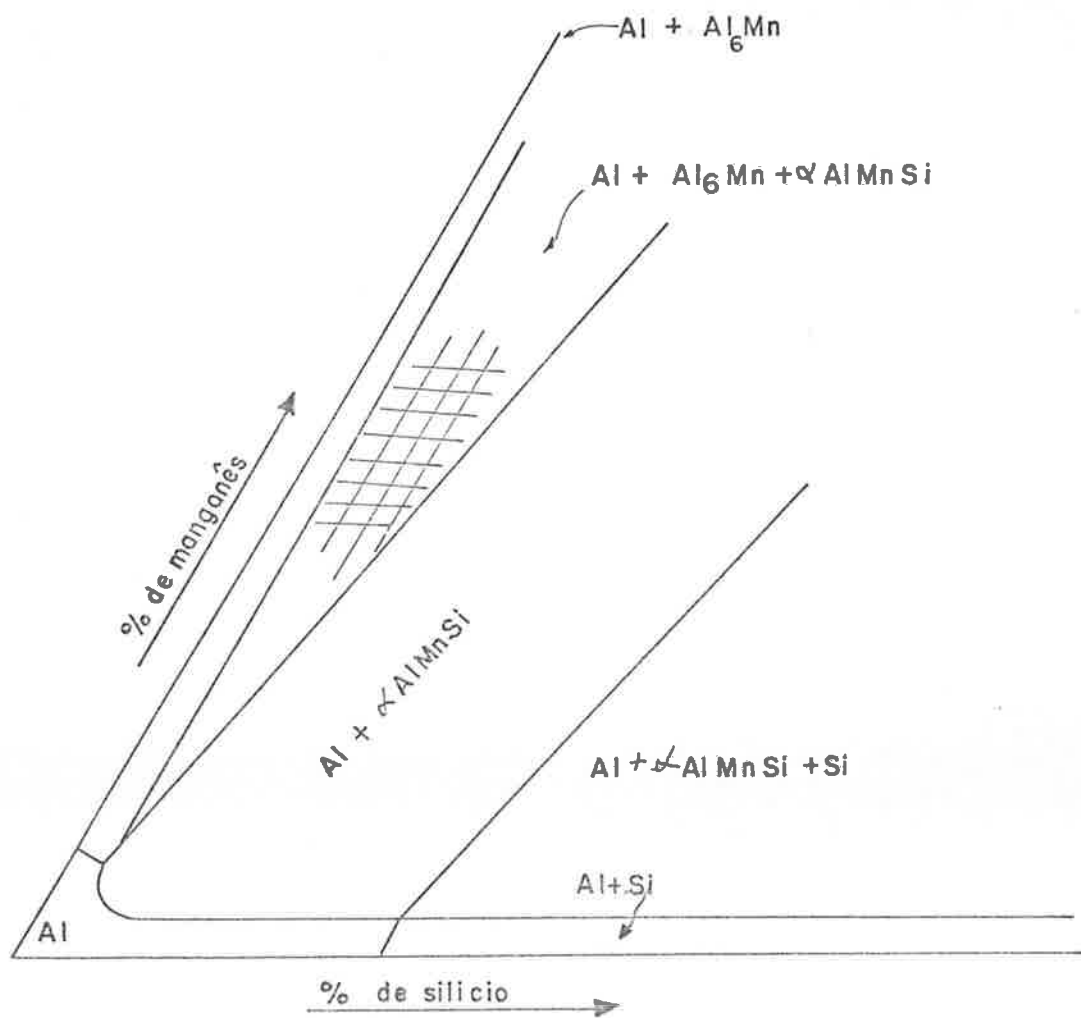


Fig. 4 - Secção isotérmica esquemática do sistema Al-Mn-Si, mostrando a distribuição das fases no estado sólido. A região hachurada representa a faixa de composições das ligas 3000 (ref.50)

CAPÍTULO II - MATERIAL E TÉCNICA EXPERIMENTAL

II.1 - MATERIAL

A liga utilizada tem a seguinte composição em peso: Al , 0,90% de Mn, 0,63% de Fe, 0,19% de Si, 0,14% de Cu, 0,014% de Ti e outros elementos em teores menores que 0,01%.

Além dos elementos discutidos na introdução, a liga apresenta cobre, que, neste teor, deve ficar em solução sólida, e titânio, adicionado como refinador de grão na solidificação.

As amostras foram recebidas na forma de chapas, laminadas a quente, com 6mm de espessura e oferecidas graciosamente pela ALCAN ALUMÍNIO DO BRASIL S.A.

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

As amostras, recebidas no estado laminado a quente, foram estabilizadas a 400°C por 8 horas, seguidas de resfriamento em água.

II.2 - DEFORMAÇÃO

As amostras foram deformadas à temperatura ambiente por laminação.

A direção de laminação escolhida foi a transversal àquela que a chapa foi laminada pelo fabricante, para distribuir melhor os precipitados. Procurou-se utilizar reduções padronizadas para todos os passes de laminação, de modo a se ter a mesma velocidade de deformação, para todas as amostras.

A porcentagem de deformação será designada pela porcentagem de redução em espessura, % R., sendo

$$\%R = \frac{e_i - e_f}{e_i} \times 100, \quad (\text{eq. 14})$$

onde: e_i é a espessura inicial e e_f é a espessura final.

As amostras estabilizadas a 400°C sofreram os seguintes graus de redução : 72,7%; 50,0%; 41,2% e 34,4% .

II.3- TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos térmicos de recristalização foram realizados a 400°C em banho de sal fundido, que propicia um rápido aquecimento até a temperatura desejada, assim como homogeneidade de temperatura.

O sal utilizado foi uma mistura de nitrato de potássio e nitrato de sódio , na proporção 1:1 .

Todos tratamentos térmicos foram acompanhados com termopar localizado próximo às amostras.

II.4- PREPARAÇÃO METALGRÁFICA

Após polimento mecânico, até a lixa 600, as amostras foram polidas eletroliticamente. O polimento eletrolítico foi feito em um aparelho DISA-ELECTROPOL. As condições de polimento foram:

Catodo: aço inoxidável
 eletrólito: 700 ml de álcool etílico
 120 ml de água destilada
 100 ml de butil glicol
 68 ml de ácido perclórico (70%)
 densidade de corrente: 1, 3 A/cm²
 tempo: 40 segundos.

Após polimento eletrolítico as amostras sofreram dois tipos de tratamento superficial: (i) ataque químico para revelação da estrutura da liga e (ii) anodização visando a revelação da estrutura de recristalização sob luz polarizada.

Para revelação da estrutura da liga (distribuição, tamanho e forma dos precipitados) utilizou-se o seguinte ataque químico:

200 ml de água destilada
1 ml de ácido fluorídrico (48%)
tempo: 30 segundos.

A anodização para revelar as estruturas dos grãos, de deformação e de recristalização incompleta sob luz polarizada foi efetuada em um aparelho DISA-ELECTROPOL nas seguintes condições:

Catodo: aço inoxidável
densidade de corrente: $0,20 \text{ A/cm}^2$
tempo : 60 segundos.

O eletrólito utilizado foi o proposto por BARKER⁽⁵⁴⁾:

4,5 ml de ácido fluobórico
200 ml de água destilada.

Com relação ao comportamento sob luz polarizada, as superfícies de corpos de prova podem ser divididas em dois tipos: isotrópicas e anisotrópicas.

Quando um corpo de prova policristalino de material óticamente anisotrópico é analisado sob luz polarizada, cada grão do material aparece com uma determinada cor, para uma dada posição da platina rotativa. A razão deste comportamento é que as propriedades óticas de uma superfície óticamente anisotrópica varia com as direções cristalográficas⁽⁵⁵⁾. Após a deformação, mesmo dentro de um mesmo grão, não setem uma cor homogênea como no caso das regiões recristalizadas, uma vez que devido a deformação,

os grãos apresentam regiões que sofreram rotação em relação à vizinhança. Este efeito, possibilita a identificação e quantificação das regiões recristalizadas e não recristalizadas.

Os metais anisotrópicos óticamente são geralmente os não cúbicos. As superfícies dos metais cúbicos sendo óticamente isotrópicas podem se tornar óticamente ativas sob luz polarizada de duas maneiras ⁽⁵⁶⁾: através de ataque da superfície dos grãos ou através da deposição de uma película epitaxial na superfície do material, a qual se comporta anisotrópicamente. Esta película além de comportar-se anisotrópicamente, tem uma relação de orientação definida com o metal base, possibilitando seu estudo sob luz polarizada a exemplo dos metais não cúbicos. No caso de ligas de alumínio, a camada epitaxial é produzida facilmente por oxidação anódica.

As amostras foram examinadas em um microscópio ótico ZEISS modelo ULTRAPHOT II.

II.5- METALOGRAFIA QUANTITATIVA

II.5.1- FRAÇÃO VOLUMÉTRICA RECRISTALIZADA (X)

Para determinação da fração volumétrica recristalizada utilizou-se o método de contagem por pontos; este método é o mais indicado para esta medida, pois requer um menor número de medidas, comparado com outros métodos, para um mesmo erro amostral ⁽⁵⁷⁾.

O procedimento para determinação da fração volumétrica recristalizada, segundo este método, consiste na superposição da microestrutura a ser quantificada com um reticulado quadriculado. Isto foi feito no próprio microscópio utilizando-se oculares com reticulado impresso. A seguir contava-se o número de interseções do reticulado quadriculado incidentes na região desejada (N_i) e, conhecendo-se o número total de interseções do reticulado (N_t), calcula-se a fração volumétrica recristalizada (X) através da equação:

$$X = \frac{N_i}{N_t} \quad (\text{eq. 15})$$

O reticulado escolhido (N_0 total e espaçamento das interseções) e o aumento utilizado foram tais que o número de interseções incidentes em cada região recristalizada (para $X < 0,5$) ou nas regiões não recristalizadas (para $X > 0,5$), não excedessem em muito a unidade ⁽⁵⁷⁾. Fez-se cerca de 20 determinações ao acaso para cada amostra.

Os valores da fração volumétrica recristalizada e os respectivos tempos de recozimento foram lançados em gráfico $\ln \ln [1/(1-X)]$ em função de $\ln t$. Caso a cinética de recristalização seja descrita pela equação de Avrami (equação 3), os dados de fração volumétrica recristalizada e tempo de recozimento, lançados desta maneira em gráfico, obedecerão a uma reta, possibilitando a determinação das constantes A e K.

II.5.2- ÁREA INTERFACIAL ENTRE REGIÕES RECRISTALIZADAS E NÃO RECRISTALIZADAS (S_{vrd})

Para determinação de S_{vrd} , área interfacial por unidade de volume da amostra, em mm^2/mm^3 , separando grãos recristalizados dos não recristalizados, utilizou-se o método de contagem de interseções (N_{ij}), daquelas interfaces com uma linha teste aplicada. Este método consiste na superposição da microestrutura a ser quantificada com uma linha teste de comprimento (L_t) conhecido. As linhas testes utilizadas foram circunferências, também impressas na própria ocular. As circunferências foram utilizadas para minimizar erros devidos à anisotropia ⁽⁵⁸⁾.

Medindo-se o número de interseções, N_{ij} , e conhecidos o comprimento (L_t) da linha teste e o aumento (M), determina-se o número de interseções de linha teste com as interfaces por unidade de comprimento de linha teste (P_l), através da equação:

$$P_{\ell} = \frac{N_{ij} M}{L_t} \quad (\text{eq.16})$$

Para se determinar S_{vrd} através de P_{ℓ} usa-se a relação derivada por SMITH e GUTTMAN⁽⁵⁹⁾:

$$S_{vrd} = 2 P_{\ell} \quad (\text{eq.17})$$

Para minimizar os erros, o aumento e os círculos escolhidos eram, sempre que possível, tais que o número de interseções em cada medida fosse maior que 6^(57,58).

II.5.3- ÁREA INTERFACIAL ENTRE REGIÕES RECRISTALIZADA (S_{vrr})

Para determinação de S_{vrr} , área interfacial por unidade de volume da amostra, em mm^2/mm^3 , entre grãos recristalizados utilizou-se procedimento idêntico ao utilizado na determinação da grandeza anterior. Neste caso conta-va-se as interseções da linha teste com as interfaces entre grãos recristalizados.

