



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

---

# CARACTERIZAÇÃO E CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO 6063 APÓS TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS

**IARA MARIA ESPÓSITO**

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

Orientador: Dr. Waldemar Alfredo  
Monteiro

SÃO PAULO  
2006

*Aos meus pais,  
Aos meus irmãos,  
Ao meu marido  
E a todos que direta ou indiretamente,  
participaram da realização deste trabalho*

*Ao meu amigo  
Que sempre me auxiliou...  
Obrigada!*

# **CARACTERIZAÇÃO E CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO 6063 APÓS TRATAMENTOS TERMOMECAÑICOS**

**Iara Maria Espósito**

## **RESUMO**

A liga de alumínio 6063 possui um grande interesse industrial, apresentando características que justificam o seu uso mais freqüente quando comparadas às demais ligas de alumínio: a capacidade de endurecimento por precipitação (pois são termicamente tratáveis) aliada à facilidade de serem extrudadas. Estas ligas apresentam elevada ductilidade, que permite o seu uso em operações que acarretam elevados graus de deformação, como a extrusão. Por esse motivo, as ligas Al-Mg-Si apresentam a maior parte do volume de ligas extrudadas.

Tendo em vista a freqüente utilização da liga de alumínio 6063, este trabalho estuda a caracterização e a recristalização da liga após a deformação plástica em diferentes graus de redução em área 20%, 50%, 70% e 90%, com tratamentos térmicos de 396°C, 462°C e 528°C e com tempos de recozimento em 1minuto, 10 minutos e 100 minutos – Tratamentos Termomecânicos.

Observou-se como resultados de uma forma geral, que os tratamentos com 1minuto nas amostras de Al6063 houve pouca ou

nenhuma alteração e ao aumentarmos o tempo de recozimento para 10 minutos e depois para 100 minutos os processos de recuperação/recristalização se tornam evidentes e o crescimento de também é observável para os tempos de tratamento em 100 minutos.

# KINETIC CHARACTERIZATION AND OF RECRYSTALLIZATION OF THE ALUMINUM ALLOY 6063 AFTER S WORK WARDENING TREATMENT

**Iara Maria Espósito**

## *ABSTRACT*

The aluminum 6063 alloy possesses a great industrial interest, presenting characteristics that justify its frequent use, when compared to the other aluminum alloys: the precipitation hardening and high cold work capacity. These alloys present high ductility, that allows their use in operations with high deformation degrees, as the cold work.

The objective of this work is to show comparative analysis of the hardness Vickers of the commercial aluminum 6063 alloy, after cold work with different area reduction degree and thermal treatment.

Considering the frequent utilization aluminium 6063 alloy, this work studies the characterization and recrystallization of this alloy, after the plastic deformation in different area reduction degrees, thermal treatment and convenient treatment times – Thermomechanic Treatments.

## SUMÁRIO

	Página
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	8
<b>2. OBJETIVO</b> .....	10
<b>REVISÃO DA LITERATURA</b>	
3. – O Alumínio.....	11
3.1. – Liga de Alumínio - Série 6XXX – Al-Mg-Si .....	13
<b>4. PROCESSOS TERMOMECAÑICOS</b> .....	15
4.1 – O Estado Encruado .....	16
4.2 – Microestrutura e Deformação Plástica .....	17
4.2.1 – Deformação Heterogênea na Microestrutura .....	20
4.3 – O Tratamento Térmico.....	20
4.4 – Recuperação .....	21
<b>OS ESTÁGIOS DA RECUPERAÇÃO</b>	
4.4.1 – Aniquilação das discordâncias .....	22
4.4.2 – Configurações estáveis de discordâncias .....	22
4.4.3 – Crescimento de subgrãos .....	24
4.5 – Recristalização .....	24
4.5.1 – Nucleação e Recristalização.....	27
4.5.2 – Cinética de Recristalização .....	29
4.5.3 – Recristalização de ligas na presença de segundas fases.....	29
4.5.4 – Recristalização Secundária e Crescimento de Grão .....	30
<b>5. TÉCNICAS UTILIZADAS NO ESTUDO DA RECRISTALIZAÇÃO</b>	
5.1 - Microscopia Óptica.....	32
5.2 - Microscopia Eletrônica.....	33
5.2.1 - Microscopia Eletrônica de Transmissão .....	34
5.3 – Ensaio de Dureza .....	35
<b>6. - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL / METODOLOGIA</b>	
6.1 - Fluxograma.....	38
6.2 – Análise química das amostras da liga de alumínio 6063 .....	39
6.3 – Preparação - Deformação das amostras por laminação a frio .....	39
6.4 - Tratamentos Térmicos.....	39
6.5 - Preparação de Amostras para Microscopia Óptica .....	40
6.6 – Ensaio Microdureza Vickers após tratamento termomecânico .....	41
6.7 - Medida de Tamanho Médio de Grão .....	41
6.8 - Preparação de Amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	42



<b>7. - RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	
7.1 - Análise Química .....	43
7.2 – Deformação Plástica - Laminação .....	43
7.3 - Microscopia Óptica .....	44
7.3.1 – Liga de alumínio 6063 - 20% de redução em área .....	45
7.3.2 - Liga de alumínio 6063 - 50% de redução em área .....	49
7.3.3 - Liga de alumínio 6063 - 70% de redução em área .....	53
7.3.4 - Liga de alumínio 6063 - 90% de redução em área .....	57
7.4 – Microscopia eletrônica de Transmissão .....	61
7.5 – Tamanho Médio de Grão .....	64
7.6 – Ensaio de Dureza .....	66
<b>8. - CONCLUSÕES</b> .....	69
<b>9. – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	70

## 1. - INTRODUÇÃO

---

Na última década, materiais leves têm sido amplamente estudados e utilizados em componentes de peças e estampo nas indústrias: automobilística, naval, aeroespacial, além de uma infinidade de aplicações arquitetônicas como, por exemplo, portas, janelas, esquadrias, entre outras. Sua aplicação possibilita: reduzir a massa, aumentar a capacidade de carga e, quando há possibilidade, melhorar as propriedades mecânicas.

Os principais critérios para seleção desses materiais quanto às aplicações estruturais são: resistência mecânica específica (relação resistência-peso) e a rigidez específica, que difere em muito entre os vários materiais de liga leve <sup>[1]</sup>.

Dentre esses materiais, as ligas de alumínio têm destaque especial, devido não somente à leveza do material, mas também a certas propriedades mecânicas e a sua reciclabilidade <sup>[1,2]</sup>.

Principais aplicações do alumínio:

- **Indústria de transporte:** automóveis, caminhões, ônibus, autopeças de vagões, trailers, radiadores, rodas, carrocerias e implementos agrícolas.
- **Indústria de eletricidade:** cabos condutores, barramentos, eletrodutos, capacitores, lâmpadas e luminárias.
- **Máquinas e equipamentos:** Peças fundidas para máquinas industriais de mineração e de agricultura, componentes, tais como, chapas, tubos, perfis, chapas litográficas e peças usinadas.
- **Embalagens:** para medicamentos, bebidas e produtos alimentícios como, por exemplo, bisnagas, tubos rígidos,

tampas, cápsulas, latas, bandejas, recipientes térmicos e papel alumínio.

- **Bens de consumo:** eletrodomésticos, eletroeletrônicos, utensílios domésticos, máquinas de escritório, móveis, barcos, brinquedos e artigos esportivos.
- **Construção civil:** estruturas, portas, fachadas, box de banheiro, forros, divisórias, persianas, telhas, toldos, calhas, revestimentos internos, revestimentos externos, revestimentos de fachadas e silos.
- **Diversos:** Tubos para irrigação, explosivos, combustível para foguetes, esculturas, tintas metálicas, desoxidante na indústria siderúrgica e redutor na fabricação de ferro-ligas, etc.

O alumínio apresenta estrutura cúbica de face centrada (c.f.c.), parâmetro de rede  $a \approx 0,4041 \text{ nm}$ , baixa densidade, altos valores de condutividade térmica e elétrica, ductibilidade e resistência à corrosão.

As impurezas comuns encontradas no alumínio são: Fe, Si, Ti, Cu e Zn e estes, em geral, pioram as propriedades físicas previamente citadas. Contudo, a inclusão de certas concentrações de impurezas e tratamentos mecânicos (deformação plástica, por exemplo) pode melhorar a resistência mecânica e a dureza do alumínio e de suas ligas <sup>[1,3]</sup>.

Dentre as ligas de alumínio comerciais destacam-se as da série 6XXX, devido a sua facilidade de ser trabalhada, quando comparada, com as demais ligas termicamente tratáveis (Al-Zn-Mg e Al-Cu), sendo as ligas Al-Mg-Si as que apresentam maior soldabilidade e maior resistência à corrosão comparando-se as anteriores.

Da série 6XXX, a que estudaremos é a liga 6063 que apresenta duas características que justificam o uso mais freqüente quando comparada às demais liga de alumínio: a capacidade de endurecimento por precipitação (é termicamente tratável) e têm, também, uma elevada ductilidade, permite o seu uso em operações que acarretem elevados graus de deformação, como, por exemplo, a extrusão.<sup>[4]</sup>

## 2. - OBJETIVO

---

Este trabalho estuda a recuperação e recristalização da liga de alumínio comercial 6063(Al-Mg-Si).

Seu objetivo é a análise dos aspectos microestruturais resultantes de processamentos mecânicos a frio (deformação plástica) e tratamentos térmicos posteriores que resultem na recuperação e recristalização da microestrutura da liga de alumínio comercial 6063.

O processo de recuperação e recristalização pode ser acompanhado por diversas técnicas analíticas, como por exemplo, a microscopia óptica, microscopia eletrônica de transmissão, testes de microdureza, entre outras, evidenciando a recristalização da liga de alumínio comercial 6063 e as características microestruturais obtidas.

## REVISÃO DA LITERATURA

---

### 3 - O ALUMÍNIO

O alumínio é o metal mais abundante na crosta terrestre do nosso planeta. E, embora existindo em grandes quantidades, o alumínio só podia ser encontrado em seu estado metálico em pequenas quantidades no início do século XIX, permanecendo como curiosidade até 1886, quando estudos independentes de Heroult, na França e de Hall nos Estados Unidos, resultaram um método de extração eletrolítica, que permitiu que a produção de alumínio pudesse se tornar viável economicamente.

Desde então, as excelentes propriedades de engenharia apresentadas pelo alumínio e suas ligas, têm sido exploradas comercialmente, e a emergência do alumínio como metal comercial tem sido função da disponibilidade de grandes quantidades de energia elétrica.<sup>[5]</sup>

O alumínio é obtido a partir do minério bauxita, que é constituído, usualmente, por 40 a 60% de alumina hidratada e impurezas como óxidos de ferro, sílica e titânia.

A bauxita é formada pelo desgaste do tempo de rochas que contém alumínio, tais como granito e basalto, quando expostas a condições de clima tropical. Sabe-se que as maiores reservas do minério são encontradas na Austrália, no Brasil e na Guiana.

A produção de alumínio a partir da bauxita envolve dois processos distintos, isto é, numa primeira etapa é produzida alumina, e na seguinte o alumínio é extraído eletroliticamente desta alumina.

Normalmente, a produção de uma tonelada de alumínio requer quatro toneladas de bauxita, que produz 1,9 toneladas de alumina, a partir da qual são produzidos 1.000 kg de alumínio. Outros materiais são também consumidos em quantidades significativas: 0,3 tonelada de óleo combustível e 0,45 tonelada de carbono. O fator mais crítico no processo, no entanto, é o consumo de energia elétrica que está na faixa de 14.000 kWh por tonelada de alumínio produzido.<sup>[5]</sup>

O alumínio é um metal que na sua forma pura apresenta baixa densidade, estrutura cúbica de face centrada, c.f.c., boa resistência à corrosão, condutividade térmica e elétrica, soldabilidade e conformabilidade, resistência mecânica significativa, entre outras propriedades (Tabela 1)<sup>[6]</sup>. Na forma de suas ligas, essas propriedades se mantêm ou são alteradas em função das necessidades de suas aplicações.

**Tabela 1.** Algumas propriedades do Alumínio.

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

As nomenclaturas das ligas de alumínio produzidas comercialmente indicam sua pureza, modificações da liga e os principais elementos de liga que as compõe, assim, o primeiro dígito indica o grupo de liga, e os dois últimos identificam a liga de alumínio ou indicam a sua pureza. O segundo dígito indica as modificações da liga original ou os limites da pureza. Assim, temos a seguinte nomenclatura para as ligas de alumínio (Tabela 2)<sup>[7]</sup>.

**Tabela 2.** Nomenclatura para as ligas de alumínio.

Tipo da liga Série de 4 dígitos	Principal elemento de liga
1XXX	pureza > 99,00% de Al
2XXX	Cobre
3XXX	Manganês
4XXX	Silício
5XXX	Magnésio
6XXX	Magnésio e Silício
7XXX	Zinco
8XXX	Outros elementos
9XXX	Não Usado

Fonte: IADS – International Alloy Designation System  
(Sistema Internacional de Designação de Ligas)

### 3.1. – LIGA DE ALUMÍNIO – SÉRIE 6XXX – AL-MG-Si<sup>[8]</sup>

Foi introduzida em 1921 a liga Al 6051, com 1%Si e 0,5%Mg; foi um dos primeiros casos de sucesso de ligas envelhecíveis sem Cu. Outras versões mais aperfeiçoadas resultaram, em 1928, na liga Al 6151 de maior resistência mecânica e ductibilidade. Com 1%Mg e 0,6%Si, a liga Al 6061, sendo utilizada para fins estruturais, sua composição apresenta a exata proporção de Mg e Si para a formação de  $Mg_2Si$ , e contém, ainda, 0,25%Cu e de 0,05 a 0,35%Cr.

O ano de 1944 marcou a introdução da liga de alumínio 6063, muito usada em extrudados. Com 0,67%Mg e 0,4%Si, em sua composição básica, embora seja possível se encontrar variantes especiais.

Outras ligas contendo teores de liga maiores foram desenvolvidas seqüencialmente: 6066 em 1954, 6070 em 1962 e 6013 em 1983.

As ligas 6009 e 6010 foram introduzidas em 1976, suprimindo a necessidade de uma liga conformável numa condição específica de têmpera (nomenclatura internacional para condição de tratamento termomecânico específico), mas que envelhecesse durante a secagem da pintura de automóveis <sup>[9]</sup>.

Na Tabela 3, temos a composição química, padrão, da amostra da liga de alumínio 6063.

**Tabela 3** – Composição química padrão da liga de alumínio 6063 <sup>[10]</sup>

Elemento	Si	Mg	Fe	Cr	Cu	Zn	Mn	Ti	Outros
%	0,20	0,45	0,35	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,15
%(Máximo)	0,60	0,90	max	max	max	max	max	max	max

Fonte: The Aluminum Association.

Nas ligas de alumínio da série 6XXX o magnésio e o silício combinam-se para formar o composto intermetálico  $Mg_2Si$  que, antes de atingir o equilíbrio no superenvelhecimento, é o responsável pelo endurecimento dessas ligas. A solubilidade do precipitado  $Mg_2Si$  na matriz rica em alumínio aumenta com a elevação da temperatura. O tratamento de solubilização e envelhecimento artificial controlado permite esta precipitação, a partir de uma solução sólida supersaturada. Isso favorece a formação de precipitados finos e uniformemente distribuídos, que acarretam um aumento na dureza do material <sup>[11]</sup>.

Os aumentos da dureza com o tempo e a temperatura de envelhecimento estão relacionados com o crescimento dos precipitados  $Mg_2Si$ . A queda de dureza, que ocorre para tratamentos térmicos a altas temperaturas e/ou longos tempos de envelhecimento, está relacionada, com o crescimento excessivo destes precipitados, favorecendo o movimento das discordâncias quando de uma solicitação mecânica, o que possibilita o amolecimento da liga, e que caracteriza o superenvelhecimento.

A Tabela 4 é apresentado em ordem de percentual de concentração, o principal elemento da liga de alumínio 6063 e impurezas, e seus principais efeitos. <sup>[12]</sup>.

**Tabela 4** - Principais elementos de liga e suas impurezas.

Elemento	Concentração	Efeito
<b>MAGNÉSIO</b>	No Al 17,4% Liga Comercial 5,5%	Aumento da resistência sem o decréscimo significativo da ductilidade. Provoca a precipitação



		de $Mg_2Si$ , que é uma fase endurecedora.
<b>FERRO</b>	≈ 0,04%	Impureza mais comum no alumínio. Apresenta-se na forma de compostos intermetálicos grosseiros, em combinação com o Al e outros elementos.
<b>SILÍCIO</b>	0,01 a 0,15%	Depois do Fe, é a impureza mais comum no Al comercial. É também o principal elemento de liga para ligas fundidas; em ligas trabalháveis é usualmente empregado juntamente com o Mg, produzindo as ligas envelhecíveis da série 6XXX.
<b>MANGANÊS</b>	0,10%	Efeito endurecedor; Controla a estrutura de grãos, além de aumentar a resistência mecânica. Dificulta a recuperação e inibe a recristalização e o crescimento de grão. Principal elemento da série 3XXX.
<b>COBRE</b>	2 a 10%	Impureza na liga de Al-6063. Favorece o endurecimento por precipitação durante o envelhecimento.
<b>NÍQUEL</b>	0,04%	Aumenta a resistência (em teores de até 2%), porém reduz a ductilidade. É adicionado às ligas Al-Cu e Al-Si para aumentar a dureza e resistência em temperaturas elevadas e para reduzir o coeficiente de expansão térmica.
<b>ZINCO</b>	0,04%	A adição de outros elementos (Mg e Cu) juntamente com o Zn produz ligas de Al de mais alta resistência mecânica. Adições em quantidade diminuta de Cr, Zn ou Mg têm efeito significativo no aumento da resistência destas ligas, pelos seus efeitos sobre a estrutura de grãos.
<b>CROMO</b>	0,35%	Impureza no Al de pureza comercial, com grande influência sobre a resistividade elétrica.
<b>TITÂNIO</b>	Até 100ppm	É usado principalmente como elemento refinador dos grãos em peças fundidas e em lingotes, utilizando-se, também, o Boro em conjunto com o Ti (na forma de $TiB_2$ ), para esta finalidade.

#### 4 – PROCESSOS TERMOMECÂNICOS

O processamento termomecânico, isto é, a conformação plástica a frio ou a quente e os tratamentos térmicos (recozimento)

aplicados controladamente irão definir a microestrutura, e as propriedades dos metais e suas ligas.

De toda a energia empregada durante a deformação plástica, a maior parte desta energia é perdida na forma de calor e parte ficará retida na forma de defeitos, lacunas, discordâncias e maclas, proporcional ao aumento da deformação aplicada. Essa energia retida torna o material termodinamicamente instável. Na etapa de deformação plástica a frio, somente 2 a 10 % <sup>[13]</sup> de toda a energia aplicada é retida no corpo ficando na forma de defeitos cristalinos levando, principalmente ao endurecimento do material, encruamento, ou seja, diminuindo a ductibilidade e aumentando a tensão de escoamento.

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

A etapa de recuperação é formada por um conjunto de fenômenos que determinarão a diminuição da quantidade dos defeitos gerados durante a deformação plástica, porém, sem a ocorrência da migração de contornos de alto ângulo<sup>[14]</sup>. Nesta etapa, parte das propriedades originais é restaurada.

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

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

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

#### 4.1 – O ESTADO ENCRUADO

O estado encruado é resultado do processo de deformação mecânica tanto a quente quanto a frio. O resultado mais notado desse processo é o aumento da dureza do material<sup>[15]</sup>.

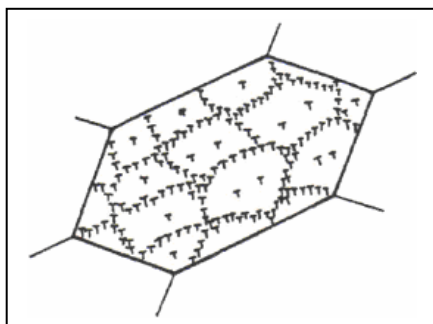
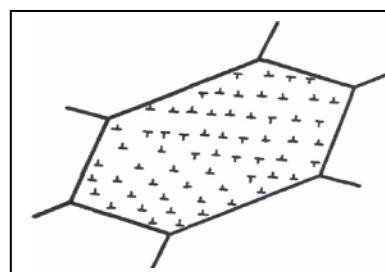
Os fenômenos de recuperação e recristalização são determinados pela quantidade de energia armazenada durante os processos de deformação plástica. Dessa forma, a condição microestrutural do estado encruado irá determinar o desenvolvimento, o crescimento e a orientação dos núcleos que originarão os grãos durante a recristalização. A microestrutura do metal deformado será afetada em função da pureza do material, sua orientação, temperatura, taxa e grau da deformação.

Os materiais não se comportam da mesma forma, e um dos fatores que determinam o comportamento de deformação da microestrutura do metal é a Energia de Defeito de Empilhamento (EDE)<sup>[13]</sup>. Metais com baixa EDE tendem a formar uma distribuição mais homogênea das discordâncias (Figura 1), porém, com menor mobilidade, isto é, as discordâncias têm mais dificuldade de se aniquilarem, pois estão muito afastadas entre si. O resultado é a dificuldade de ocorrer fenômenos do tipo escorregamento cruzado (*cross-slip*) e escalagem de discordâncias (*climb*). Materiais com alta EDE apresentam uma

distribuição de discordâncias com uma associação muito grande entre elas (Figura 2). Essa associação faz com que as discordâncias tenham maior mobilidade facilitando a aniquilação das discordâncias de sinais opostos. Daí o fato de metais com elevada EDE apresentarem menor densidade de discordâncias que um metal de baixa EDE, quando considerado um mesmo grau de deformação. O alumínio é um metal c.f.c. com alta EDE,  $163 \text{ erg/cm}^2$ <sup>[16]</sup>.

A presença de elementos adicionados à solução sólida altera a EDE inicial do metal, alterando a distribuição das discordâncias e, por conseguinte, as propriedades deste material<sup>[13]</sup>.

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



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

A temperatura na qual se conduz o encruamento tem papel crucial nas alterações microestruturais do material. Pequenas alterações na temperatura produzem grandes alterações na microestrutura do material. O encruamento em temperaturas baixas tende a diminuir a mobilidade das discordâncias além de diminuir a EDE<sup>[13]</sup>. Isso significa diminuir a ductilidade do material.

#### 4.2. – MICROESTRUTURA E DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

A etapa de deformação plástica do material introduz uma série de alterações na microestrutura<sup>[13]</sup>. A forma inicial dos grãos será mudada para uma mais alongada, sendo que a área de contorno dos grãos aumentará significativamente, incorporando parte das discordâncias geradas durante a deformação. Interiormente os grãos também sofrem alterações com o desenvolvimento de subestruturas antes inexistentes.

Como mencionado, os fenômenos de recuperação e recristalização são dependentes da microestrutura desenvolvida com os processos de deformação plástica. Metais com elevada EDE tendem a desenvolver, de um modo geral, estruturas de discordâncias com baixa energia alternando entre regiões com elevada densidade de discordâncias (paredes de células) e regiões de baixa densidade de discordâncias (interior de células e subgrãos), chamadas de *Low-Energy Dislocations Structures, LEDS*<sup>[17]</sup>.

Numa escala mais abrangente, a classificação dos grupos de células de discordâncias (*Cell Blocks, CBs*), para pequenas e médias deformações (50% de deformação) pode ser dada por elementos de volume chamado de paredes de discordâncias densas (*Dense Dislocation Walls, DDWs*) e microbandas (*Microbands, MBs*). Quando são consideradas deformações bem mais significativas, as alterações tornam-se mais pronunciadas tornando as células de discordâncias mais achatadas, surgindo os contornos de alto ângulo chamados lamelares (*Lamellar Boundaries, LBs*) em substituição aos DDWs e MBs <sup>[18]</sup>. Estas estruturas terão papel fundamental no processo de recuperação em ligas de alumínio encruado.