II.5.4- VELOCIDADE MÉDIA DE MIGRAÇÃO DE INTERFACE (\bar{G})

No presente trabalho, para quantificação do crescimento, utilizou-se a velocidade média de migração de interfaces, como sugerida por CAHN e HAGEL⁽⁶⁰⁾ para estudo de cinética de transformação perlítica e inicialmente utilizada em estudos de recristalização por ENGLISH e BACKOFEN⁽⁴¹⁾ e a seguir por numerosos trabalhos.

Considera-se que a taxa de recristalização seja dada por:

$$\frac{dX}{dt} = \int G dS_{vrd} \quad (\text{eq.18})$$

onde G é a velocidade de crescimento de um elemento de superfície da região recristalizada, isto é, a velocidade com que a interface entre as regiões recristalizada e não recristalizada, move-se normal a ela mesma. Integrando - se sobre todas estas interfaces na unidade de volume da amostra, e se a velocidade de crescimento for constante, a equação 18 torna-se:

$$\frac{dX}{dt} = G S_{vrd} \quad (\text{eq.19})$$

onde S_{vrd} é a área livre, ou não bloqueada, isto é, a área entre as regiões recristalizada e não recristalizada por unidade de volume da amostra.

Se a velocidade de crescimento não for constante, pode-se definir uma velocidade média de crescimento (\bar{G}):

$$\bar{G} = \frac{1}{S_{vrd}} \int G dS_{vrd} \quad (\text{eq. 20})$$

Combinando-se as equações 18 e 20 tem-se:

$$\bar{G} = \frac{dX}{dt} \frac{1}{S_{vrd}} \quad (\text{eq. 21})$$

Para obtenção de \bar{G} para cada instante, adotou-se o seguinte procedimento: obteve-se a grandeza $\frac{dX}{dt}$ graficamente a partir dos dados de X e t , para cada t e para este mesmo instante, tomava-se a grandeza S_{vrd} em mm^2/mm^3 .

Com estas duas grandezas, $\frac{dX}{dt}$ e S_{vrd} , obteve-se \bar{G} , velocidade média de migração de interfaces, através da equação 21, em mm/s , para vários tempos de recozimento.

II.6 - MEDIDAS DE MICRODUREZA

Os ensaios de microdureza Vickers, foram realizados em máquina ZWICK, após polimento eletrolítico, com carga de 200 gramas.

As impressões foram feitas suficientemente espaçadas, de modo a não interferirem mutuamente. Foram feitas, sempre, não menos de 15 impressões, medindo-se as duas diagonais.

A média das duas diagonais, em mm, e a carga aplicada e, kilogramas, eram substituídas na equação:

$$H_V = 1,8544 \frac{Q}{\bar{D}^2} \quad (\text{eq.22})$$

onde: H_V é a dureza Vickers em kg/mm^2 , Q é a carga em kg e \bar{D} é a média das duas diagonais da impressão, em mm.

Em algumas amostras foram feitas até 100 impressões, medindo-se as diagonais e a seguir a amostra era anodizada e levada ao microscópio, associando-se a cada valor da microdureza a região (recristalizada ou não recristalizada) em que ela incidiu. Este método permitiu a avaliação da recuperação das regiões não recristalizadas.

A extensão da recuperação através das medidas de microdureza foi, em alguns casos, avaliada através da porcentagem de amolecimento, % A sendo:

$$\% A = \frac{H_D - H(t)}{H_D - H_r} \times 100, \quad (\text{eq.23})$$

onde: H_D é a dureza do material deformado, $H(t)$ é a dureza do material após um tempo t de recozimento e H_r é a dureza do material recristalizado.

II.7 - TRATAMENTO ESTATÍSTICO DAS MEDIDAS

A medida mais comum e mais importante do valor central de uma série de dados é a média aritmética, \bar{Y} , ou simplesmente média. A média de j observações: $Y_1, Y_2, Y_3, \dots, Y_j$, é dada por:

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^j Y_i}{j} \quad (\text{eq. 24})$$

O desvio padrão, S , a medida mais comum da dispersão de um determinado universo estatístico foi estimado através da expressão:

$$S = \left[\frac{\sum_{i=1}^j (Y_i - \bar{Y})^2}{j - 1} \right]^{1/2}$$

Calcularam-se a média e o desvio padrão para as seguintes grandezas medidas por metalografia quantitativa: fração volumétrica recristalizada, quantidade de interfaces entre regiões recristalizada e não recristalizada por unidade de volume, quantidade de interfaces entre regiões recristalizadas por unidade de volume. Destas grandezas deduziram-se as outras apresentadas nas tabelas e gráficos. Para determinação dos valores médios destas grandezas, foram feitas cerca de 20 observações, ao acaso, em cada amostra.

Os valores de microdureza apresentados em tabelas e gráficos representam a média de pelo menos 15 impressões, e são acompanhadas dos respectivos desvios padrões.

CAPÍTULO III - RESULTADOS EXPERIMENTAIS

III.1 - CARACTERIZAÇÃO INICIAL DAS AMOSTRAS

As amostras recebidas foram recozidas 8 horas a 400°C e resfriadas em água, visando eliminar possíveis resquícios de coerência dos precipitados e de deformação proveniente da laminação a quente, assim como estabilizar a liga a esta temperatura, evitando-se precipitação ou dissolução de precipitados durante a recristalização, visto que a recristalização será estudada também a 400°C. As amostras estabilizadas apresentaram, antes de sofrer deformação, tamanho de grão 0,653 mm, medido pelo método de interseção⁽⁵⁸⁾.

Estas amostras apresentaram dureza Vickers 30,2 kg/mm². Este valor será utilizado como dureza do material recristalizado, no cálculo da porcentagem de amolecimento (eq. 23).

III.2 - FRAÇÃO VOLUMÉTRICA RECRISTALIZADA

III.2.1- AMOSTRAS DEFORMADAS 72,7% .

Para esta deformação a recristalização já havia se completado ($X = 1,0$) em 30 segundos, tornando-se impraticável determinar a cinética de recristalização em tempos tão pequenos. Nestas condições ainda, o tempo de aquecimento representa uma fração apreciável do tempo total de tratamento.

III.2.2- AMOSTRAS DEFORMADAS 50,0%

Na tabela I, a seguir, são apresentados os resultados de fração volumétrica recristalizada para os vários tempos de recozimento a 400°C. Os dados da tabela I, encontram-se lançados em gráfico $\ln \ln[1/(1-X)]$ em função de $\ln t$, na figura 5, onde também estão lançados as mesmas grandezas para as amostras deformadas 41,2% e 34,4% .

TABELA I - Fração volumétrica recristalizada em função do tempo de recozimento

tempo (s)	$\ln t$	X	S(X)	$\ln \ln [1/(1-X)]$
10	2,30	0	-	-
20	3,00	0,07	0,011	-2,58
32	3,47	0,32	0,026	-0,95
40	3,69	0,53	0,023	-0,28
60	4,09	0,91	0,019	0,88
10.800	9,29	0,93	0,021	0,96
20.520	9,93	0,97	0,025	1,21

Pode-se notar na figura 5 que até 60 s ($X = 0,91$) tem-se uma razoável concordância dos valores experimentais de fração volumétrica recristalizada e os previstos por uma equação de Avrami. Para tempos maiores, no caso 10.800 e 20.520 segundos, os dados se afastam completamente da equação de Avrami, sendo que a recristalização não consegue se completar nem em tempos da ordem de 20.000 segundos, remanescendo uma fração volumétrica residual não recristalizada.

A figura 6, mostra uma dessas regiões não recristalizadas. Esta figura consiste numa micrografia obtida em uma amostra recozida 20.520 segundos. Pode-se notar nesta figura a homogeneidade de cor nas regiões recristalizadas e, por outro lado, a não homogeneidade de cor da região não recristalizada. Pode-se notar também na figura 6, a irregularidade das interfaces entre a região não recristalizada e as regiões recristalizadas, a despeito do recozimento prolongado. Esta irregularidade deve-se a presença dos precipitados, pois para longos tempos de recozimento, na ausência de precipitados, seria esperado que estas interfaces atingissem uma forma praticamente plana, de modo a minimizar a energia de interface.

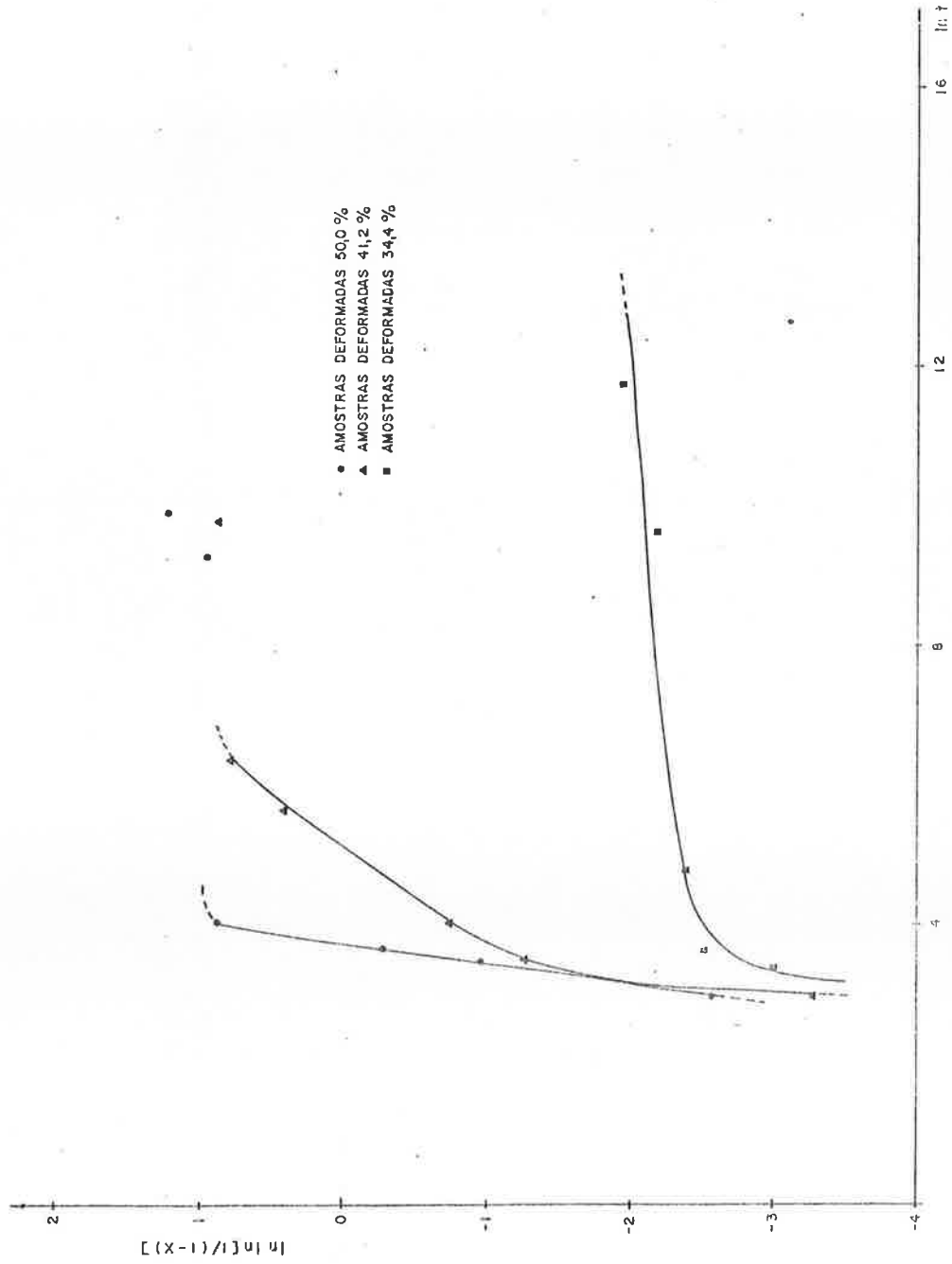


Fig. 5 - Fração volumétrica recristalizada em função do tempo de recozimento

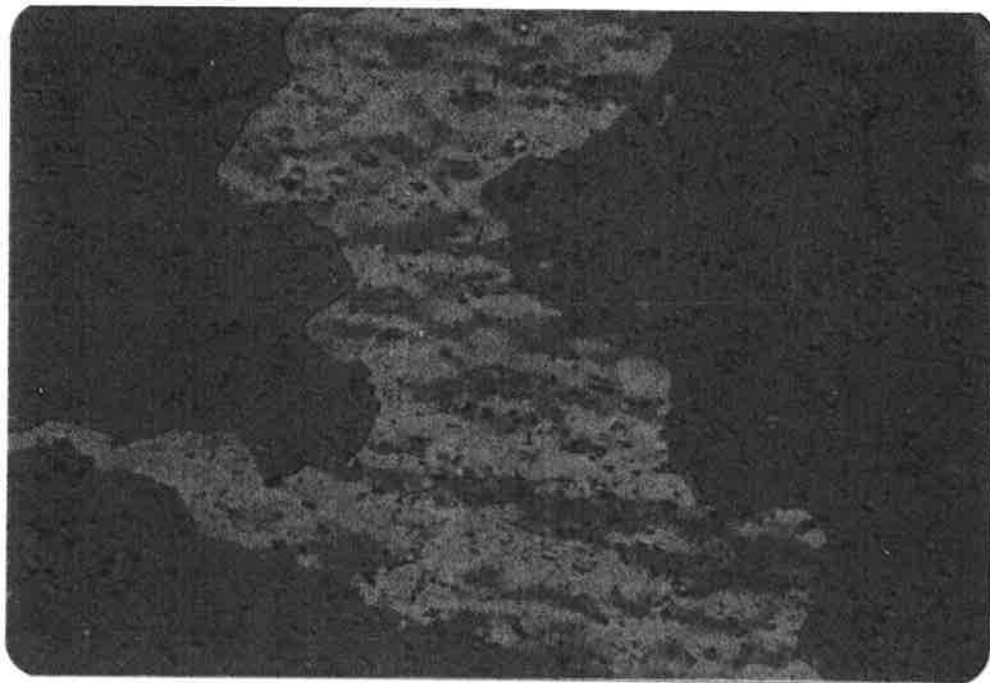


FIG. 6 - Micrografia mostrando região não recristalizada residual após recozimento por 20.520 s a 400°C. Aumento 260 X. Anodizada com HBF_4 . Luz polarizada.

III.2.3- AMOSTRAS DEFORMADAS 41,2%

Na tabela II, são apresentados os dados de fração volumétrica recristalizada para vários tempos de recozimento a 400°C.

TABELA II - Fração volumétrica recristalizada em função do tempo de recozimento

tempo (s)	$\ln t$	X	S(X)	$\ln \ln [1/(1-X)]$
20	3,00	0,04	0,012	-3,27
35	3,55	0,25	0,027	-1,25
60	4,09	0,38	0,027	-0,73
120	4,79	0,54	0,022	-0,24
300	5,70	0,78	0,024	0,42
600	6,40	0,89	0,027	0,78
18.000	9,80	0,91	0,023	0,88

Os dados da tabela II, também encontram-se lançados em gráfico $\ln \ln[1/(1-X)]$ em função de $\ln t$ na figura 5.

Quanto à validade de uma equação de Avrami, para este grau de deformação, observa-se já a partir de 35 segundos ($X = 0,25$) um acentuado desvio das frações recristalizadas medidas e as previstas por uma equação de Avrami, sendo que para frações recristalizadas crescentes o desvio se acentua. Comparando-se estas amostras com as amostras de formadas 50,0%, pode-se dizer que para as amostras deformadas 41,2% o desvio da equação de Avrami inicia em frações recristalizadas menores e é bem mais acentuado, fazendo com que uma equação de Avrami não consiga descrever a recristalização destas amostras. A exemplo das amostras deformadas 50,0%, neste caso também observa-se uma fração volumétrica residual não recristalizada, mesmo para tempos longos de recozimento. Este residual é maior nas amostras deformadas 41,2% do que o presente nas amostras deformadas 50,0%.

III.2.4- AMOSTRAS DEFORMADAS 34,4%

Para esta deformação a fração volumétrica recristalizada, mesmo para tempos de 36 horas, não atinge 15%.

Na tabela III, são apresentados os resultados de fração volumétrica recristalizada para os vários tempos de recozimento a 400°C.

TABELA III - Fração volumétrica recristalizada em função do tempo de recozimento

tempo (s)	$\ln t$	X	S(X)	$\ln \ln[1/(1-X)]$
30	3,40	0,05	0,014	-3,01
40	3,69	0,08	0,015	-2,52
120	4,79	0,09	0,018	-2,38
15.420	9,64	0,11	0,016	-2,17
129.600	11,77	0,13	0,023	-1,96

Os dados da tabela III, também encontram-se lançados em gráfico $\ln \ln[1/(1-X)]$ em função de $\ln t$ na figura 5. Nota-se naquela figura o completo desacordo das frações recristalizadas medidas e o comportamento previsto por Avrami.

- Os dados das tabelas I, II e III ou a figura 5 mostram que :
- i) A medida que se diminui a deformação a recristalização se torna mais lenta.
 - ii) A concordância dos dados com o previsto por Avrami, diminui a medida que se diminui a deformação.
 - iii) Para todas as deformações , exceto 72,7% , remanesceu uma fração volumétrica não recristalizada, a qual era maior quanto menor a deformação.

III.3 - OBSERVAÇÕES SOBRE A MICROESTRUTURA

Os locais de nucleação, para todas as deformações, foram basicamente : nucleação em regiões próximas ao contorno de grão e nucleação no interior do grão. O uso de microscopia ótica não permite pormenorizar mais os locais de nucleação. A figura 7, ilustra estes locais.

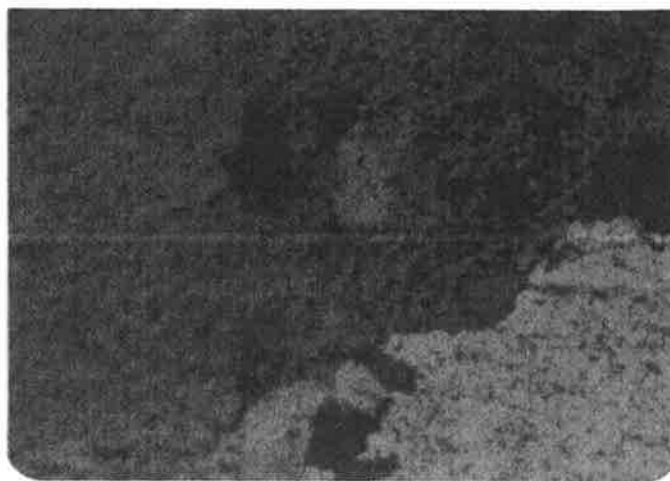


FIG.7 - Micrografia mostrando nucleação no contorno e no interior dos grãos. Aumento 120X . Anodizada com HBF_4 2,5% . Luz polarizada.

Outro aspecto, além da distribuição de núcleos, a ser destacado na figura 7 é que, já para baixas frações recristalizadas, pode ser notado algum bloqueio mútuo entre grãos recristalizados vizinhos. Este fato também poderá ser notado, observando-se os dados referentes a interfaces entre grãos recristalizados em função da fração volumétrica recristalizada.

Quanto a nucleação em regiões próximas ao contorno de grão, ela se deu segundo dois mecanismos: nucleação no contorno, propriamente dita e migração do antigo contorno de grão induzida por deformação ("strain induced grain boundary migration").

A figura 8, ilustra um caso típico de nucleação em região próxima ao contorno de grão, propriamente dita. Esta figura mostra vários grãos deformados e, portanto, não apresentando homogeneidade de cor dentro do mesmo grão e aparecimento, em região próxima a um contorno antigo, de um novo grão recristalizado.

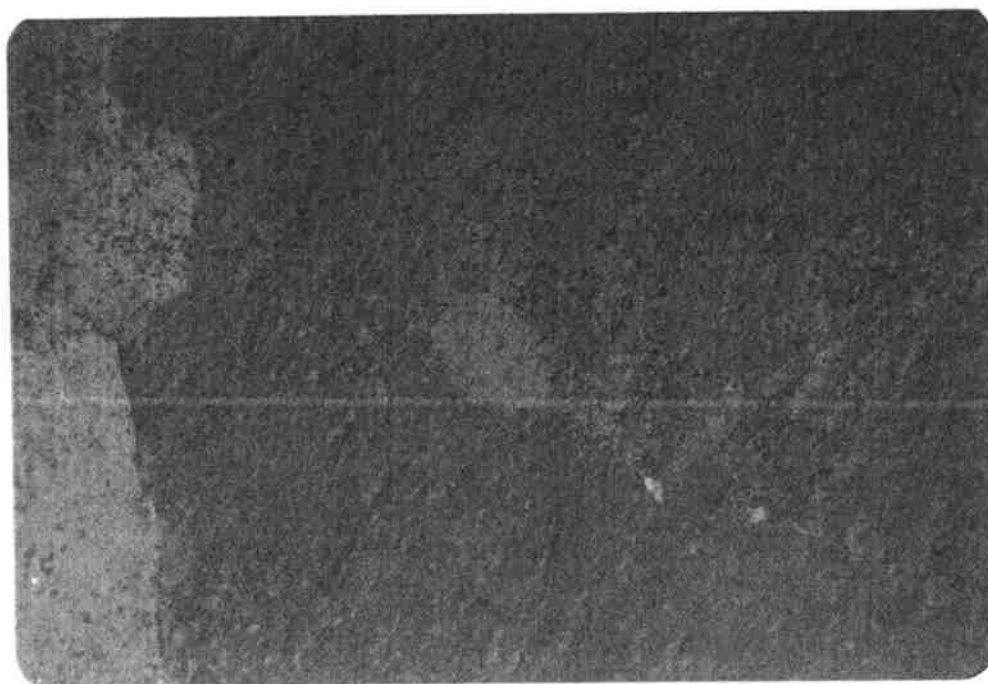


FIG.8 - Micrografia mostrando nucleação de recristalização em regiões próximas ao contorno de grão. Aumento 128X. Anodizada com HBF_4 2,5%. Luz polarizada.

A figura 9, mostra um caso de migração de contorno induzida por deformação.

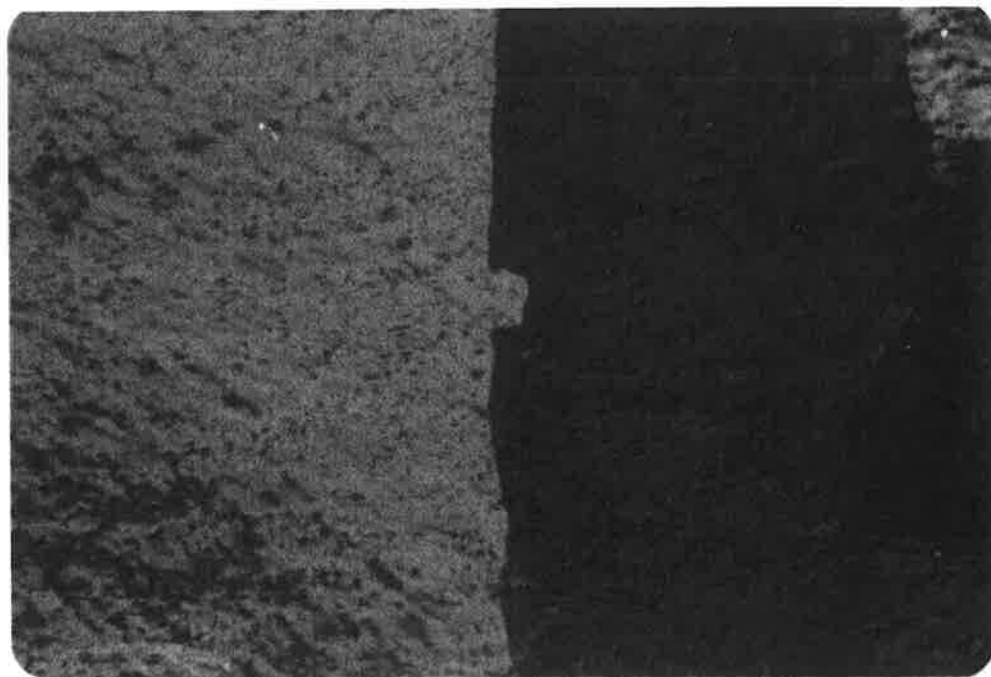


FIG. 9 - Micrografia mostrando migração de contorno induzida por deformação. Aumento 250X . Anodizada com HBF₄ 2,5%. Luz polarizada.

Esta figura mostra dois grãos deformados e uma região do contorno entre estes dois grãos, migrando para o interior de um dos grãos e, deixando atrás de si uma região livre de defeitos , recristalizada. Este mecanismo foi observado com pouca frequência, em todas as deformações.

Quanto à nucleação no interior dos grãos, a figura 10 constitui um exemplo típico. Pode-se notar nesta figura , no interior do

grão deformado, dois novos grãos grandes, com orientações diferentes.