Os contornos de discordâncias incidentais (*Incidental Dislocation Boundaries, IDBs*), são originados das paredes das células que, por sua vez, são formados quando as discordâncias interagem entre si, de modo absolutamente aleatório, compartilhando os mesmos sistemas de deslizamento e posterior emaranhamento. As diferenças crescentes nas orientações entre as diferentes partes do cristal oriundas do processo de

deformação são acomodadas pela presença dos DDWs, MBs e LBs. Esses contornos são classificados como *Geometrically Necessary Boundaries*, GNBs. No material em deformação, a separação entre os GNBs e IDBs diminui com o aumento da força aplicada. Inversamente, o aumento da força aplicada, isto é, o aumento da deformação tende a diminuir a diferença de orientação entre as regiões limitadas por esses contornos.

Num processo onde a deformação plástica é sempre crescente, regiões com predominância da microestrutura lamelar tendem a produção de contornos de grãos de alto ângulo dividindo em regiões distintas. Após deformações da ordem de 90%, um metal de alta EDE apresenta um número de contornos de alto ângulo maior que o número inicial de contornos de grãos. Esse comportamento pode ser observado na deformação plástica de policristais. Bay e col., em 1992, observaram que, para pequenas deformações da ordem de 10 a 50%, o alumínio de alta pureza laminado a frio apresentava uma microestrutura formada de células de discordâncias, blocos de células (*Cell Blocks*, CBs), DDWs e MBs.

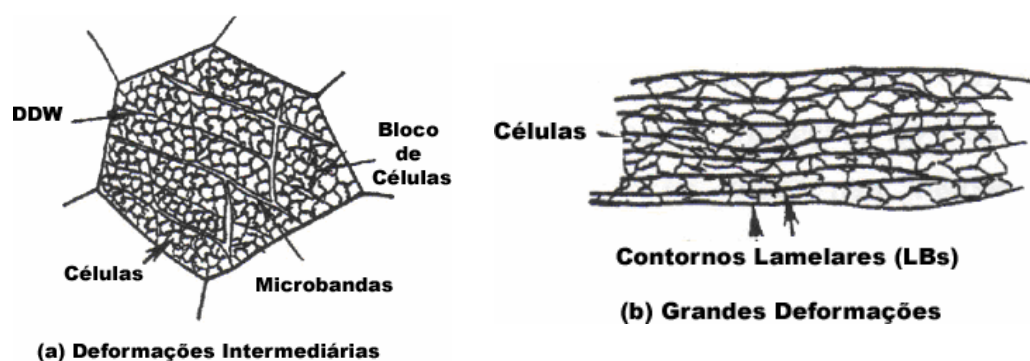
Nos metais de alta EDE, pequenas deformações da ordem de 10%, apresentam uma microestrutura predominante de células que evolui para uma onde há predominância de blocos de células, DDWs e MBs quando deformadas entre 20 e 50%. Com a elevação da deformação para cerca de 70%, a estrutura das células e blocos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

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

aplicado 90% de deformação, caracterizado pelo surgimento de subgrãos equiaxiais.

A análise dos fenômenos, individual e coletiva, leva a um modelo onde a deformação aplicada pode ser acompanhada pela evolução da microestrutura de materiais com características distintas no que diz respeito a estrutura cristalina e EDE<sup>[18]</sup>, (Hughes e Hansen, 1997, Hughes, 1993, Hughes e Hansen, 1993).

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



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

#### 4.2.1. – DEFORMAÇÃO HETEROGÊNEA NA MICROESTRUTURA

De uma forma geral, os materiais, mesmo os de alta pureza, não apresentam uma estrutura homogênea. Assim, para o alumínio, os processos de deformação plástica geram uma estrutura heterogênea, devido à ocorrência de deslizamentos de diversas origens<sup>[18]</sup>. Dessa forma, a distribuição de defeitos cristalinos em um material encruado é heterogênea o que leva a concluir que muitas características dos materiais são devidas a essa heterogeneidade.

As regiões que contém maior quantidade de defeitos cristalinos são aquelas que apresentam heterogeneidade na formação. A partir dessas regiões é que são iniciadas as nucleações da recristalização, pois contém os núcleos potenciais formados durante a deformação plástica.

Uma vez que os metais têm características diferentes, naqueles em que há formação de bandas de transição, de cisalhamento e maclas mecânicas, a nucleação deverá se iniciar nas intersecções das heterogeneidades ou próximas a elas [13,19,20].

#### 4.3 – O TRATAMENTO TÉRMICO

Os processos de produção do alumínio e fabricação de suas ligas levam, normalmente, ao acúmulo de tensões residuais nesses materiais. Essas tensões podem ser prejudiciais para a seqüência de fabricação da peça ou mesmo para a sua vida útil<sup>[6]</sup>. Para que essas tensões sejam eliminadas ou minimizadas, são aplicados tratamentos térmicos de acordo com o tipo da liga, forma e tamanho das peças, processo de fabricação e condições de trabalho.

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

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

Nos metais deformados a frio, as mudanças microestruturais que ocorrem logo após o recozimento, acontecem de maneira a diminuir a energia armazenada na deformação plástica, e ocorre por mecanismos de redução e rearranjo de defeitos cristalinos, que se dão separadamente outros simultaneamente, podendo ocorrer de forma controlada ou mesmo sem qualquer controle. Os fenômenos que correspondem as mudanças



microestruturais são chamados de recuperação e recristalização, que será estudado a seguir.

#### 4.4. – RECUPERAÇÃO

---

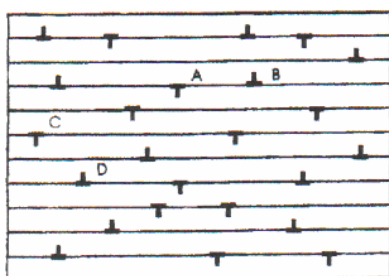
A recuperação compreende fenômenos que levam a restauração parcial da microestrutura do material advinda da deformação plástica<sup>[22]</sup>. A recuperação ocorre de duas maneiras: durante o recozimento após as etapas de deformação plástica é classificada como recuperação estática, porém, quando ocorre durante a deformação plástica em temperaturas acima da ambiente é denominada recuperação dinâmica. O segundo caso é mais comum entre os metais de elevada EDE. Como as propriedades dos materiais estão intrinsecamente relacionadas ao seu estado microestrutural, a recuperação pode ser avaliada medindo-se as alterações nas propriedades mecânicas, resistividade elétrica e tensões residuais.

Para a restauração total ou parcial da microestrutura inicial, os fenômenos associados ao processo de recuperação estarão relacionados ao tipo do material e a sua pureza, à deformação aplicada ao material e às temperaturas aplicadas durante as etapas de deformação plástica e de recozimento. Assim, a aniquilação de lacunas e migração de defeitos puntiformes em direção aos contornos de grãos e discordâncias ocorrerá em temperaturas acima de  $0,2.T_f$ , onde  $T_f$  é a temperatura absoluta de fusão. Na região entre  $0,2$  a  $0,3.T_f$  os fenômenos predominantes serão a aniquilação e rearranjo de discordâncias de sinais opostos fazendo com que os subcontornos dos grãos se tornem mais aparentes, o que irá caracterizar uma estrutura de contornos de baixos ângulos<sup>[19]</sup>. Outras estruturas, como a formação de subgrãos somente ocorrem em temperaturas superiores, normalmente acima de  $0,4.T_f$ , quando há energia suficiente para que o escorregamento e a escalada ocorram em grande escala.

## OS ESTÁGIOS DA RECUPERAÇÃO

### 4.4.1 – ANIQUILAÇÃO DAS DISCORDÂNCIAS

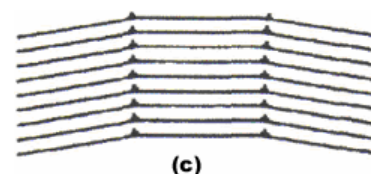
São dois os fenômenos principais que levam à aniquilação de discordâncias. Primeiro, quando discordâncias que atuam no mesmo plano de escorregamento, porém com sinais opostos, deslizam uma em direção à outra. E segundo quando discordâncias em planos de escorregamento diferentes e com vetores de Burgers opostos, combinam escorregamento e escalada para se aniquilar. Neste caso, só ocorre em temperaturas elevadas, pois há necessidade de maior energia para que a escalada ocorra. A representação desses fenômenos é apresentada na Figura 4.

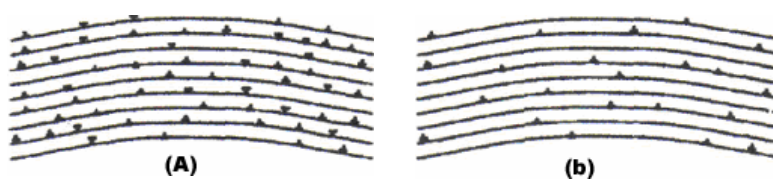


**Figura 4.** Representação de uma distribuição de discordâncias em cunha onde ocorre a aniquilação de discordâncias de sinais opostos, A e B, e aniquilação de discordâncias com vetores de Burgers opostos em planos distintos, C e D.

### 4.4.2. – CONFIGURAÇÕES ESTÁVEIS DE DISCORDÂNCIAS

**Poligonização:** Considere a distribuição de discordâncias produzida pela flexão de um cristal simples e que foi deformado com um único sistema de deslizamento, Figura 5. Se a distribuição envolver uma quantidade desigual de discordâncias de sinais opostos, estas não poderão ser aniquiladas totalmente, remanescendo a diferença que, durante o processo de recozimento será rearranjada em uma ou mais configuração de menor energia. Esses arranjos assumem configurações regulares ou estarão presentes em contornos de baixo ângulo.





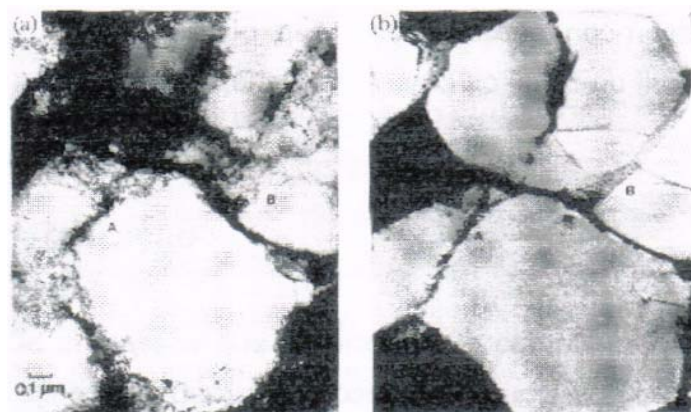
(b) aniquilação de sinais opostos e,

(c) rearranjo das discordâncias remanescentes em um arranjo geométrico.

**Figura 5.** (a) Cristal deformado e as discordâncias resultantes, somente das discordâncias

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

A formação de subgrãos pode ser observada em uma seqüência de duas micrografias<sup>[19]</sup>, Figura 6, obtidas por um microscópio eletrônico de transmissão de alta voltagem (HVEM). As imagens são de uma amostra de alumínio deformada a 10%. Na primeira imagem **(a)** observa-se que a estrutura resultante da deformação plástica é constituída por células cujas paredes são constituídas por discordâncias desordenadas e pela presença de quantidade significativa de discordâncias no interior das mesmas. O processo de recozimento *in situ* (250 °C por 2 minutos), ou seja, no interior do microscópio eletrônico, levou ao aniquilamento de discordâncias, resultando em subgrãos definidos, diminuição da densidade de discordâncias no interior dos subgrãos e uma pequena alteração na natureza e na orientação dos contornos formados, imagem **(b)**.



(a)

(b)

**Figura 6.** Micrografia de uma amostra de alumínio deformada a 10% obtida em microscópio eletrônico de transmissão.

(a) após a deformação e

(b) após tratamento a 250 °C por 2 minutos. A recuperação se deu pela formação de subgrãos e definição dos contornos.<sup>[19]</sup>

#### 4.4.3 – CRESCIMENTO DE SUBGRÃOS

A etapa seguinte à formação de subgrãos é o seu crescimento<sup>[23]</sup>. O crescimento dos subgrãos leva à diminuição da área dos contornos de baixo ângulo e ocorre somente porque a energia no material recuperado ainda continua alta, já que o material totalmente recristalizado apresenta uma subestrutura com menor energia, ou seja, mais estável.