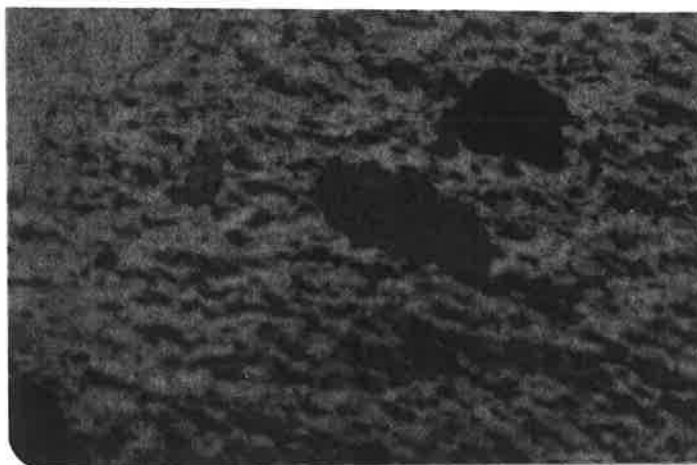


FIG.10 - Micrografia mostrando nucleação no interior do grão. Aumento 164X. Anodizada com HBF_4 2,5%. Luz polarizada.

Ainda com relação à nucleação no interior dos grãos, não foi possível a observação dos estágios iniciais da nucleação, de modo a permitir a associação de um núcleo recristalizado com a presença de um determinado precipitado. Todavia, a figura 11 mostra a presença de novo grão recristalizado, na região de acúmulo de precipitados, contendo inclusive, no seu interior, precipitados maiores. Enquanto as regiões vizinhas pobres de precipitados não apresentam a presença de novos grãos recristalizados, portanto sugerindo que a nucleação no interior dos grãos é favorecida pela presença de precipitados.

A heterogeneidade na distribuição de precipitados, mostrada na figura 11, pode levar à heterogeneidade do tamanho de grão final, conforme mostra a figura 12. Pode-se perceber claramente na figura 12

que as regiões que apresentam presença mais intensa de precipitados, são justamente as que apresentam tamanho de grão menor.



FIG.11- Micrografia mostrando nucleação no interior do grão em região rica em precipitados. Aumento 410X. Anodizada com HBF_4 2,5%. Luz polarizada.

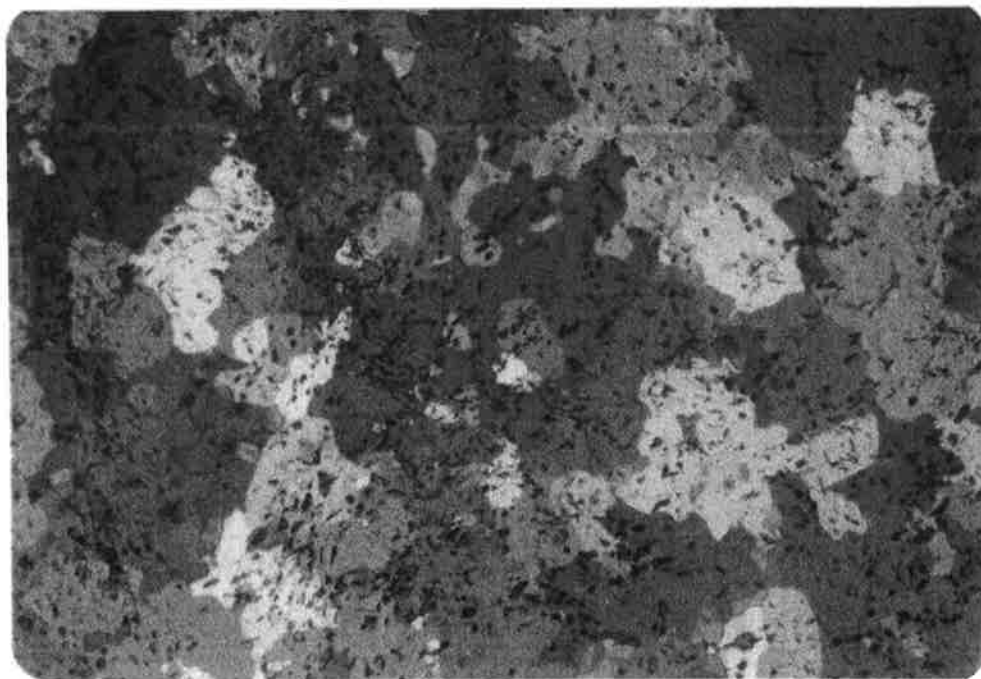


FIG.12- Micrografia mostrando a variação do tamanho de grão recristalizado final com heterogeneidade na distribuição de precipitados. Aumento 128X. Anodizada com HBF_4 2,5%. Luz polarizada.

A análise das micrografias apresentadas mostra que o processo de recristalização é bastante heterogêneo, quanto a distribuição das regiões transformadas (recristalizadas) e, mesmo para frações recristalizadas pequenas conta-se considerável bloqueio mútuo entre grãos recristalizados vizinhos. O número de núcleos será avaliado através da quantidade de contornos de alto ângulo, de acordo com o conceito moderno de núcleo de recristalização e, evitando-se também a necessidade de hipóteses sobre a distribuição e forma dos novos grãos recristalizados.

III.4- QUANTIDADE DE INTERFACES DE ALTO ÂNGULO

III.4.1- AMOSTRAS DEFORMADAS 50,0%

Na tabela IV, são apresentados os dados referentes a quantidade de interfaces entre grãos recristalizados e não recristalizados (S_{vrd}) e interfaces entre grãos recristalizados (S_{vrr}) em função do tempo. Tais dados são medidas da quantidade de interfaces ativas para recristalização e da quantidade de bloqueio mútuo, respectivamente.

TABELA IV - Evolução de interfaces com o tempo de recozimento

tempo (s)	X	$S_{vrd}(\text{mm}^2/\text{mm}^3)$	$S(S_{vrd})$	$S_{vrr}(\text{mm}^2/\text{mm}^3)$	$S(S_{vrr})$
20	0,07	2,98	0,49	1,26	0,33
32	0,32	8,59	0,84	4,76	0,50
40	0,53	8,74	1,02	9,29	0,43
60	0,91	2,56	0,33	20,57	1,62
10.800	0,93	2,53	0,23	20,99	1,49

Os dados da tabela IV, relativos a evolução de interfaces entre regiões recristalizadas e não recristalizadas, em função da fração volumétrica recristalizada, são lançados em gráfico na figura 13. Encontram-se

também nesta figura as mesmas grandezas para as amostras deformadas 42,2%.

A quantidade de interfaces ativas para recristalização (S_{vrd}) é o número de interfaces de alto ângulo por unidade volume que estão migrando, num dado instante; portanto, para uma dada fração recristalizada, S_{vrd} inicialmente cresce com a fração recristalizada, passa por um máximo entre $X = 0,35$ e $0,50$ e, em seguida decresce.

Os dados da tabela IV, relativos a evolução das interfaces entre grãos recristalizados em função da fração volumétrica recristalizada, são lançados em gráfico na figura 14. Encontram-se também nesta figura as mesmas grandezas para as amostras deformadas 41,2%. A quantidade destas interfaces, para uma dada fração volumétrica recristalizada, dá uma medida da quantidade de bloqueio mútuo entre grãos recristalizados; estas interfaces podem ser entendidas também, como interfaces que já migraram. Esta curva é crescente com a fração volumétrica recristalizada e mostra algum bloqueio mútuo mesmo para frações recristalizadas pequenas ($X < 0,10$), conforme ilustra a figura 7.

III.4.2- AMOSTRAS DEFORMADAS 41,2%

Na tabela V, são apresentados os dados referentes a evolução das interfaces entre grãos recristalizados e não recristalizados (S_{vrd}) e interfaces entre grãos recristalizados (S_{vrr}), para esta deformação.

TABELA V- Evolução de interfaces com o tempo de recozimento

Tempo (s)	X	$S_{vrd}(\text{mm}^2/\text{mm}^3)$	$S(S_{vrd})$	$S_{vrr}(\text{mm}^2/\text{mm}^3)$	$S(S_{vrr})$
20	0,04	1,56	0,26	0,12	0,12
35	0,25	6,22	0,54	1,80	0,36
60	0,38	7,89	0,55	3,51	0,33
120	0,54	6,99	0,53	6,60	0,49
300	0,78	3,97	0,36	10,83	0,61
600	0,89	3,41	0,34	-	-
18.000	0,91	3,07	0,27	12,68	0,81

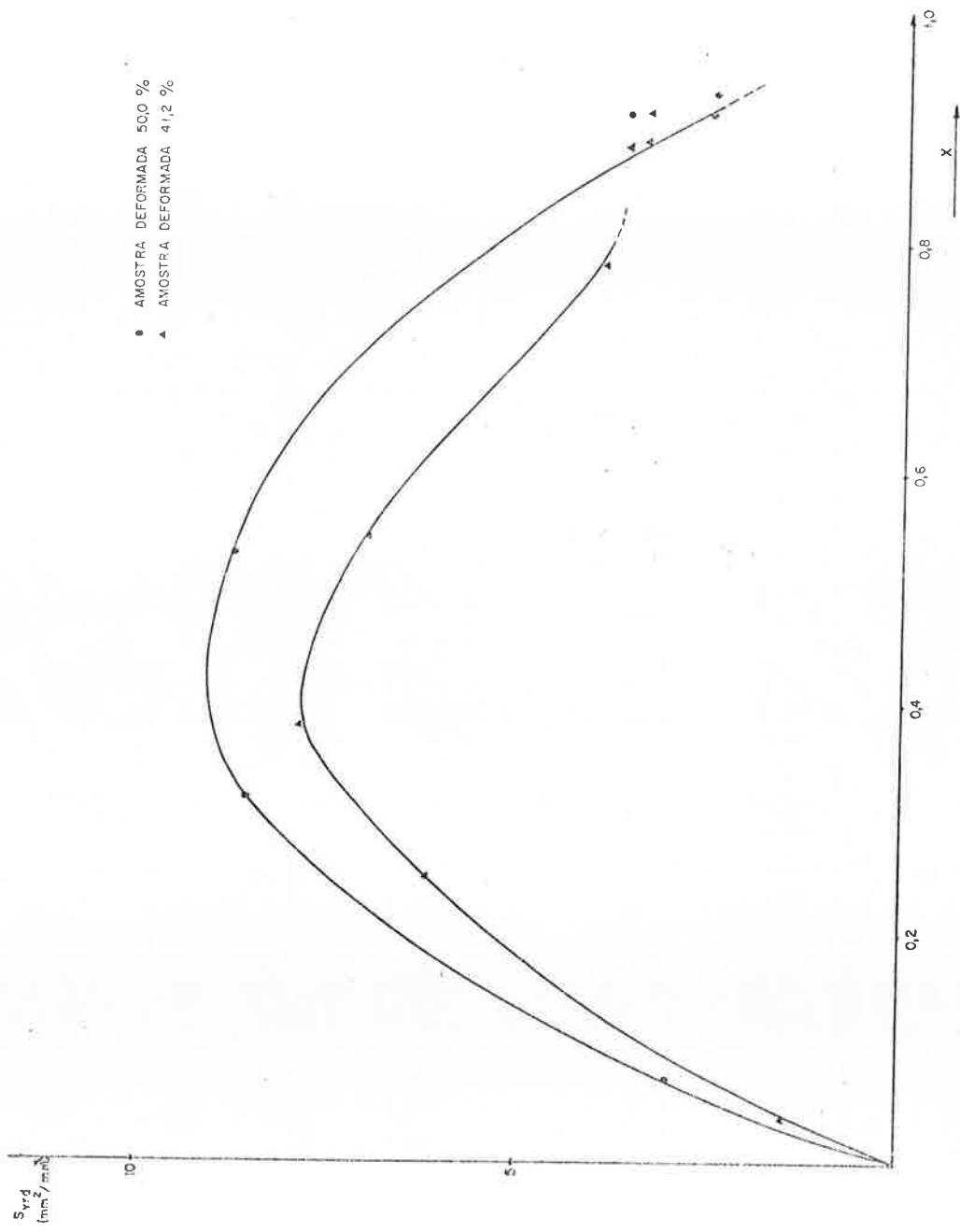
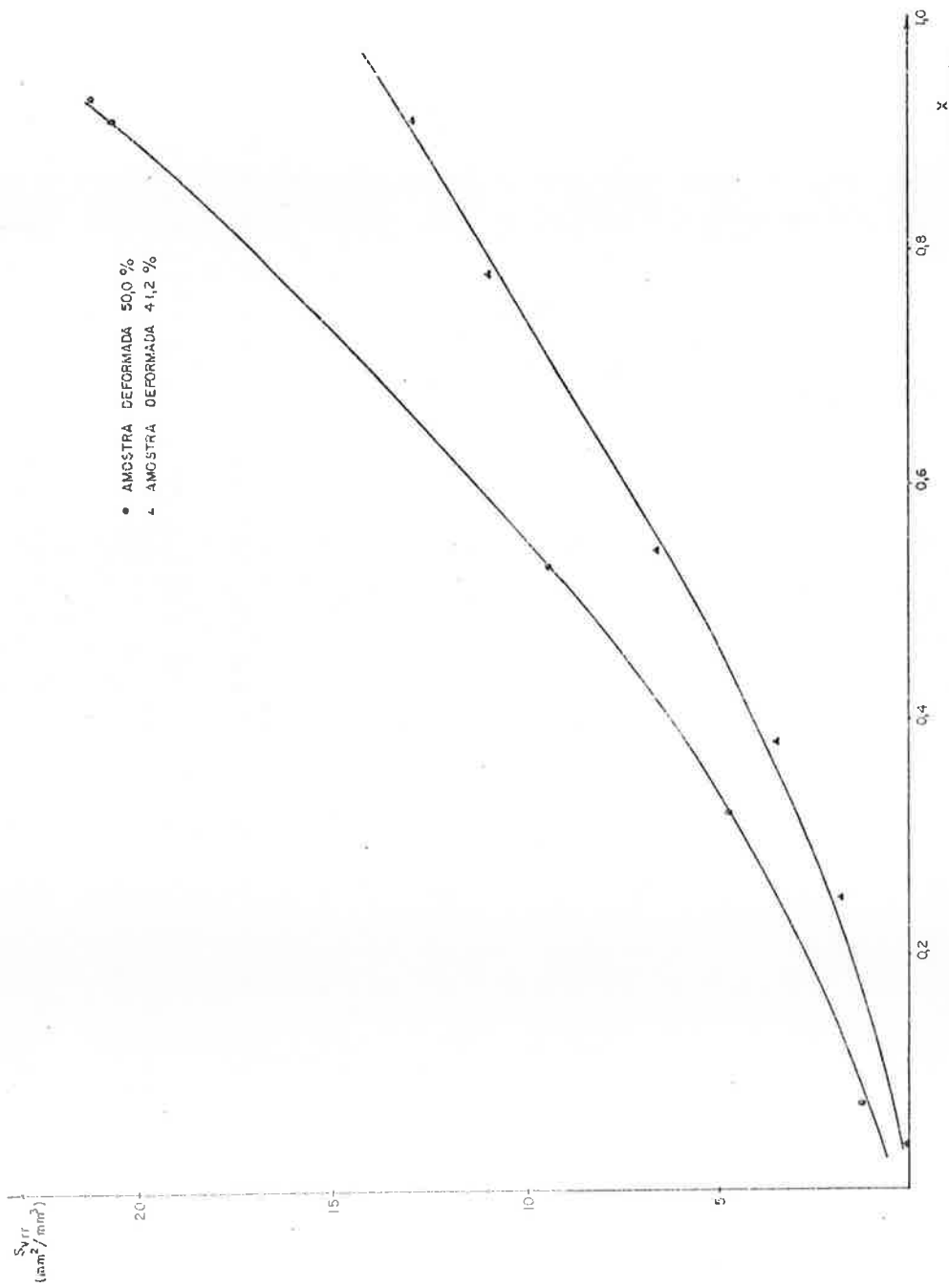