O mecanismo mais aceito para explicar o crescimento de subgrãos baseia-se na migração de contornos de baixo ângulo. Durante a migração do subgrão ocorre a absorção de discordâncias provocando alteração na sua orientação gerando no final um contorno de alto ângulo. Por esse mecanismo fica mais evidente a formação de regiões de baixas densidades de discordâncias, uma vez que o mecanismo se baseia na poligonização, os efeitos são aniquilados rearranjando-se numa estrutura de baixa energia.

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

#### 4.5 – RECRISTALIZAÇÃO

---

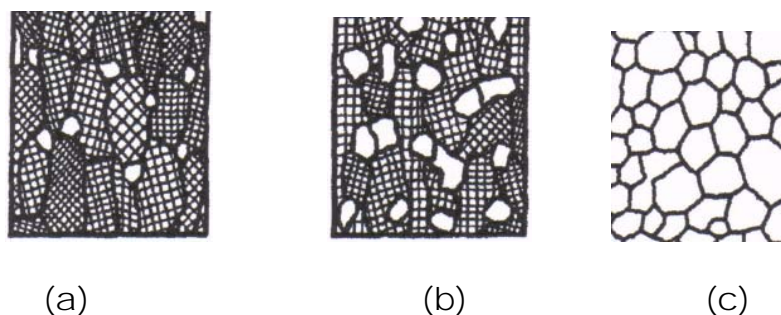
Recuperação e recristalização são dois fenômenos basicamente diferentes. Em um recozimento isotérmico, a velocidade com que ocorre o processo de recuperação sempre decresce com o tempo, isto é, o processo se inicia rapidamente e vai tornando-se cada vez mais lento, conforme vai sendo consumida a força motriz da reação. Por outro lado, a cinética da recristalização é bem diferente, pois ocorre por processos de nucleação e crescimento. Da mesma maneira que para outros processos desse tipo, a recristalização durante um recozimento isotérmico se inicia lentamente, aumenta até um valor máximo de velocidade de reação, e logo após volta a ser lenta. O processo de recuperação se inicia no começo do ciclo de recozimento, justificando a liberação inicial de energia, enquanto a recristalização começa mais tarde, sendo responsável pela segunda liberação de energia, que é maior que a inicial.

Um termo metalúrgico usado freqüentemente é “temperatura de recristalização”, isto é, a temperatura na qual um determinado metal, com uma certa porcentagem de deformação a frio, recristalizará totalmente em um período finito de tempo, esta temperatura depende, do tempo de aquecimento, pois, períodos de tempo mais longos dão aos átomos a oportunidade de se rearranjarem, portanto, a recristalização ocorre normalmente em temperaturas mais baixas, conseqüentemente, a temperatura necessária para a recristalização depende das forças que mantêm os átomos unidos, considerando-se o fato de que a energia térmica necessária para a fusão está relacionada com as forças entre os átomos. Dessa forma, é de se esperar que haja correlação entre a temperatura de fusão e a de recristalização, embora existam exceções, a temperatura de recristalização está entre um terço e metade da temperatura absoluta de fusão<sup>[23]</sup>.

Os processos que determinam e compreendem a recristalização do alumínio e suas ligas devem ser conhecidos uma vez que estão associados a vários fenômenos como a liberação da energia armazenada durante o encruamento, o aumento da densidade, a diminuição da dureza e da resistividade, entre outros<sup>[13]</sup>. Esses fenômenos afetam a facilidade com que o material pode ser trabalhado e as suas características pós esse trabalho, determinando a sua correta aplicação ou não.

O processo de recristalização pode ser entendido como o resultado de um conjunto de alterações na microestrutura de um material em decorrência de tratamento térmico onde os grãos formados estão livres de defeitos, ou seja, com menor energia acumulada<sup>[25]</sup>. Esse processo pode levar à formação de grãos de dimensões fora do comum, assim, o conjunto de fenômenos que levam à formação dos grãos é chamados de recristalização primária, Figura 7, e o posterior crescimento dos grãos até tamanhos exagerados é conhecido por recristalização secundária ou também de crescimento anormal de grão, também pode ser interpretado como a eliminação de defeitos na microestrutura por migração de contornos de alto ângulo. Uma região livre de defeitos associada a um contorno de alto ângulo pode crescer avançando sobre as regiões encruadas. A recristalização, isto é, a migração de contornos de alto ângulo prossegue até que os grãos formados se encontrem. Nesta situação, a recristalização primária está terminada.

O processo de recozimento de algumas ligas pode conduzir ao seu amolecimento sem que haja a formação e migração dos contornos de alto ângulo.



**Figura 7.** Representação esquemática da recristalização primária.

- (a) O material encruado apresenta indícios do início da recristalização com a formação de grãos livres de defeitos.
- (b) O processo segue com o aumento considerável do número de grãos livres de defeitos;
- (c) Termina com o encontro dos contornos de alto ângulo, o que caracteriza o fim do processo de recristalização do material.

Uma interpretação generalizada dos fatores que determinam o processo de recristalização nas chamadas Leis da Recristalização<sup>[13]</sup>. Nessas condições, a recristalização do material é aceita em função do tamanho os grãos na microestrutura inicial e da quantidade de deformação e temperatura de recozimento. Considerando-se a recristalização como um processo dominado pêlos fenômenos de nucleação e crescimento de grãos resultantes de processos de tratamentos térmicos controlados, essas leis podem ser aplicadas para a maior parte dos casos.

#### **LEIS DA RECRISTALIZAÇÃO**

- 1) "Para que a recristalização ocorra é necessária uma deformação mínima",
- 2) "Quanto menor o grau de deformação, mais alta é a temperatura para o início da recristalização",
- 3) "Quanto mais longo o tempo de recozimento, menor a temperatura para o início da recristalização",
- 4) "O tamanho de grão final depende fortemente do grau de deformação e pouco da temperatura de recozimento. Quanto maior o

grau de deformação e/ou menor a temperatura de recozimento, menor será o tamanho do grão final",

- 5) "Quanto maior o tamanho de grão inicial, maior será a deformação necessária para que a recristalização se complete no mesmo intervalo de tempo e temperatura de recozimento",
- 6) "O grau de redução necessário para se obter um mesmo endurecimento por deformação (encruamento) aumenta com o aumento da temperatura de deformação. Para um dado grau de redução, quanto maior for a temperatura de deformação, maior será a temperatura de recristalização e maior será o tamanho de grão final",
- 7) "O aquecimento continuado após o término da recristalização causa crescimento de grão"

#### 4.5.1 – NUCLEAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO

Como mencionado, o início do processo de recristalização está associado à nucleação no material<sup>[24]</sup>. A nucleação da recristalização envolve mecanismos que irão levar ao rearranjo de discordâncias formando regiões livres de defeitos associadas a contornos de alto ângulo de alta mobilidade que têm a capacidade de migrar facilmente sobre a matriz encruada.

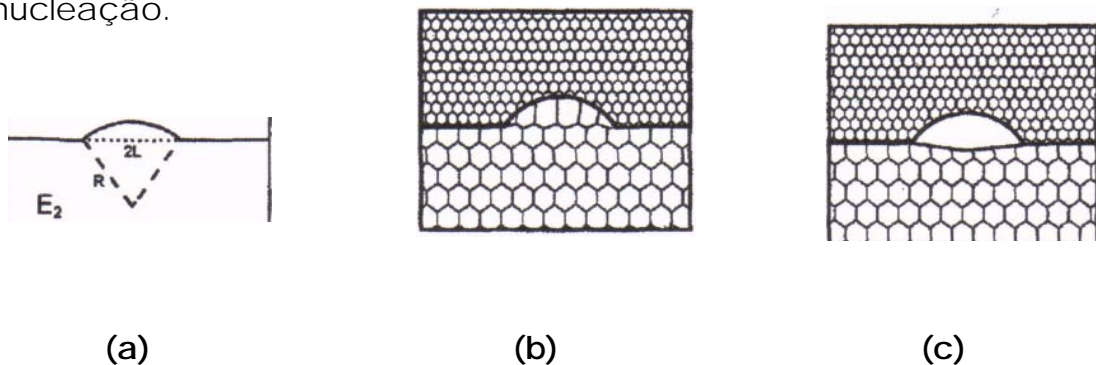
Dessa forma, a nucleação irá determinar o tamanho e a orientação dos novos grãos formados durante o processo de recristalização. Existem vários mecanismos que procuram explicar os mecanismos envolvidos na nucleação. A teoria clássica da nucleação homogênea não será discutida, uma vez que é improvável que ocorra, pois, o potencial termodinâmico associado à recristalização é baixo e a energia de interface de um contorno de alto ângulo é elevada impossibilitando a formação das regiões livres de defeitos associadas a contornos de alto ângulo.



**Migração de contornos existentes induzidas por deformação:** Este mecanismo é aplicável para deformações menores do que 40% e considera que a migração de contornos preexistentes se dá para o interior de um grão mais deformado, Figura 8. Dessa forma, cria-se região livre de discordâncias com orientações similares aos grãos iniciais. Esse mecanismo ocorrerá somente se o balanço energético estiver favorável, isto é, se  $E_2 < E_1$  a migração ocorrerá no sentido onde a densidade de discordâncias for maior criando regiões livres de defeitos, ou seja, de menor energia.

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

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



**Figura 8.** (a) Condições para a ocorrência da migração de contornos: A energia do grão inferior  $E_2$  deve ser menor do que a energia  $E_1$  do grão superior, (b) Migração do contorno para região de maior energia e (c) formação de região livre de defeitos com menor energia.

2) A nucleação se desenvolve com o crescimento de subgrãos baseados no mecanismo que envolve a formação de regiões de baixa densidade de discordâncias (poligonização) circundadas por subcontornos.

3) A formação de um contorno de alto ângulo está associada à existência de um gradiente de orientação. As regiões do material onde existem

diferentes orientações de cristais ou um gradiente de orientação possuem alta energia armazenada. Nessas regiões, estão presentes contornos de baixo ângulo ou discordâncias que satisfazem geometricamente a acomodação de diferenças de orientação. Nessas condições os fenômenos de recuperação são preferenciais.

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

#### 4.5.2. – CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO

A recristalização pode ser tratada como um processo de nucleação segundo o modelo de cinética de Johnson-Mehl., supondo que, dependendo da temperatura, inicialmente existirão ***N*** domínios de núcleos por unidade de volume, ou seja, locais onde preferencialmente ocorrerá a nucleação. Este volume aumentará em todas as direções a uma taxa constante ***v*** até que os domínios entrem em contato uns com os outros.

Sendo a expressão geral dada por:

$$X = 1 - \exp\left[-\frac{4}{3}\pi v^3 N(t)t^3\right] \quad \text{Equação 1}$$

Onde: ***X***... fração ordenada;

***v***... volume;

***N***... número de núcleos por unidade de volume;

***t***...tempo

Como a relação entre a fração recristalizada (ordenada) e tempo é exponencial, pode-se optar por tempos de tratamento que segam este fator.

#### 4.5.3. – RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS NA PRESENÇA DE SEGUNDAS FASES

Adição de elementos a metais proporciona três de situações distintas no que concerne aos elementos de liga, do ponto de vista da recristalização<sup>[15]</sup>:

- 1) Os elementos de liga encontram-se em solução sólida;
- 2) Os elementos de liga encontram-se na forma de precipitados de segunda fase;
- 3) Os elementos de liga encontram-se na forma de uma segunda fase e a fração volumétrica desta segunda fase é alta.

Os efeitos desses elementos de segunda fase sobre a recristalização podem tanto estimular, como retardar a recristalização, dependendo do modo como a partícula interage com a microestrutura durante o processamento termomecânico.

Em ligas com dispersão de precipitados de segundas fases existem evidências que mostram o atraso do processo de recristalização. Tais partículas atuam como barreiras para a movimentação dos contornos de alto ângulo devido à força de ancoramento exercida pelas partículas sobre os contornos de grão. Se esta força for maior que a de movimentação de contornos, não haverá migração e, conseqüentemente, o núcleo de recristalização não poderá crescer, impedindo a recristalização<sup>[15,16]</sup>.

Trabalhos recentes mostram que a adição de zircônio a ligas Al-Mg atua ativamente nestes processos.

Em ligas supersaturadas e com defeitos cristalinos, partículas de segunda fase (tais como nas ligas Al-Mg-X, onde X é um microligante) precipitam na mesma faixa de temperatura na qual a recristalização pode ocorrer. Desta forma, precipitação e recristalização exercem influências mutuamente. As partículas que se precipitam impedem o rearranjo de discordâncias que irão dar lugar a frentes de recristalização e

a sua subsequente migração. Os defeitos presentes na rede cristalina aceleram a nucleação de determinadas fases que por sua vez pode afetar rearranjos de discordâncias e a migração de contornos de grão. Somente quando a recristalização é completada, antes do início da precipitação, as duas reações ocorrerão independentemente [6, 8].

#### 4.5.4 – RECRISTALIZAÇÃO SECUNDÁRIA E CRESCIMENTO DE GRÃO

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

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

**Recristalização secundária:** Com o término da recristalização primária, alguns grãos podem continuar crescendo além do que os demais, caracterizando um crescimento anormal de grãos também chamado de recristalização secundária. Os fatores que determinam esse crescimento

anormal são a heterogeneidade do tamanho de grão, a dispersão de partículas, a textura pronunciada e a espessura da amostra.

## 5 – TÉCNICAS UTILIZADAS NO ESTUDO DA RECRISTALIZAÇÃO

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

### 5.1. – MICROSCOPIA ÓPTICA

É a técnica mais antiga de observação metalográfica e também a mais difundida.

A microscopia óptica, entre outras técnicas de microscopia, destina-se às observações nas quais o aumento é geralmente menor que 1500 vezes, sendo, portanto, uma técnica destinada à observação de características microestruturais micrométricas. Por meio desta técnica pode-se observar contornos de grão e contornos de subgrãos (em alguns casos).

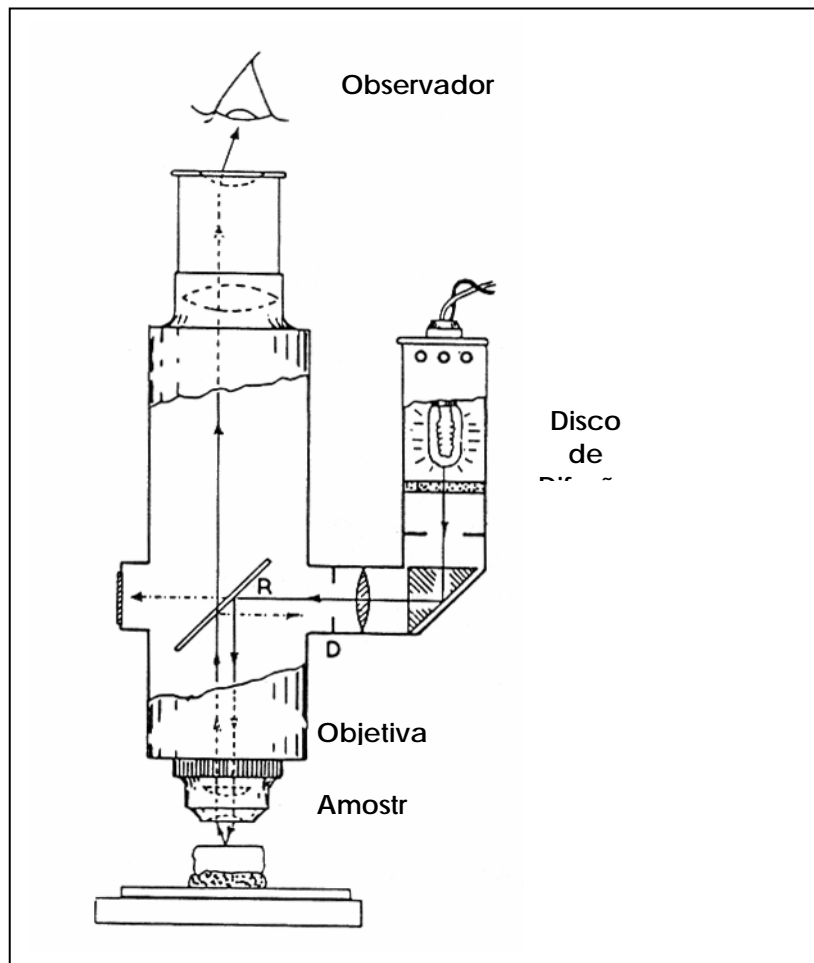
A observação é feita, num microscópio de reflexão tal como mostra a Figura 9<sup>[12]</sup>.

A preparação da superfície a ser observada segue os seguintes passos:

- 1) Lixamento da superfície totalmente plana da amostra;
- 2) Polimento, que pode ser manual ou mecanizado usando-se substâncias abrasivas muito finamente dispersa numa solução lubrificante, ou polimento eletroquímico onde a amostra sofre um ataque eletroquímico numa solução eletrolítica contendo um catodo e a amostra como sendo anodo. Em ambos os casos os objetivos são: nivelar a superfície, isto é atenuar as

irregularidades microscópicas, e em segundo lugar, espelhar a amostra, principalmente do ponto de vista microscópico.

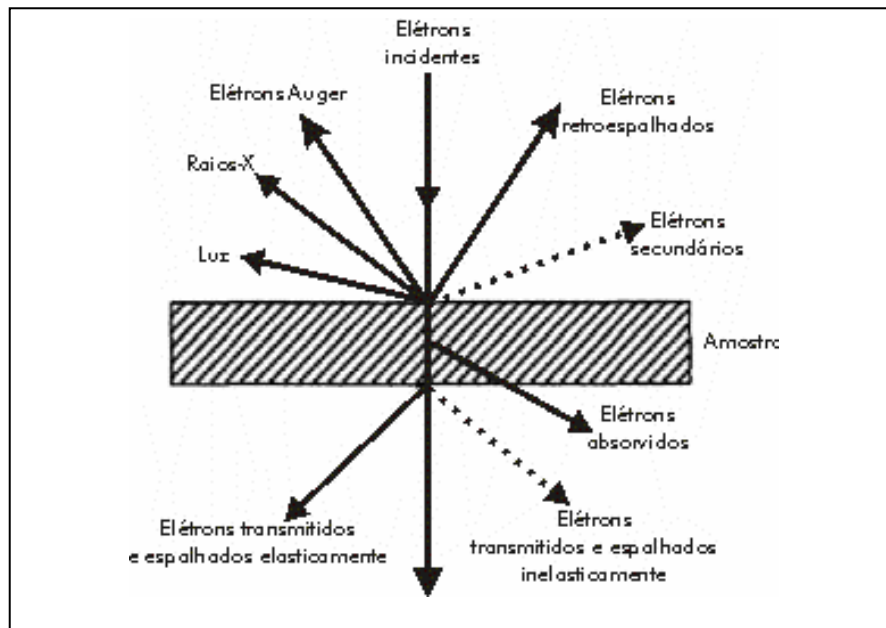
- 3) Ataque químico da superfície polida de forma a realçar certos constituintes da microestrutura de forma a torna-los observável ao microscópio óptico.



**Figura 9.** Representação esquemática de um microscópio óptico.

## 5.2 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA

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



ocorrem durante essa interação são representados na Figura 10.

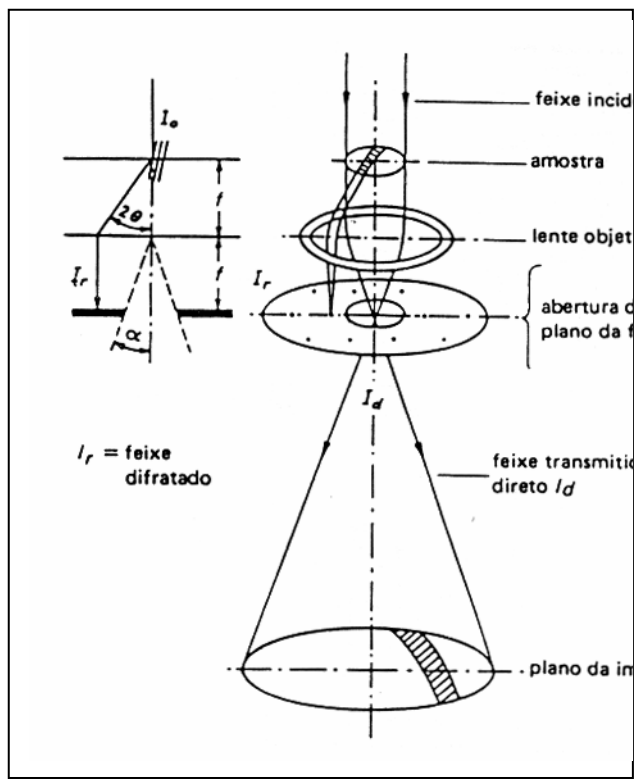
**Figura10.** Interação de elétrons com a matéria e os fenômenos associados.



### 5.2.1. Microscopia Eletrônica de Transmissão. MET:

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

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



**Figura 11.** Figura esquemática de um microscópio eletrônico de transmissão

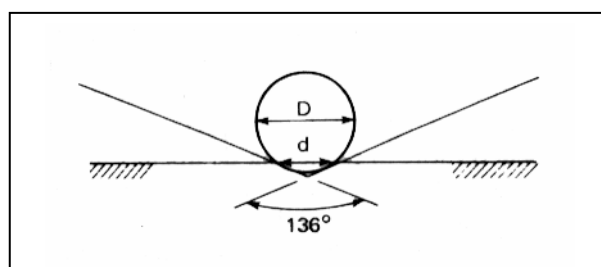
### 5.3. Ensaio de dureza

Uma das propriedades mecânicas mais utilizadas na especificação de materiais, na engenharia mecânica é definida como a “resistência à penetração de um material duro no outro” [27].

Pode-se dividir o ensaio de dureza em três tipos principais, que dependem da maneira com que o ensaio é conduzido; (1) por penetração; (2) por choque; (3) por risco. O ensaio por penetração, é mais largamente utilizados e diversos tipos de métodos aplicados, Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop e Meyer, neste estudo focaremos o Método Vickers, utilizado neste trabalho.

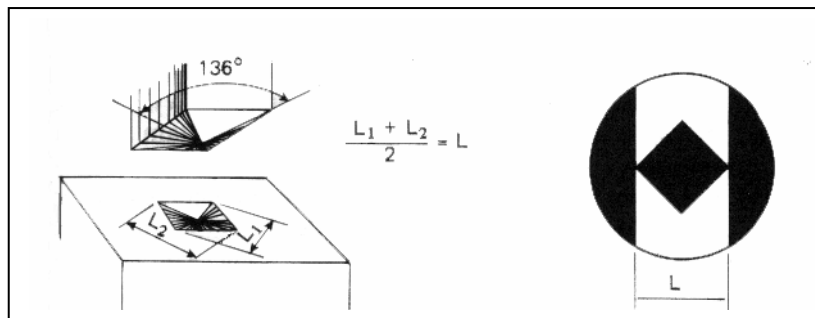
#### Dureza Vickers

Introduzida em 1925, utiliza-se um penetrador de diamante em forma de pirâmide de base quadrada, com um ângulo de  $136^\circ$  entre as faces opostas Figura 12.



**Figura 12.** Ângulo das tangentes à esfera.

Sendo o penetrador, Figura 13, praticamente indeformável por ser de diamante, praticamente todas as impressões são semelhantes entre si, a dureza Vickers (HV) é independente da carga, isto é, o número de dureza obtido é o mesmo qualquer que seja a carga usada para materiais homogêneos. A forma da impressão é um losango regular, ou seja, quadrada, e pela média  $L$  das suas diagonais, tem-se, conforme a expressão seguinte, a dureza Vickers.