Fig. 13 - S_{vrd} em função da fração recristalizada (X)



• AMOSTRA DEFORMADA 50,0 %
 ▲ AMOSTRA DEFORMADA 4,12 %

Fig.14 - S_{Vrr} em função da fração recristalizada (X)

Os dados da tabela V, relativos a evolução de interfaces entre regiões recristalizadas e não recristalizadas, em função da fração volumétrica recristalizada, são lançados em gráfico na figura 13. Encontram-se também nesta figura as mesmas grandezas para as amostras deformadas 50,0%. Comparando-se as duas curvas da figura 13 pode-se notar que elas tem forma similar e para uma dada fração volumétrica recristalizada, a quantidade de interfaces entre regiões recristalizadas e não recristalizadas é sempre maior para a amostra mais deformada.

Os dados da tabela V, relativos a evolução das interfaces entre grãos recristalizados em função da fração volumétrica recristalizada, são lançados em gráfico na figura 14, onde também são lançadas as mesmas grandezas para a amostra deformada 50,0%. Comparando-se as curvas da figura 14, nota-se que, para uma dada fração volumétrica recristalizada, a quantidade de interfaces entre grãos recristalizados é sempre maior para a amostra mais deformada.

III.4.3- AMOSTRAS DEFORMADAS 34,4 %

Para estas amostras, devido à estagnação da fração volumétrica recristalizada por volta de 13%, foram feitas poucas medidas, apresentadas na tabela VI.

TABELA VI- Evolução de interfaces com o tempo de recozimento

tempo (s)	X	$S_{vrd}(\text{mm}^2/\text{mm}^3)$	$S(S_{vrd})$
30	0,05	2,03	0,45
40	0,08	2,47	0,33

III.5- VELOCIDADE MÉDIA DE MIGRAÇÃO DE INTERFACES

III.5.1- AMOSTRAS DEFORMADAS 50,0%

Na tabela VII, são apresentados os dados de velocidade média de migração de interfaces, para esta deformação.

TABELA VII- Velocidade média de migração de interfaces em função do tempo de recozimento

tempo (s)	X	$\bar{G} \times 10^4$ (mm/s)
20	0,07	4,96
32	0,32	2,69
40	0,53	2,45
60	0,91	2,36
10.800	0,93	0,0013

Os dados da tabela VII, relativos à velocidade média de migração de interfaces em função do tempo de recozimento, encontram-se parcialmente lançados em gráfico na figura 15. Encontram-se também nesta figura as mesmas grandezas para as amostras deformadas 41,2%.

Pode-se constatar naquela figura que esta velocidade diminui com o tempo de recozimento e a variação de \bar{G} com o tempo de recozimento não pode ser descrita por uma equação similar a equação 4.

III.5.2- AMOSTRAS DEFORMADAS 41,2%

Na tabela VIII, são apresentados os dados de velocidade média de migração de interfaces , para esta deformação.

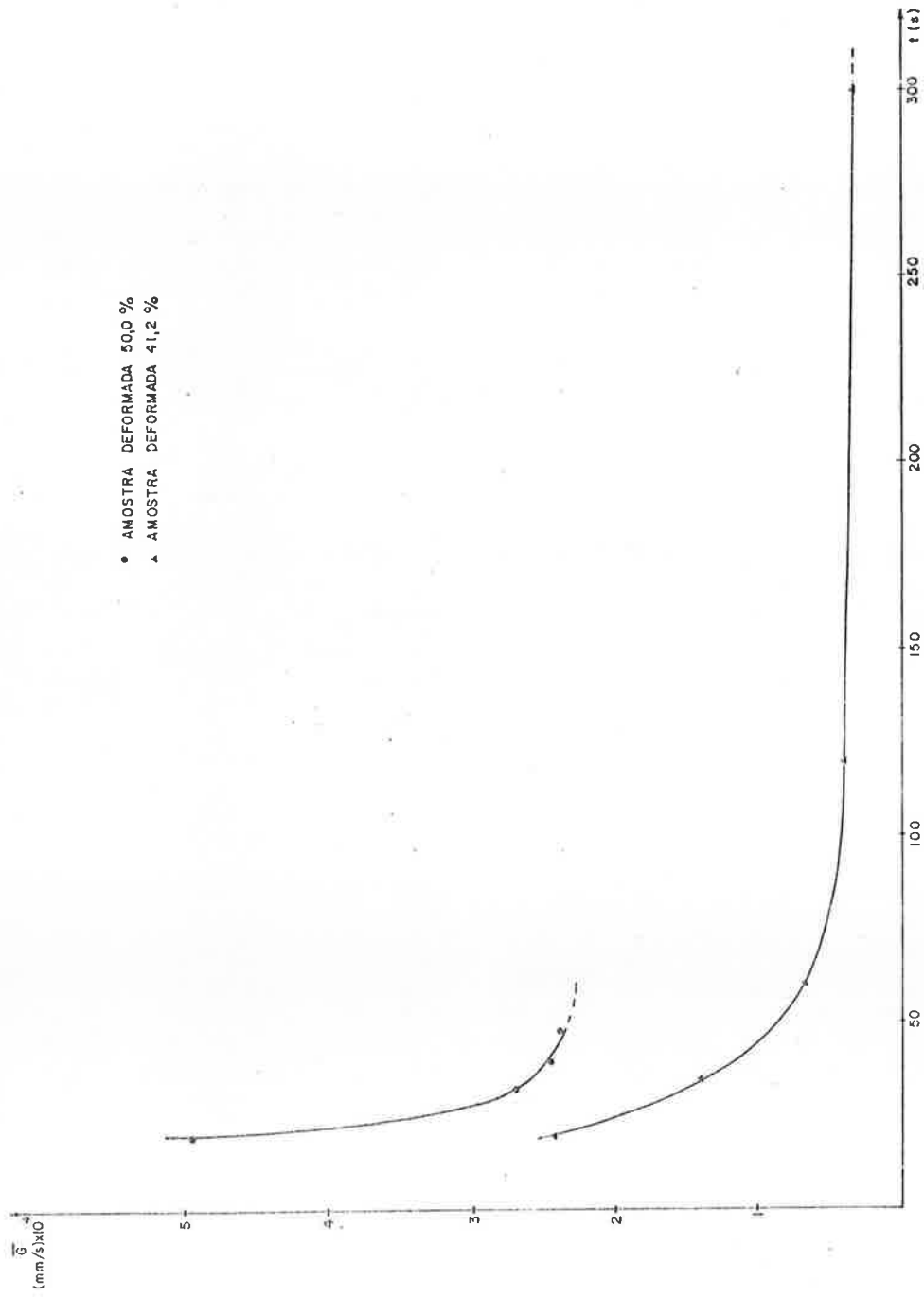


Fig. 15 \dot{G} em função do tempo de recozimento

TABELA VIII- Velocidade média de migração de interfaces em função do tempo de recozimento

tempo (s)	X	$\bar{G} \times 10^4 (\text{mm/s})$
20	0,04	2,43
35	0,25	1,39
60	0,38	0,67
120	0,54	0,40
300	0,78	0,33
600	0,89	0,11
18.000	0,91	0,0004

Os dados da tabela VIII, relativos à velocidade média de migração de interfaces em função do tempo de recozimento, encontram-se lançados em gráfico na figura 15. Encontram-se também nesta figura as mesmas grandezas para as amostras deformadas 50,0%.

Para esta deformação a velocidade média de migração de interfaces também decresce com o tempo de recozimento, decrescimento este que também não pode ser perfeitamente descrito por uma equação similar a equação 4. Comparando-se os dados das tabelas VII e VIII e figura 15 pode-se notar que:

- i) A velocidade média de migração de interfaces decresce com o tempo de recozimento nos dois casos.
- ii) Para uma dada fração volumétrica ou para um dado tempo de recozimento esta velocidade é sempre maior para a amostra mais deformada.
- iii) A razão entre \bar{G} para 50,0% e 41,2% de deformação, para uma dada fração recristalizada, aumenta a medida que a fração recristalizada aumenta. Isto significa que a diminuição de \bar{G} com a fração volumétrica recristalizada é mais acentuada na amostra menos deformada.

Foi avaliada, também, a velocidade média de migração de interfaces para os instantes iniciais da recristalização das amostras deformadas 34,4%: $2,21 \times 10^4 \text{ mm/s}$.

III.6- RECUPERAÇÃO E MEDIDAS DE MICRODUREZA

As medidas de microdureza foram feitas com dois objetivos: acompanhar a cinética de recristalização visando verificar a potencialidade desta medida e verificar o comportamento das regiões não recristalizadas remanescentes. Para o primeiro objetivo determinou-se a dureza total média de todas as impressões, para o segundo foi feita a associação através de microscopia ótica, de cada valor de microdureza com a região (recristalizada ou não recristalizada) em que a impressão incidiu.