**Figura 13.** Penetrador e impressão Vickers

Cálculo e unidades da medida de dureza Vickers:

$$HV = \frac{\text{carga}}{\text{área da superfície piramidal}} = \frac{2Q \sin \frac{136}{2}}{L^2}$$

ou seja,

$$HV = \frac{1,8544Q}{L^2} \quad \text{Equação 2.}$$

onde:

HV.... medida da dureza Vickers [N/mm<sup>2</sup> ou kgf/mm<sup>2</sup>]

Q... carga utilizada [N ou kgf]

L... diagonais, área medida [mm<sup>2</sup>]

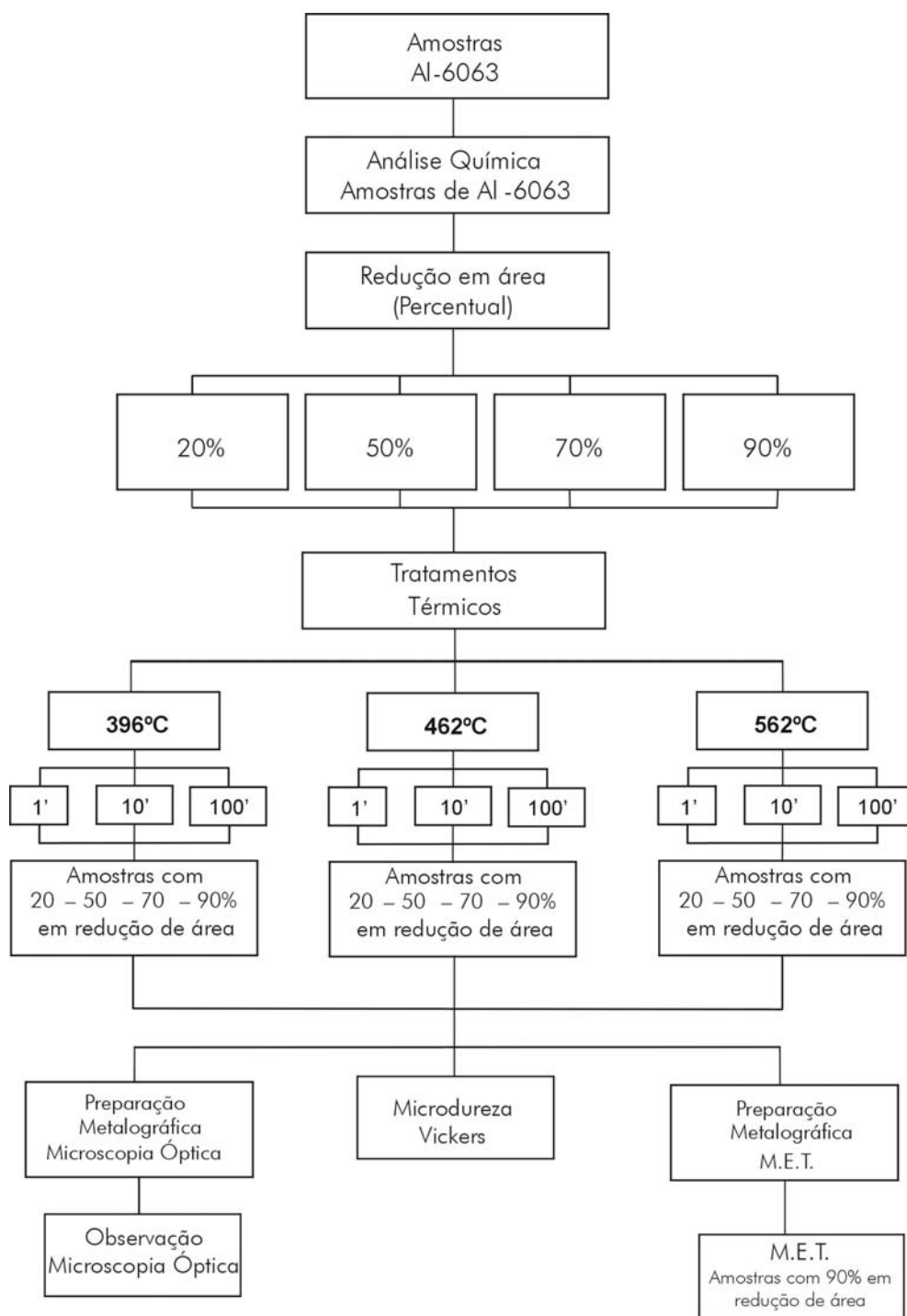
A área deve ser medida com precisão, e para esse fim existe um microscópio acoplado à máquina para a determinação das diagonais L. A carga é aplicada levemente na superfície plana da amostra, por meio de um pistão movido por uma alavanca e é mantida durante cerca de 18 segundos, depois do qual é retirada e o microscópio é movido manualmente até que focalize a impressão.

Vantagens do método Vickers:

- 1) Escala contínua;
- 2) Impressões extremamente pequenas que não inutilizam a amostra;
- 3) Grande precisão de medida;
- 4) Deformação nula do penetrador;
- 5) Existência de apenas uma escala de dureza;
- 6) Aplicação para toda gama de durezas encontradas nos diversos materiais
- 7) Aplicação em qualquer espessura de material podendo, portanto, medir durezas superficiais.

## 6. – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL / METODOLOGIA

### 6.1 - FLUXOGRAMA.



## **6.2 – ANÁLISE QUÍMICA DAS AMOSTRAS DA LIGA DE ALUMÍNIO 6063**

As amostras da liga de alumínio 6063 (Alcoa), utilizadas nestes experimentos, encontravam-se em forma de tarugo com área transversal aproximada de 31,37mm<sup>2</sup> e 15cm em seu comprimento.

Para caracterização química foram realizadas análises por Espectrometria de Fluorescência de raios-X (WDXRF)

## **6.3 – PREPARAÇÃO - DEFORMAÇÃO DAS AMOSTRAS POR LAMINAÇÃO A FRIO**

Foram retiradas amostras da liga de alumínio 6063, para laminação utilizou-se um laminador simples do tipo ourives com cilindros de 64mm de diâmetro, disponível no Laboratório de Metalurgia do Pó do CCTM.

A laminação das amostras ocorreu à temperatura ambiente utilizando-se incrementos de deformação constantes (0,1mm em cada passe), até alcançar as áreas desejadas.

Foram laminadas amostras com 20, 50, 70 e 90% em redução de sua área inicial.

## **6.4 - TRATAMENTOS TÉRMICOS:**

Foram realizados tratamentos térmicos pelas amostras de alumínio 6063 que passaram por processo de laminação a frio conforme descrito no item 6.3. O tratamento térmico foi realizado em um forno tipo mufla, Marca QUIMIS – Modelo 318D.

As amostras laminadas foram cortadas em chapas com cerca de 90mm em seu comprimento. As amostras foram tratadas em temperaturas que obedeciam a seguinte característica: 0,6T<sub>f</sub>, 0,7T<sub>f</sub>, 0,8T<sub>f</sub> [11], com tempos de 60s, 600s, e 6.000s, e resfriadas com água e gelo, conforme descrição na Tabela 5.

**Tabela 5** - Condições do Tratamento Térmico

Temperatura de fusão ( $T_f$ ) da Liga Al-6063	660°C (933 K)
Temperaturas: 0,6 $T_f$	396°C (669K)
– 0,7 $T_f$	462°C (735K)
– 0,8 $T_f$	528°C (801K)
Tempo de tratamento (em segundos)	60 – 600 - 6000
Forno utilizado	Tipo mufla
Resfriamento das amostras	Água + gelo

### 6.5 - PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA MICROSCOPIA ÓPTICA

Ao término dos tratamentos térmicos, as amostras foram novamente cortadas na ISOMET 2000 – fabricada por Buehler, para preparação metalográfica (Microscópio Óptico).

Os embutimentos das amostras, com secção longitudinal, foram realizados em resina fria Epofix Resin, fabricada por Struers, evitando a possível alteração dos resultados do tratamento térmico anteriormente realizado.

A preparação metalográfica das amostras laminadas e tratadas termicamente passou pela sequência usual e preparação das amostras para M.O., que consiste no desbaste por lixamento (lixas nº 400, 600, 800, 2500 de granulometria) em seguida por uma série de panos de polimento com abrasivo (pó de diamante em suspensão) para polimento metalográfico, sequência realizada 6µm, 3µm, 1µm, finalizando o processo com a sílica coloidal, para um melhor acabamento.

Finalizando a preparação, utilizou-se o método da dissolução eletrolítica, a solução utilizada como eletrólito foi: 700 ml de etanol, 120 ml

de água destilada, 100ml 2butox etanol e 68 ml ácido perclórico. O ataque eletrolítico foi feito no aparelho Electromet 4 – Electropolisher Cell Module - Buehler, disponível no Laboratório Metalurgia do Pó – IPEN, como catôdo foi utilizado uma placa de aço inoxidável e a amostra de alumínio com fio de cobre, a ser dissolvida, serviu como ânodo. O aparelho permite que se varie a tensão, com isso, pode-se escolher a voltagem de ataque. Optou-se por 12V o que gerou uma densidade de corrente de aproximadamente 0,2A.

Para a observação dos grãos, fez-se necessário atacá-las quimicamente, sendo que para o ataque foi utilizada uma solução de ácido fluorídrico (40% HF diluído em água), com tempo médio de ataque de 60s.

Para a observação e registro fotográfico utilizou-se o Microscópio Óptico Olympus BX60M, com câmera digital acoplada, marca Sony, modelo Hyper Had e software de registro DT Acquire.

## **6.7 – ENSAIO MICRODUREZA VICKERS**

Os ensaios da microdureza Vickers foram realizados em um microdurômetro Micromet da Buehler, instalado no Departamento de Engenharia Mecânica da EPUSP, com carga de 100g. Utilizaram-se amostras da liga de alumínio 6063, devidamente laminadas, tratadas e metalograficamente preparadas, como anteriormente descrito.

As impressões foram feitas suficientemente espaçadas, de modo a não interferirem mutuamente. Foram feitas, pelo menos, 10 impressões em cada amostra, medindo-se as duas diagonais.

## **6.7 - MEDIDA DE TAMANHO MÉDIO DE GRÃO**

Complementando o estudo que está realizado, mediu-se o tamanho dos grãos das amostras da liga de alumínio 6063, devidamente



tratadas, preparada metalograficamente e registrada através da câmera digital acoplada ao Microscópio Óptico. Utilizou-se o método do intercepto linear médio  $L^{[28]}$ , que representa a média das diagonais entre contornos de grão, de uma determinada amostra.

Realizaram-se estas medidas de grãos nos diferentes tipos de amostras de acordo com a redução em área (20%, 50%, 70% e 90%), posteriores temperaturas de tratamento (396°C, 462°C e 528°C), e diferentes tempos de tratamento pré-estabelecidos (1 minuto, 10 minutos e 100 minutos).

Em cada uma das imagens obtidas por M.O., foram realizadas medições em, praticamente, todos os grãos pertencentes à referida amostra, obtendo-se o tamanho médio de grãos para cada amostra.

## **6.8 Preparação das amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão**

Foram preparadas inicialmente amostras da liga de alumínio comercial 6063, laminadas tratadas termicamente para a observação em microscópio eletrônico de transmissão. Os procedimentos e técnicas estão descritos a seguir:

- 1) Corte de discos de 3mm de diâmetro de diversas regiões das diversas amostras;
- 2) Cuidadosa redução da espessura por desbaste mecânico em lixa 600 de granulometria;
- 3) Polimento eletrolítico automático;

A técnica utilizada para a preparação das amostras consiste em cortes por eletroerosão, discos de 3mm de diâmetro no equipamento disponível no laboratório de preparação de amostras para MET pertencente ao Departamento de Engenharia de Materiais/IPEN.

Após o corte, a amostra foi desbastada, com lixa 600, de forma a reduzir a sua espessura a algumas centenas de micrômetros, terminando

com o polimento eletrolítico automático de jato tipo Tenupol (Struers). O objetivo principal é a redução da espessura da região central, e o afinamento deve prosseguir até a perfuração, criando assim, áreas muito finas ao redor do furo, então a amostra é retirada e submetida ao processo de limpeza.

As amostras, preparadas, foram observadas, analisadas e documentadas em microscópio eletrônico de transmissão, JEOL JEM200C, e está disponível no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Transmissão do Departamento de Engenharia de Materiais/IPEN.

## 7. - RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 7.1 - ANÁLISE QUÍMICA

Na tabela 6, é mostrada a composição química da amostra da liga Al-6063, em estudo, realizado pelo CQMA/IPEN – Técnica analítica: Espectrometria de Fluorescência de Raios-X (WDXRF).

**Tabela 6** – Composição química da liga de alumínio 6063

Elemento Químico	Si	Mg	Fe	Mn	Cu	Ni	Zn	Cr	Ti
%	0,47	0,54	0,17	0,05	0,02	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Em comparação com a tabela 3, padrão para a liga de alumínio 6063<sup>[5]</sup>, nota-se que os elementos de liga em maior concentração, ou seja, Silício (Si) e Magnésio (Mg) apresentam-se com valores superiores ao divulgado na tabela padrão. Quanto ao Ferro (Fe), que é a impureza mais significativa e comum, observou-se que está em um percentual inferior, 0,17%, ao indicado na tabela padrão, 0,35%. Observam-se valores pouco significativos para as outras impurezas encontradas na referida liga.

### 7.2 – DEFORMAÇÃO PLÁSTICA – LAMINAÇÃO

O processamento mecânico, ou deformação plástica a frio realizado (redução em área) nos tarugos da amostra da liga de alumínio 6063 estão apresentados na Tabela 7.

**Tabela 7** - Processamento Mecânico – Laminação a frio

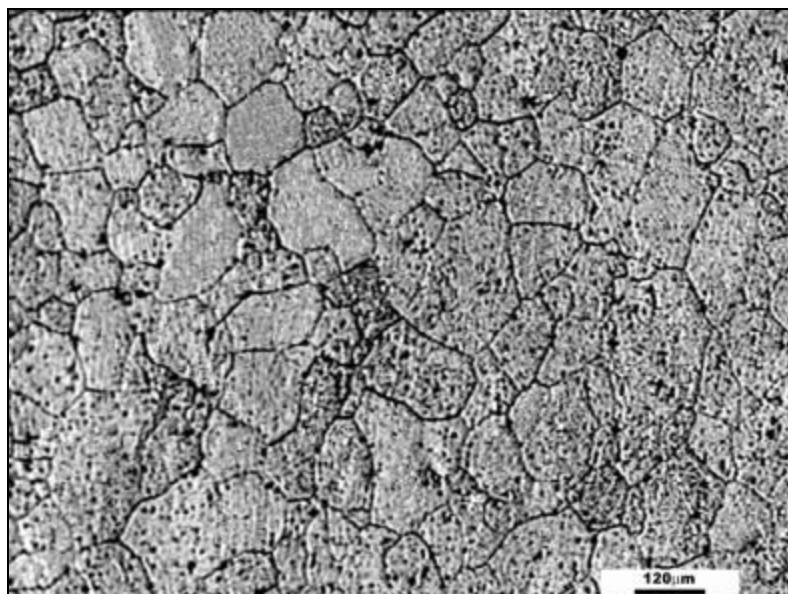
Redução em área	20%	50%	70%	90%
-----------------	-----	-----	-----	-----

Área Inicial ( $\times 10^{-5} \text{m}^2$ )	3,19	3,23	3,20	3,12
Área Final ( $\times 10^{-5} \text{m}^2$ )	$2,54 \pm 0,02$	$1,61 \pm 0,05$	$0,97 \pm 0,07$	$0,32 \pm 0,02$

### 7.3 - MICROSCOPIA ÓPTICA (M.O.)

As micrografias obtidas por meio da Microscopia Óptica mostram os estudos realizados nas amostras da liga de alumínio 6063, com deformação plástica (redução em área) em 20%, 50%, 70% e de 90%, temperaturas de tratamento de 396°C, 462°C e 528°C, tempos de tratamento estabelecidos em 1 minuto, 10 minutos e 100 minutos e ataque químico, com solução de ácido fluorídrico (40% HF diluído em água), com tempo médio de aproximadamente de 60s, conforme descrito anteriormente.

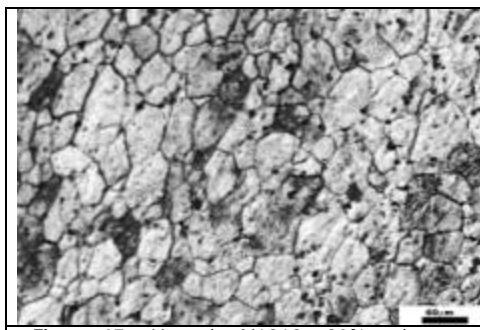
Foram registradas para cada deformação plástica, isto é, 20%, 50%, 70% e 90%, com as temperaturas de recozimento e tempos mencionados, as micrografias a seguir:



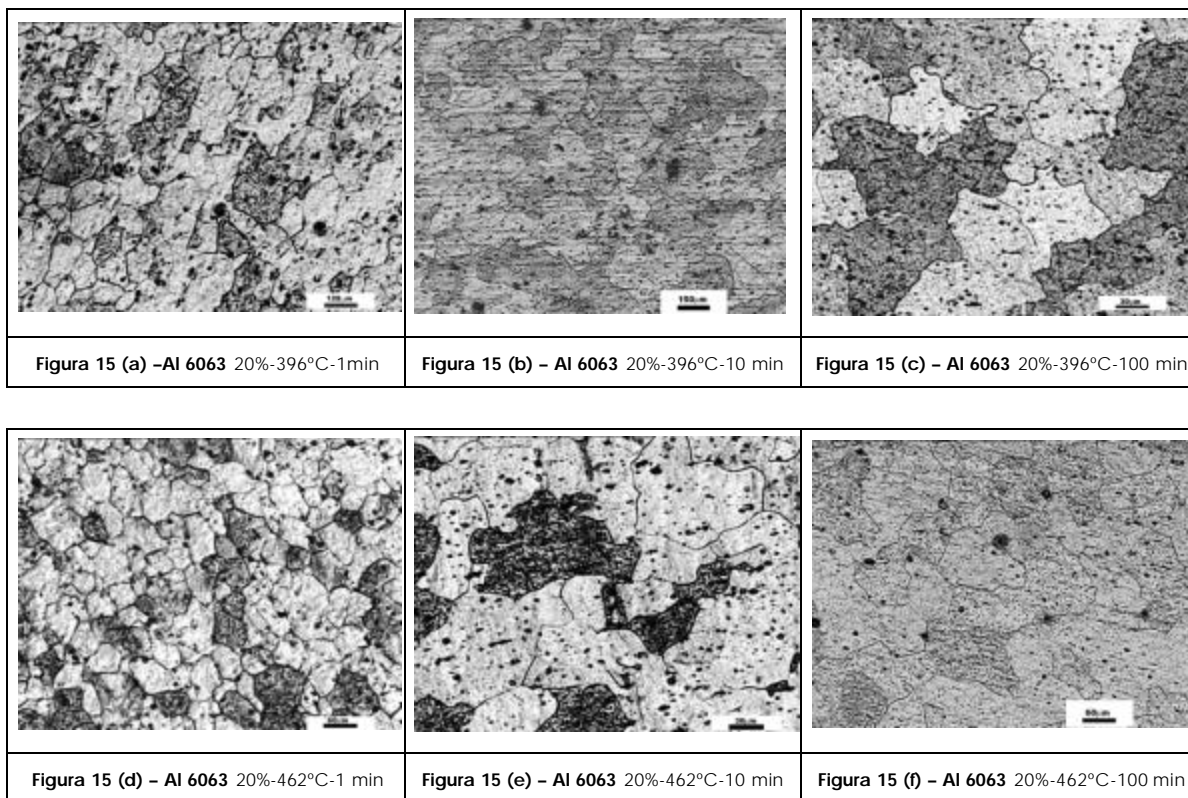
**Figura 14.** Liga de Al6063 – como recebido.

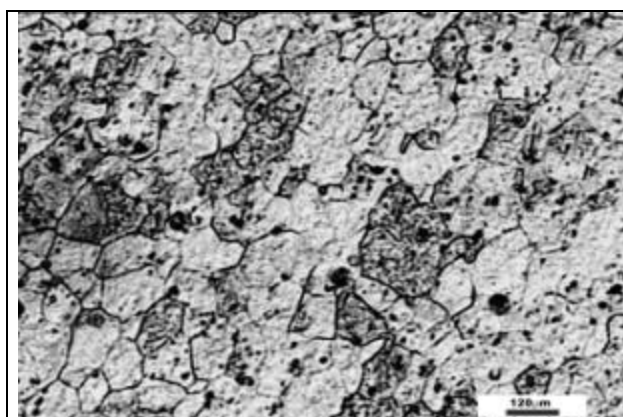
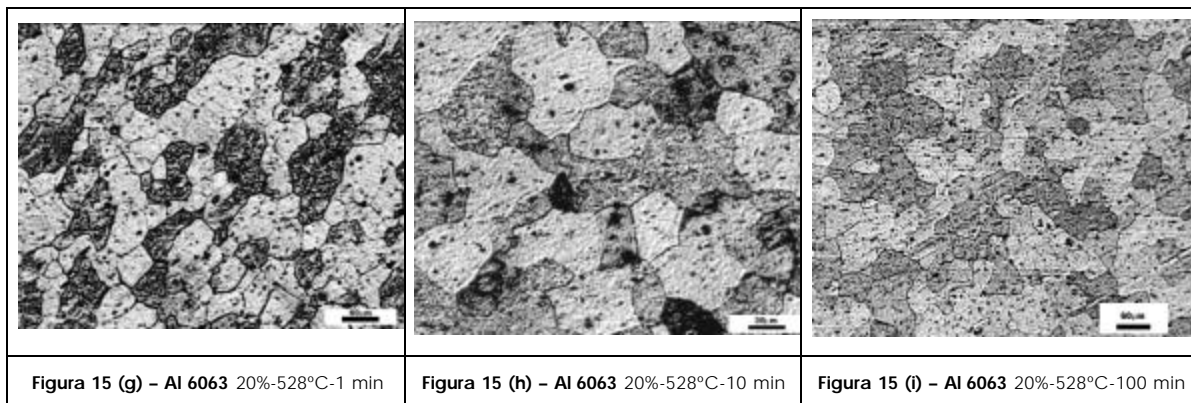
A figura 14 representa a amostra de alumínio 6063 sem qualquer tipo de tratamento termomecânico.

### 7.3.1 – LIGA DE ALUMÍNIO 6063 - 20% DE REDUÇÃO EM ÁREA



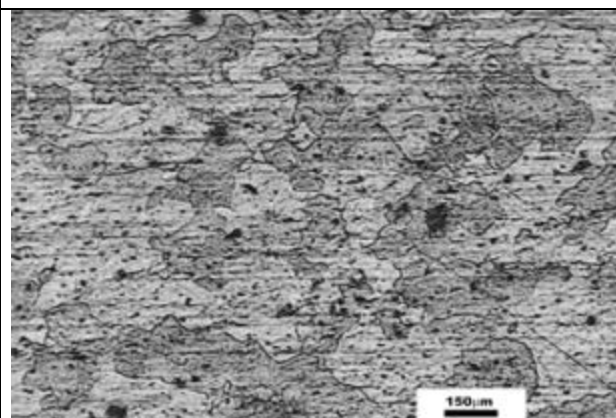
**Figura 15** – Liga de Al6063 – 20% redução em área - Sem T.T.



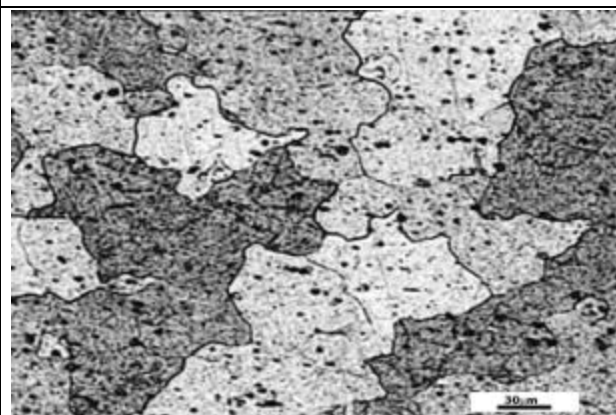


**Figura 15 (c) – Al6063 20%-396°C-100min**

**Figura 15 (a) – Al6063 - 20%-396°C-1min**



**Figura 15 (b) – Al6063 20%-396°C-10min**



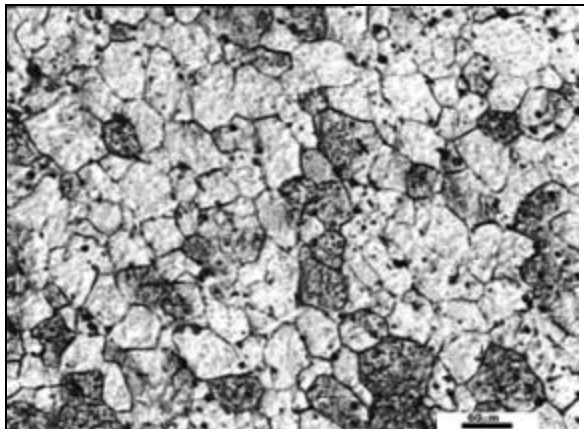
Micrografias da liga de alumínio comercial 6063, com deformação plástica de 20%, tratamento térmico em 396°C e tempos de tratamento de 1minuto, 10 minutos e 100 minutos.