III.6.1- AMOSTRAS DEFORMADAS 50,0 %

Na tabela IX, são apresentados os resultados de microdureza Vickers total média para os vários tempos de recozimento.

TABELA IX - Microdureza em função do tempo de recozimento

tempo (s)	X	H_V (kg/mm ²)	S(H_V)
0	-	47,3	2,2
10	-	45,7	1,7
20	0,07	42,7	2,8
40	0,53	39,3	2,5
60	0,91	32,9	1,3
600	-	32,3	1,0
3.600	-	32,1	1,0
10.800	0,93	31,7	2,2
20.520	0,97	31,7	0,9
75.600	-	31,8	0,7

Para esta deformação, conforme pode ser notado na tabela IX, para 50 % de fração volumétrica recristalizada se tem cerca de 50% de amolecimento, calculado através da equação 23.

III.6.2- AMOSTRAS DEFORMADAS 41,2%

Na tabela X, são apresentados os resultados de microdureza total média para os vários tempos de recozimento. Calculando-se a porcentagem de amolecimento através da equação 23, para a amostra com cerca de 50% de fração volumétrica recristalizada, pode-se constatar que ela amoleceu mais de 60 % .

TABELA X - Microdureza em função do tempo de recozimento

tempo (s)	X	H_V (kg/mm ²)	S(H_V)
0	0	46,7	1,9
20	0,04	46,0	2,1
35	0,25	41,2	3,0
60	0,38	38,6	2,3
120	0,54	36,7	2,1
300	0,78	34,3	2,1
600	0,89	32,8	1,3
18.000	0,91	34,2	1,5

III.6.3 - AMOSTRAS DEFORMADAS 34,4 %

Na tabela XI, são apresentados os dados de microdureza total média para estas amostras .

Embora, a fração volumétrica não atinja 15% nestas amostras, mesmo para tempos longos , a amostra recozida 129.600 s teve um amolecimento superior a 50%.

O fato de nas amostras menos deformadas (41,2% e 34,4%) a porcentagem de amolecimento ser maior que a fração volumétrica recristalizada , levou à hipótese de que estaria ocorrendo recuperação das regiões não recristalizadas durante a recristalização. Para comprovação desta hipótese, escolheu-se duas destas amostras , fez-se recozimentos prolongados, e a seguir várias impressões de microdureza, identificando-se no microscópio as regiões em que estas impressões incidiram. A tabela XII, sumariza estes resultados .

TABELA XI - Microdureza em função do tempo de recozimento

tempo(s)	X	H_V (kg/mm ²)	S(H_V)
0	-	46,0	2,7
20	-	42,1	1,8
30	0,05	-	-
40	0,08	42,5	2,4
120	0,09	41,7	1,7
300	-	38,9	2,1
4.380	-	38,5	1,7
15.420	0,11	39,9	2,2
27.900	-	38,2	1,8
129.600	0,13	37,6	2,3

TABELA XII- Medidas de microdureza total (H_V) e microdureza das regiões não recristalizadas (H_V^*)

% Def.	tempo (horas)	H_V	S(H_V)	H_V^*	S(H_V^*)
41,2	29	33,6	2,2	36,4	2,9
34,4	36	37,6	2,3	38,1	2,1

A tabela XII, mostra claramente que as regiões não recristalizadas sofreram considerável amolecimento, através de processos de recuperação.

III.7- TAMANHOS DE GRÃO FINAL E CRESCIMENTO DE GRÃO

Conforme mencionado na introdução, uma das razões para escolha desta liga para o presente trabalho foi o fato dela não apresentar

crescimento de grão após a recristalização; as determinações de tamanho de grão após a recristalização visam verificar esta hipótese.

As determinações do tamanho de grão para cada deformação foram feitas objetivando-se ilustrar a variação do tamanho de grão final com o grau de deformação.

III.7.1- TAMANHO DE GRÃO FINAL

Para os graus de deformação estudados, exceto para 34,4%, avaliou-se o tamanho de grão final. Estes resultados são mostrados na tabela XIII.

As amostras deformadas 41,2% e 50,0% , não se recristalizaram completamente, conforme mostrado anteriormente. Para estas amostras avaliou-se o tamanho de grão final, a partir da quantidade total de interfaces (S_T) por unidade de volume : $S_{Vrr} + S_{Vrd} / 2$.

TABELA XIII- Tamanho de grão recristalizado em função do grau de deformação

% Def	\bar{L} (mm)	S_T (mm^2/mm^3)
0	0,653	3,06
41,2	0,141	14,21
50,0	0,089	22,25
72,7	0,036	55,80

Esta tabela evidencia uma acentuada variação do tamanho de grão final em função do grau de deformação.

III.7.2- CRESCIMENTO DE GRÃO

Para as amostras deformadas 72,7%, as quais se recrystalizaram em menos de 30 s, com um tamanho de grão final pequeno, determinou-se o tamanho de grão final para vários tempos de recozimento a 400°C. Na tabela XIV são sumarizados os resultados obtidos.

TABELA XIV - Tamanho de grão final em função do tempo de recozimento

tempo(s)	\bar{L} (mm)	S_{vrr} (mm ² /mm ³)	$S(S_{vrr})$
60	0,036	55,80	2,76
$1,8 \times 10^3$	0,038	53,14	2,58
$3,6 \times 10^3$	0,034	59,17	3,35
$1,8 \times 10^4$	0,038	53,10	2,63
$6,6 \times 10^4$	0,034	58,24	3,66
$4,8 \times 10^5$	0,036	55,95	2,30

Pode-se constatar na tabela XIV que estas amostras não apresentaram crescimento de grão nos tempos pesquisados. Este fato dá uma idéia das dificuldades, imposta pelos precipitados, à migração de contornos, frente a potenciais termodinâmicos menores que os envolvidos na recrystalização.

CAPÍTULO IV - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

IV.1- DETERMINAÇÃO DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO

Para a determinação da cinética de recristalização foram feitos dois tipos de medidas : i) metalografia quantitativa, através de microscopia ótica e (ii) medidas de microdureza.

A seguir discutem-se as vantagens e potencialidades de cada tipo de medida. A aplicabilidade de um procedimento na medida de uma determinada cinética é condicionada pelas características da reação em estudo. No caso de recristalização, no presente trabalho, a transformação apresentou algumas características importantes para escolha da técnica e do método experimental.

- i) O processo de recristalização é bastante heterogêneo, quanto a distribuição das regiões transformadas (recristalizadas).
- ii) Mesmo para frações recristalizadas pequenas ($X < 0,1$) constatou-se considerável bloqueio mútuo entre grãos recristalizados vizinhos.
- iii) Houve ocorrência de recuperação das regiões não recristalizadas durante a recristalização, de forma competitiva com a recristalização.

Quanto a característica i) a heterogeneidade se torna particularmente crítica do ponto de vista estatístico no início e no fim da recristalização⁽⁵⁷⁾, exigindo nestas situações um número de contagens e portanto de áreas pesquisadas maior. Neste aspecto a microscopia ótica se prestou

bastante bem, como evidenciam os desvios padrões calculados. Microscopia ótica é adequada para estudo de cinética de reações muito heterogêneas porque observa áreas grandes.

A característica (ii) sugere que, em estudos de recristalização, a determinação da quantidade de interfaces que estão livres para migrar (ativas) por unidade de volume, em função do tempo, pode ser mais significativa que a determinação do simples número de grãos recristalizados por unidade de volume e de sua evolução com o tempo. Este segundo tipo de determinação é sugerido pelos principais tratamentos formais de cinética de transformação de fase^(14,15) e é usado com frequência em estudos de cinética de recristalização⁽⁴⁸⁾.

O ensaio de microdureza tem sido utilizado em estudos de cinética de recristalização. Apesar da rapidez com que esta medida pode ser feita, as informações obtidas, através dela, a respeito da cinética de recristalização podem levar a erros de interpretação. A ocorrência de recuperação concomitante com a recristalização é uma causa desses erros. A ocorrência de um dado amolecimento tanto pode estar associado a um aumento na fração volumétrica recristalizada (e portanto do número de impressões incidentes nestas regiões), como a uma recuperação das regiões não recristalizadas durante a recristalização. A interpretação pode ser facilitada com observações metalográficas para identificar a região (recristalizada ou não recristalizada) em que as impressões incidiram.

A extensão de recuperação das regiões não recristalizadas durante a recristalização depende: da temperatura de recozimento⁽¹⁹⁾, do grau de deformação (presente dissertação) e do tamanho e forma dos precipitados⁽³⁴⁾. Por causa disto a dificuldade de interpretação dos resultados cresce quando se pretende comparar cinéticas determinadas por microdureza e obtidas em diferentes temperaturas de recozimento, graus de deformação e dispersões de precipitados. Além da ocorrência simultânea de recuperação, a extensão destes dois processos responsáveis pelo amolecimento deverá ter pesos diferentes em situações diferentes.

IV.2- FRAÇÃO VOLUMÉTRICA RECRISTALIZADA

A cinética global de recristalização mostrou-se bastante sensível ao grau de deformação; comparando-se os dados das tabelas I e II e figura 5, pode-se constatar que o tempo para as amostras deformadas 41,2 % atingir cerca de 50% de fração volumétrica recristalizada era cerca de 3 vezes maior do que para as amostras deformadas 50,0%. Esta diferença era sensivelmente aumentada à medida que aumentava a fração volumétrica recristalizada: o tempo para as amostras deformadas 41,2% atingir cerca de 90 % de fração volumétrica recristalizada era cerca de 3.000 vezes maior do que para as amostras deformadas 50,0%.

Para todos os graus de deformação estudados, excetuando-se 72,7% de redução em espessura, a fração volumétrica recristalizada não foi total, remanescendo uma fração volumétrica residual não recristalizada. Esta fração volumétrica residual não recristalizada foi maior quanto menor o grau de deformação, atingindo mais de 80% para 34,4% de redução em espessura.

Para todos os graus de deformação, observou-se um desvio para menos dos valores medidos em relação à equação de Avrami, isto é, os dados experimentais de fração volumétrica recristalizada em função do tempo não se ajustaram segundo uma reta num gráfico $\ln \ln[1/(1-X)]$ em função de $\ln t$. Estes desvios eram mais acentuados à medida que se diminuía o grau de deformação e que se aumentava a fração volumétrica recristalizada.

Por outro lado, comparando-se os dados de fração volumétrica recristalizada (tabelas I e II e figura 5) com os de quantidade de interfaces de alto ângulo presentes durante a recristalização (tabelas IV e V e figuras 13 e 14), pode ser constatado que nas amostras que apresentaram desvio mais acentuado da equação de Avrami, o número de interfaces ativas, assim como daquelas que sofreram bloqueio mútuo era menor, para uma dada fração volumétrica recristalizada.

Analisando-se também de maneira comparativa os dados de microdureza (tabelas IX, X e XI) e fração volumétrica recristalizada, pode-se constatar que para as amostras deformadas 50,0%, a fração volumétrica recristalizada 0,5 corresponde cerca de 50% de amolecimento, no entanto para a amostra deformada 41,2%, o amolecimento relativo à fração volumétrica 0,5 é mais de 60%. Este conjunto de comparações e as medidas de microdureza das regiões não recristalizadas da tabela XII, mostram que a recuperação das regiões não recristalizadas está ocorrendo concomitantemente com a recristalização, com efeito sobre a cinética global. Para uma dada fração volumétrica recristalizada, esta recuperação é mais acentuada, quanto menor o grau de deformação. Isto é previsível quando se considera que o tempo para recuperação das regiões não recristalizadas durante a recristalização cresce quando o grau de deformação diminui.

Com relação à velocidade média de migração de interfaces, pode ser visto nas tabelas VII e VIII e figura 15, que além dela depender do grau de deformação, não se mantém constante durante a recristalização, diminuindo com o tempo de recozimento.

Em vista do apanhado geral, feito neste tópico, o comportamento da evolução da fração volumétrica recristalizada com o tempo, ou seja, a cinética global de recristalização, será discutida, a seguir, tendo em vista três parâmetros e suas relações com o grau de deformação e tempo de recozimento. Estes parâmetros são: quantidade de interfaces de alto ângulo, recuperação e velocidade média de migração de interfaces.

IV.3- QUANTIDADE DE INTERFACES DE ALTO ÂNGULO

O procedimento de se analisar a cinética de recristalização através da quantidade de interfaces de alto ângulo e velocidade de migração delas se fundamenta no conceito de recristalização⁽⁴⁹⁾ como formação e migração de interfaces de alto ângulo.

Conforme pode ser notado nas tabelas IV e V e figuras 13 e 14, para uma dada fração volumétrica recristalizada, a quantidade de interfaces entre regiões recristalizadas (S_{vrr}) e a quantidade de interfa-

ces entre regiões recristalizadas e não recristalizadas (S_{vrd}), são maiores nas amostras mais deformadas. Estes fatos evidenciam que a medida que o grau de deformação é aumentado, a densidade de frentes de reação aumenta, para uma mesma fração volumétrica recristalizada. Analisando-se a evolução da quantidade de interfaces de alto ângulo, para um dado grau de deformação, pode-se notar que enquanto a quantidade daquelas que sofreram bloqueio mútuo é sempre crescente com a fração volumétrica recristalizada, o número de interfaces ativas diminui com a fração volumétrica recristalizada a partir de cerca de 50% de fração volumétrica recristalizada.

Embora a não concordância dos dados experimentais de fração volumétrica recristalizada em relação à equação de Avrami (cuja dedução⁽¹⁵⁾ supõe velocidade de crescimento constante) seja devida a diminuição da velocidade de crescimento com o tempo de recozimento, esta não concordância e sua extensão estão também associadas com o número de interfaces de alto ângulo presentes durante a recristalização. A medida que se tem um número menor de interfaces ativas, este número menor de interfaces tem que migrar distâncias maiores para a recristalização se completar, tornando a cinética global de recristalização mais dependente da velocidade de crescimento e propiciando tempos maiores para ocorrência de recuperação das regiões não recristalizadas e, portanto, acentuando os desvios da equação de Avrami.

A variação do tamanho de grão final com o grau de deformação (tamanho de grão menor para graus de deformação maiores, conforme mostra a tabela XIII), também constitui evidência de que quanto maior o grau de deformação maior o número de interfaces formadas. O tamanho de grão final está assim relacionado com as velocidades de nucleação e de crescimento: quanto maior (menor) a velocidade de nucleação e menor (maior) a velocidade de crescimento, menor (maior) será o tamanho de grão final. Como para graus de deformação maiores, a velocidade de crescimento foi maior, e ainda assim o tamanho de grão final foi menor para graus de deformação maiores, fica evidenciado a relação entre a quantidade de interfaces formadas por unidade de volume e o grau de deformação, também através do tamanho de grão final.

O tamanho de grão final está relacionado com as velocidades de nucleação e de crescimento, mas avaliações destas velocidades a partir do tamanho de grão final, como é feito em alguns trabalhos (27,30,42), são imprecisas. As medidas são feitas após a recristalização ter se completado, escondendo a evolução destas grandezas durante a recristalização.

IV.4- RECUPERAÇÃO

Houve ocorrência de recuperação concomitantemente com a recristalização, a exemplo do alumínio policristalino refinado por zona e deformado 40%⁽¹⁹⁾. A análise dos valores de microdureza correspondentes a regiões não recristalizadas, tabela XII, mostra que estas regiões amolecem por recuperação, diminuindo portanto o potencial termodinâmico para recristalização.

Analisando-se os dados de microdureza, tabelas IX, X e XI, pode-se notar que embora as amostras mais deformadas se recuperem mais rápido, para uma dada fração volumétrica recristalizada a extensão da recuperação era maior para as amostras menos deformadas. Isto se deve ao fato de que nestas amostras, menos deformadas, a cinética de recristalização era mais lenta, havendo tempo para que as regiões não recristalizadas sofram recuperação mais acentuada, para uma dada fração volumétrica recristalizada. Como caso extremo dessa diminuição do potencial termodinâmico por recuperação, pode-se citar as amostras deformadas 34,4%. Nestas amostras após 36 horas de recozimento a 400°C a fração volumétrica recristalizada era somente 13%, no entanto a amostra tinha amolecido cerca de 60%.

Os resultados acima mostram que a ocorrência de recuperação pode ter um papel importante na recristalização de ligas com dispersão de precipitados. Nestas ligas, como foi discutido na introdução, para ocorrência de aniquilamento dos anéis de discordâncias geometricamente necessários formados ao redor dos precipitados durante a deformação, tem-se as

seguintes facilidades: alto potencial termodinâmico local, pequenas distâncias de difusão e caminhos de alta difusividade⁽³⁴⁾. Estas facilidades não existem em soluções sólidas isentas de precipitados. Isto sugere que a competição entre recuperação e recristalização seja mais acentuada em ligas com dispersão de precipitados do que em soluções sólidas isentas de precipitados.

IV.5- VELOCIDADE MÉDIA DE MIGRAÇÃO DE INTERFACES

A velocidade média de migração de interfaces (\bar{G}), para um dado tempo de recozimento, era maior para a amostra que sofreu grau de deformação maior. Todavia, para uma dada deformação, \bar{G} decrescia com o tempo de recozimento. Este comportamento da velocidade média de migração de interfaces, verificado experimentalmente, e justificado teoricamente na introdução, é resultado do balanço entre as forças que atuam sobre o contorno que está migrando: de um lado tem-se a energia armazenada na deformação, a qual diminui por recuperação durante a recristalização e de outro lado tem-se a resistência imposta pelos precipitados, a qual, se desprezarmos o coalescimento dos precipitados, se mantém constante durante a recristalização. Para altos graus de deformação e início de recristalização as magnitudes destas forças são bastantes diferentes, sendo a resistência imposta pelos precipitados à migração dos contornos pequena se comparada com o potencial termodinâmico. Para graus de deformação menores e tempos longos de recozimento estas forças podem se tornar comparáveis e a influência da dispersão de precipitados na velocidade de crescimento torna-se considerável.

O decréscimo da velocidade média de migração de interfaces se deu com intensidade diferente dependendo do grau de deformação, como pode ser visto comparando-se as tabelas VII e VIII. Pode-se notar naquelas tabelas que a velocidade inicial (determinada em 20s) para a amostra deformada 50,0% era cerca de 2 vezes maior do que a da amostra deformada 41,2%, para 50% de fração volumétrica recristalizada era 6 vezes maior e para 92% quase 6.000 vezes. A diminuição da velocidade média de migração de interfaces, para uma dada fração volumétrica recristalizada, de maneira mais acentuada nas amostras menos deformadas é devida a recuperação mais intensa, pa

ra uma dada fração volumétrica recristalizada, a medida que se diminui o grau de deformação.

Um aspecto a ser destacado neste tópico é que o comportamento da velocidade de crescimento durante a recristalização para um dado grau de deformação, assim como as diferenças entre estas velocidades quando se comparam dois graus de deformação, certamente não seriam revelados se esta velocidade fosse avaliada através do tamanho de grão final.

A diminuição de \bar{G} com o tempo de recozimento não pode ser bem descrita por uma equação similar a equação 4, como foi feito em outros trabalhos^(16,17,18). Acredita-se que isto se deva a recuperação dos anéis geométricamente necessários ao redor dos precipitados e ao efeito de diferentes átomos em solução sólida sobre a recuperação, assim como a resistência imposta pelos precipitados à migração dos contornos. Portanto além da recuperação neste caso, poder ter tido comportamento diferente do descrito pela equação 6, esta recuperação pode ter atingido situações nas quais o potencial termodinâmico se tornou comparável à força de Zener, condições estas, diferentes das dos trabalhos acima citados.

Para uma dada deformação, a uma dada temperatura de recozimento, a diminuição da velocidade de crescimento com o tempo, deve-se à diminuição da energia armazenada na deformação, durante a recristalização. Como foi discutido no item anterior, a ocorrência de recuperação das regiões não recristalizadas durante a recristalização, pode explicar a diminuição do potencial termodinâmico com o tempo e portanto a diminuição de velocidade de crescimento.

Acredita-se que a ocorrência de frações não recristalizadas residuais aconteça em situações em que o potencial termodinâmico torna-se comparável com as dificuldades à migração imposta pelos precipitados; a partir daí a recristalização interrompe-se. Neste aspecto, comparando-se ligas isentas de precipitados com ligas com dispersão de precipitados, a ausência de precipitados não impediria que os contornos continuassem migrando e a recristalização se completasse. O efeito de recuperação das regiões não

recristalizadas, porém, manifesta-se nas ligas sem precipitados.

A explicação acima para frações não recristalizadas residuais é corroborada por dois fatos:

- i) Para as amostras deformadas 72,7% de redução de espessura, onde a energia armazenada na deformação é alta e a recristalização rápida proporcionando pouco tempo para ocorrência de recuperação, não se constatou residuais não recristalizados. Estes residuais aumentavam a medida que a deformação diminuía.
- ii) Para as amostras deformadas 72,7% e recristalizadas, não se constatou crescimento de grão após a recristalização, e nesta condição o potencial termodinâmico, energia dos contornos, é comparável com a força de Zener ⁽⁴⁷⁾.

Do que foi discutido nos tópicos anteriores pode-se afirmar que as conclusões de DOHERTY e MARTIN ^(27,28,29,30), assim como de trabalhos posteriores que se seguiram, sobre a cinética de recristalização de ligas com dispersão de precipitados, não podem ser generalizados. A presente dissertação se preocupa com uma destas situações.

Conforme foi mostrado no presente trabalho, o número de interfaces de alto ângulo responsáveis pela recristalização é sensível ao grau de deformação. À medida que o número destas interfaces cresce, elas tem que migrar distâncias menores para a recristalização se completar e a cinética global de recristalização torna-se pouco dependente da velocidade de crescimento. Para altas deformações, a energia armazenada na deformação a frio é alta, de modo que mesmo que processos de recuperação das regiões não recristalizadas ocorram durante a recristalização, o potencial termodinâmico pode ser ainda suficiente para permitir que o contorno que está migrando suplante as dificuldades imposta à migração pelos precipitados.

Para baixas deformações, o número de interfaces responsáveis pela recristalização e o potencial termodinâmico para recristalização são menores. Nestas condições, as interfaces terão que migrar distâncias maiores,

requerendo para isto mais tempo, no qual processos de recuperação podem diminuir o potencial termodinâmico para recristalização a ponto das dificuldades impostas pelos precipitados impedirem a migração do contorno. Esta situação é ilustrada de forma mais acentuada, no presente trabalho, pelas amostras que sofreram deformação menor (34,4% de redução em espessura); nestas amostras, embora tenha havido a formação de interfaces de alto ângulo, as interfaces formadas não migraram o suficiente, antes da velocidade média de migração cair a valores muito baixos, devido a recuperação das regiões não recristalizadas. Este caso mostra claramente que em determinadas condições o efeito principal da dispersão de precipitados na cinética de recristalização pode se manifestar através da velocidade de crescimento.

IV.6- CONSIDERAÇÕES FINAIS

Discute-se neste tópico, em vista dos resultados do presente trabalho e da literatura, o possível efeito de variáveis mantidas constantes neste trabalho.

Dois aspectos serão considerados: distribuição de precipitados e temperatura de recristalização.

Quanto à distribuição de precipitados, espera-se que, à medida que as dispersões se tornem mais finas, para um dado potencial termodinâmico para recristalização, a velocidade de crescimento tenha papel cada vez mais importante na cinética de recristalização. Várias razões podem ser enumeradas para justificar esta previsão. À medida que as dispersões se tornam mais finas a formação de interfaces de grande ângulo (27,28,29,30,35) e sua migração (46) ficam mais difíceis. Com relação à competição entre recuperação e recristalização, para dispersões mais finas, mais fácil são os processos de recuperação dos anéis de discordâncias geometricamente necessárias junto aos precipitados (34), diminuindo o potencial termodinâmico para recristalização. Quanto à cinética de recristalização, tornar a dispersão de precipitados mais fina tem efeito similar a diminuição no grau de deformação.

À medida que as dispersões se tornam mais grosseiras a cinética passaria a ser cada vez mais dependente da velocidade de nucleação, para um dado potencial termodinâmico para recristalização. Para dispersões grosseiras a resistência à migração e a facilidade de recuperação dos anéis geométricamente necessários são menores e a presença de precipitados maiores favorece a formação de interfaces ativas junto aos precipitados.

Conforme mencionado na introdução, GORDON e VANDERMEER⁽¹⁹⁾, trabalhando com alumínio policristalino refinado por zona e deformado 40% de redução em espessura, constataram que a competição entre recuperação e recristalização se acentuava à medida que se diminuía a temperatura de recozimento. A explicação dada por estes autores para este fato foi a seguinte: como a energia de ativação para processos de recuperação é mais baixa do que a energia de ativação para recristalização, a diminuição na temperatura de recozimento favorece a recuperação na competição entre recuperação e recristalização. Em ligas com dispersão de precipitados este efeito da temperatura de recozimento também é esperado, sendo que sua extensão vai depender das outras variáveis: dispersão de precipitados e grau de deformação.

Em vista dos resultados do presente trabalho e da literatura, é razoável esperar-se que em pelo menos 3 condições a velocidade de crescimento tenha papel importante na cinética de recristalização de ligas com dispersão de precipitados: baixos graus de deformação, dispersões finas de precipitados e temperaturas de recristalização baixas.

CAPÍTULO V - CONCLUSÕES

Em vista das experiências realizadas , podem-se tirar as seguintes conclusões sobre a cinética de recristalização desta liga contendo dispersão de precipitados incoerentes e indeformáveis:

1- A quantidade de interfaces entre regiões recristalizadas e não recristalizadas e entre grãos recristalizados, para uma dada fração volumétrica recristalizada, é maior quanto maior o grau de deformação.

2- As regiões não recristalizadas amolecem por recuperação durante a recristalização. O amolecimento relativo ao estado inicial , para uma dada fração volumétrica recristalizada , é maior quanto menor a deformação.

3- A velocidade média de migração de interfaces diminui com o tempo de recozimento. Esta diminuição é mais acentuada quanto menor o grau de deformação.

4- A equação de Avrami não é adequada para descrição da cinética de recristalização estudada. A diminuição da velocidade de crescimento com o tempo de recozimento é responsável por isto.

5- Para todas as deformações estudadas , exceto 72,7% de redução em espessura, a fração volumétrica recristalizada não chegou a 100 % , remanescendo frações não recristalizadas, tanto maiores quanto menores os graus de deformação.

6- Medidas de dureza média não são adequadas para acompanhamento da cinética de recristalização.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. A.L.TITCHNER e M.B. BEVER: "The stored energy of cold work", Prog. Met. Phys., Vol.7, Pg.247, Pergamon Press, 1958.
2. P.R. SWANN: "Dislocation arrangement in face centered cubic metals", em Electron microscopy and Strength of crystals, Pg.131, Interscience Publishers, 1963.
3. A.S. KEH e S. WEISSMANN: "Deformation Substructure in Body centered cubic metals", em Electron microscopy and strength of crystal, Pg.231 , Interscience Publishers, 1963.
4. D. KUHMANN-WILSDORF e H.G-F. WILSDORF: " Origin of dislocation tangles and loops in deformed crystals", em Electron microscopy and strength of crystals, Pg.575, Interscience Publishers, 1963.
5. R W. CAHN: "A new theory of recrystallization nuclei", Proc. Phys. Soc., Série AI, Vol.63, Pg.323, 1950.
6. R.J. McELROY e Z.C. SZCOPIAK: " Dislocation-substructure-strengthening and mechanical-thermal treatment of metals", Int. Metall. Rev., Vol.17, Pg. 175, 1972.
7. HSUN HU : "Direct observations on the annealing of Si-Fe crystals in the electron microscope", Trans. Metall. Soc. , AIME, Vol.224, Pg.75 , 1962.
8. J.C.M. LI: "Possibility of sub-grain rotation during recrystallization", Journ. Appl. Phys., Vol.3, Number 10, Pg. 2958, 1962.
9. HSUN HU: "Recrystallization by sub-grain coalescence", em Electron Microscopy and strength of crystals, Pg. 564, Interscience Publishers, 1963.
10. P.A.BECK e P.R. SPERRY : "Strain induced grain boundary migration in high Purity aluminum", Jour. Appl. Phys. , Vol.21, Pg.150, 1950.

11. J.E. BAILEY: "Electron microscope observation on the annealing processes occurring in cold worked silver", Phil. Mag., Pg. 833, 1960.
12. J.E. BAILEY e P.B. HIRSCH: "The recrystallization process in some polycrystalline metals", Proc. Roy. Soc. A, Vol.267, Pg.11, 1962.
13. J.E. BAILEY: "Electron microscope observation on recovery and recrystallization processes in cold-worked metals", em Electron Microscopy and strength of crystals, Pg.535, Interscience Publishers, 1963.
14. W.A. JOHNSON e R.F. MEHL: "Reaction Kinetics in processes of nucleation and growth", Trans. Metall. Soc. AIME, Vol.135, Pg.416, 1939.
15. M.AVRAMI : "Kinetics of phase change I, II e III, Journ. Chem. Phys., Vol.7, Pg.1103, 1939; Journ. Chem. Phys. , Vol.8, Pg.212, 1940, Journ. Chem. Phys., Vol.9, Pg.177, 1941, respectivamente,.
16. W.C. LESLIE, F.J. PLECITY e J.J. MICHALAK : " Recrystallization of iron and iron-manganese alloys", Trans. Metall. Soc. AIME, Vol.221, Pg.691 , 1961.
17. W.C. LESLIE , F.J. PLECITY e F.W. AUL: "The recrystallization of dilute alpha-iron molybdenum solid solution", Trans. Metall. Soc. AIME , Vol.221, Pg.982, 1961.
18. G.R. SPERICH e R.M.FISHER: "Recrystallization of a rapid heated $3\frac{1}{4}$ % silicon steel", em Recrystallization, grain growth and textures , Pg. 563, ASM, 1966.
19. R.A. VANDERMEER e P. GORDON: "The influence of recovery on recrystallization", em Recovery and Recrystallization of metals, Pg.211, Interscience Publishers, 1963.
20. J.C.M. LI: "Recovery process in metals", em Recrystallization, grain growth and textures, Pg.45, ASM, 1966.

21. E.J. WESTERMAN e F.V. LENEL: "Recrystallization of cold - drawn sintered aluminum powder", Trans. Metall. Soc. AIME, Vol.218, Pg.1010 , 1960.
22. E. GREGORY e G.C. SMITH: "The effects of internal oxidation on the tensile properties of some silver alloys at room and elevated temperatures, Journ. Inst. Met., Vol.185, Pg.81, 1956-57.
23. M. ADASHI e N.J. GRANT : " The effects of stored energy and recrystallization on the creep rupture properties of internally oxidized copper-alumina and copper-silica alloys", Trans. Metall. Soc. AIME, Vol. 218, Pg.881, 1960.
24. O. PRESTON e N. J. GRANT : " Dispersion strengthening of copper by internal oxidation", Trans. Metall. Soc. AIME, Vol.221 , Pg. 164, 1961.
25. T. L. RICHARDS e S.E. PUGH : "The influence of prior heat-treatment on recrystallization of comercial aluminum", Journ. Inst. Met., Vol.88, Pg. 141, 1959-60.
26. W.M. WILLIAMS e R.EBORALL: "Critical strain effects in cold worked wrought aluminum and its alloys", Journ. Inst. Met., Vol.81, Pg. 501, 1952-53.
27. R.D. DOHERTY e J.W. MARTIN: "The effect of a dispersed second phase on the recrystallization of aluminum-copper alloys", J. Inst. Met., Vol.91, Pg.332, 1962-63.
28. Discussão sobre:"The effect of dispersed second phase on recrystallization of Al-Cu alloys", Joun. Inst. Met., Vol. 92, Pg.124, 1963.
29. R. D. DOHERTY e J.W. MARTIN : " Recrystallization in two phase aluminum copper alloys", Third European regional conference on electron microscope-praque, Pg. 141, 1964.
30. R.D. DOHERTY e J.W.MARTIN : "Recrystallization in two phase aluminum copper alloys", Trans. quart. ASM, Vol.57, nº 4, Pg.874, 1964.

31. J.C. FISHER, E.W. HART e R.H. PRY: "The hardening of metal crystals by precipitate particles", Acta Metall. , Vol.1, Pg.336, 1953.
32. D.DEW HUGHES e W. D. ROBERTSON : "Dispersed particle hardening of aluminum copper alloy single crystals", Acta Metall., Vol.8, Pg.147, 1960.
33. M.F. ASHBY : "Work hardening in dispersion hardened crystals", Phill. Mag., Vol.14, Pg.1157, 1966.
34. M.F. ASHBY: "The deformation of plastically non-homogeneous alloys", em Strengthening methods in crystals , Pg.137, Applied Science Publishers, 1970.
35. T.C. ROLASON e J. W. MARTIN : "The effect of particle size upon the annealing behaviour of plastically deformed two phase crystals" , Journ. Mat. Sci., Vol.5, Pg.127, 1970.
36. K.C . RUSSELLe M.F. ASHBY: "Slip in aluminum crystals containing strong, plate-like particles ", Acta Metall. , Vol.18, Pg.981, 1970.
37. R. S. GOODRICH JR. e G.S. ANSELL : " Observation of deformation induced substructure in Al-Al₂O₃ SAP-type dispersion strengthened alloys" Acta Metall. , Vol.12, Pag.1096, 1964.
38. R.L. JONES: "The tensile deformation of copper single crystals containing BeO particles" , Acta Metall., Vol.17, Pg.229, 1969.
39. P.B. HIRSCH e M.F. HUMPHREYS: "Plastic deformation of two phase alloys containing small nondeformable particles", em Physics of Strength and Plasticity, Pg. 189, MIT Press, 1969.
40. R. EBELING e M.F. ASHBY: "Dispersion hardening of copper single crystals", Phill. Mag., Vol.13, Pg.805, 1966.

41. A. T. ENGLISH e W. A. BACKOFEN: " Recrystallization in Hot-worked silicon-iron", Trans. Metall. Soc. AIME, Vol.230, Pg.396, 1964.
42. P.R.MOULD e R. COTTERIL : " The effect of particle content and matrix grain size on the recrystallization of two phase aluminum- iron alloys", Journ. Mat. Sci., Pg.241, 1967.
43. J. W. CHRISTIAN: "The theory of transformation in metals and alloys", Pg.710 , Pergamon Press, 1965.
44. M.F. ASHBY e J. LEWIS: "On boundary of inclusion with migrating grain boundaries", em Surfaces and Interfaces II, Pg. 395, Syracuse University Press, 1968.
45. T. GLADMAN: " On the theory of the effect of precipitate particles on grain growth in metals", Proc. Roy. Soc. A, Vol.294, Pg.298, 1966.
46. C.S. SMITH: "Grain , Phases and interfaces : a interpretation of microestructure", Trans. Metall. Soc. AIME, Vol.175, Pg.15, 1948.
47. H. P. STÜWE : " Driwing forces for recrystallization ", em Recrystallization of metallic materials, Pg.21, Dr. Riederer-Verlag GMBH, STUTTGART, 1971.
48. J.E. BURKE e D. TURNBULL: "Recrystallization and Grain Growth" , Progr. Met. Phys., Vol.3, Pg.220, 1952.
49. R.D. DOHERTY e R. W. CAHN : " Nucleation of new grains in recrystallization of cold-worked metals", Journ. Less-Common Met., Vol.28, Pag.279, 1972.
50. P.R. SPERRY: "Metallographic study of equilibrium relationships in 3S aluminum alloy", Journ. Met., Trans. AIME, Pg.145, 1955.

51. G.V. RAYNOR: " The effect on the compound $MnAl_6$, iron, cobalt and copper", Journ. Inst. Met., Pg.531, 1944.
52. W.H. DENNIS: "Metallurgy of non-ferrous metals", Pg.323, Sir Isac Pitman & Sons Ltd., 1963.
53. METALS HANDBOOK , ASM, Vol.1: " Properties and Selection", eighth edition, Pg. 940, 1961.
54. L.J. BARKER:" Revealing the grain structure of common aluminum alloy metallographic specimens", Trans. ASM, Vol.42, Pg. 347, 1950,.
55. R.E. SMALLMAN e K. H. G. ASHBEE:" Modern metallography ", Pg.53, Pergamon Press, 1969.
56. R.E. REED-HILL, C.R. SMEAL e LINDA LEE: "The examination of FCC Metals with polarized light", Trans. Metall, Soc. AIME, Vol.30, Pg. 109, 1964.
57. J.E. HILLIARD:" Applications of quantitative metallography in recrystallization studies", em Recrystallization, grain growth and textures, Pg.267, ASM, 1966.
58. J.E.HILLIARD:" Estimated grain size by intercept method", Met. Prog. Pg.99, 1964.
59. C.S. SMITH e L. GUTTMAN: "Measurement of internal boundaries in three dimensional structures by randon sectioning, AIME Trans., Vol.197 , Pg.81, 1953.
60. J.W. CAHN e W.C. HAGEL: "Theory of pearlite reaction", em Decomposition of austenite by diffusional process, Pg.131, Interscience Publishers, 1962.