Inicialmente, na figura 15(a), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 396°C, observa-se a formação / distribuição de grãos na área da amostra. Sendo a maioria dos grãos bem definidos, pouca deformação plástica, com uma certa quantidade de grãos alongados, no sentido da

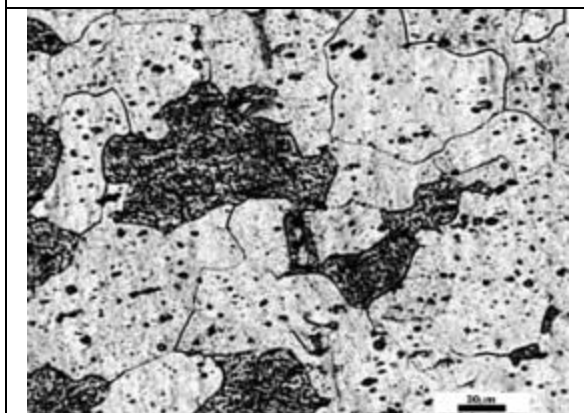
laminação, que são característicos dos materiais laminados.

Em 15(b), com o tempo de tratamento em 10 minutos, e temperatura a 396°C, observa-se grãos equiaxiais, indicando andamento do processo de recristalização da liga em estudo.

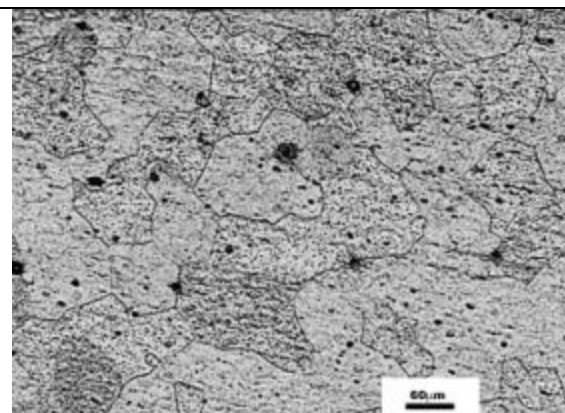
Em 15(c), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 396°C, com o aumento da temperatura observa-se um discreto aumento no tamanho dos grãos.



**Figura 15 (d) – Al 6063 - 20%-462°C-1min**



**Figura 15 (e) – Al 6063 - 20%-462°C-10min**



**Figura 15 (f) – Al6063 - 20%-462°C-100'**

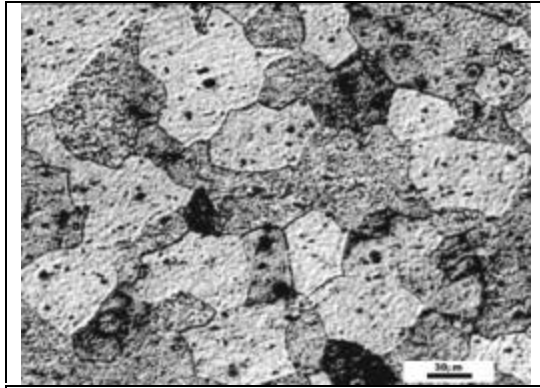
Micrografias da liga de alumínio comercial 6063, com deformação plástica de 20%, tratamento térmico em 462°C e tempos de tratamento de 1minuto, 10 minutos e 100 minutos.

Com a temperatura mais elevada os grãos da amostra da liga de alumínio 6063, têm grãos bem definidos.

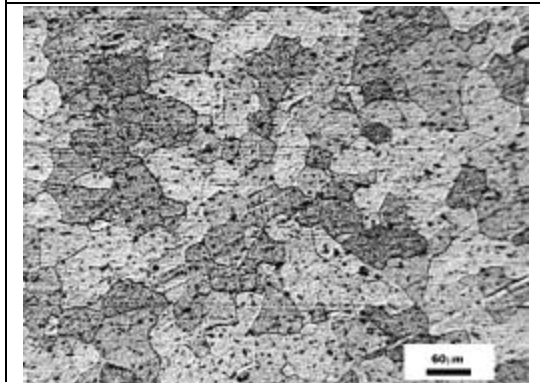
Na figura 15(d), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 462°C de recozimento, indica o processo de recuperação/ recristalização

avançado, pois os grãos estão em formatos equiaxiais.

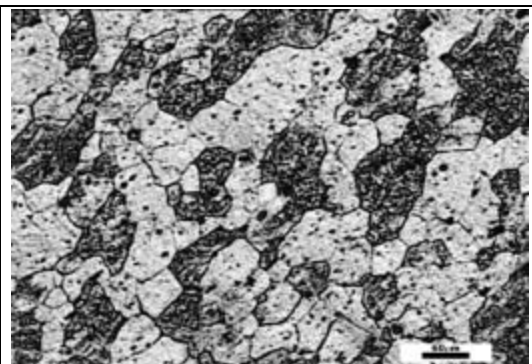
Observa-se na figura 15(e), com o tempo de tratamento em 10 minutos, e temperatura a 462°C, finalizado o processo de recuperação, o processo de recristalização está com indícios de crescimento de grãos. E, na figura 15(f), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 462°C, o processo de crescimento de grãos evidencia-se.



**Figura 15 (h) – Al6063 - 20%-528°C-  
10min**



**Figura 15 (i) – Al6063 - 20%-528°C-  
100min**



**Figura 15 (g) – Al 6063 - 20%-528°C-1min**

Micrografias da liga de alumínio comercial 6063, com deformação plástica de 20%, tratamento térmico em 528°C e



tempos de tratamento de 1 minuto, 10 minutos e 100 minutos.

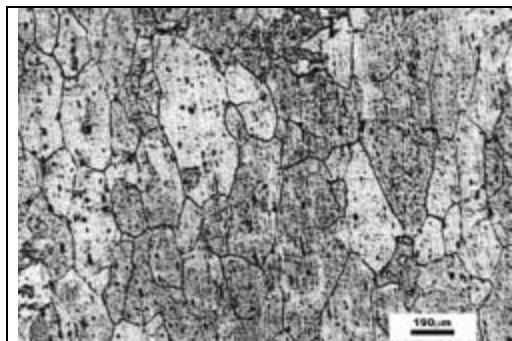
Com a temperatura mais elevada os grãos da amostra da liga de alumínio 6063, têm grãos com formato equiaxial.

Na figura 15(g), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 528°C de recozimento, indica o processo de recuperação/ recristalização bastante avançado.

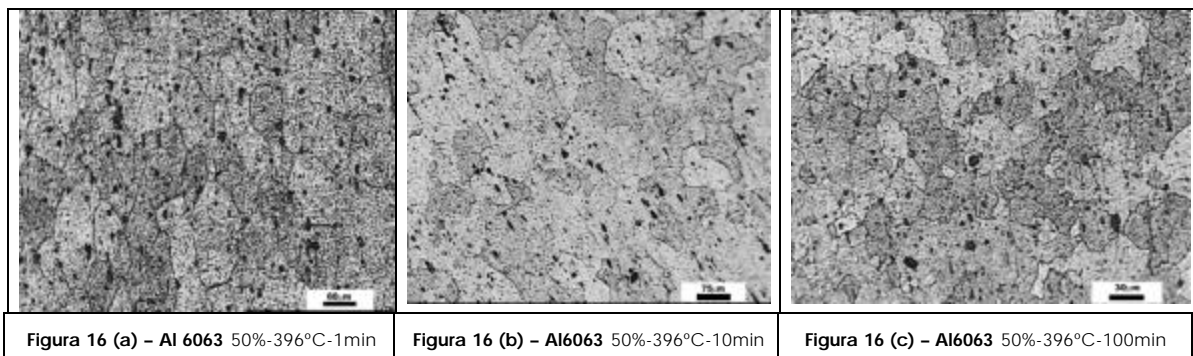
Observa-se na figura 15(h), com o tempo de tratamento em 10 minutos, e temperatura a

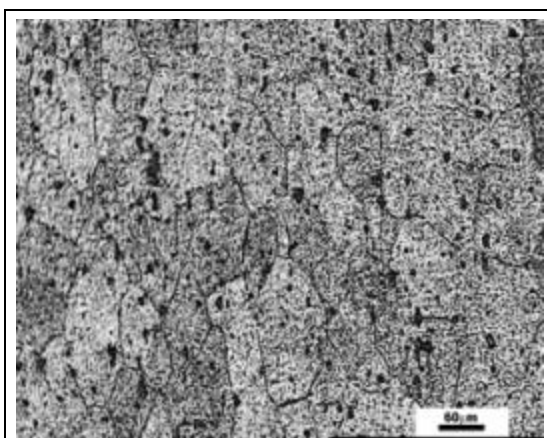
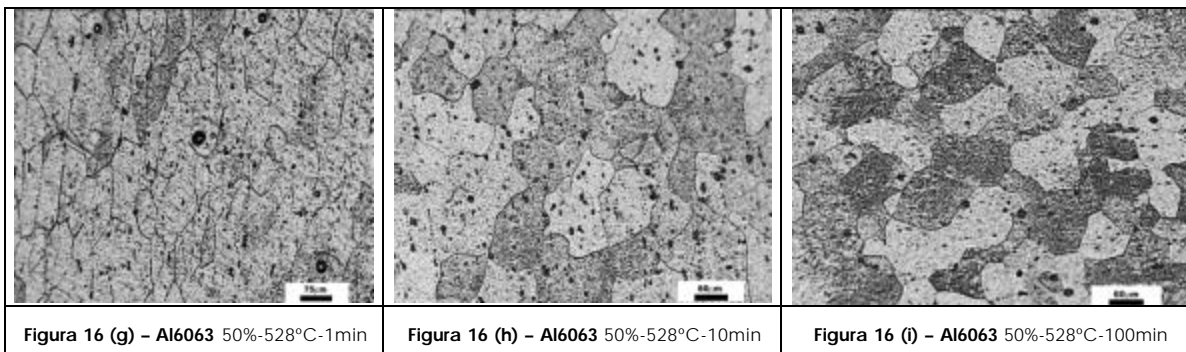
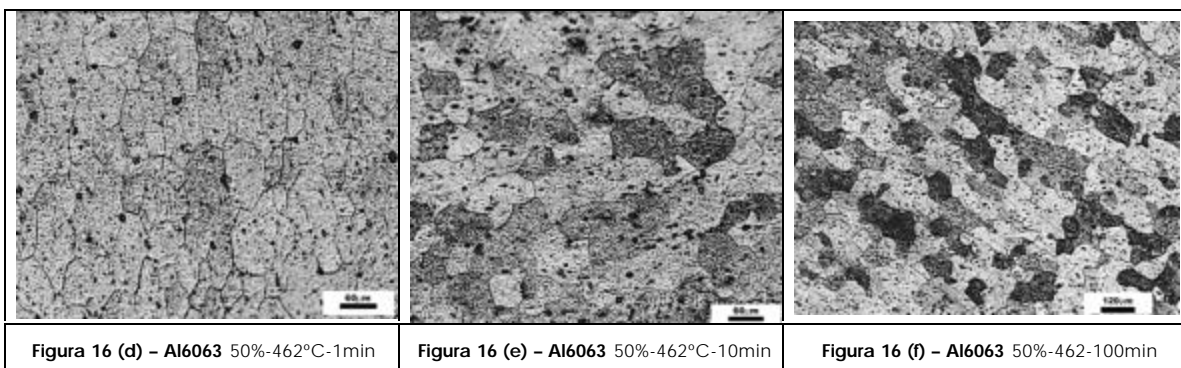
528°C, completado o processo de recuperação, o processo de recristalização está com indícios de crescimento de grãos. E, na figura 15(i), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 528°C, o processo de crescimento de grãos evidencia-se.

### 7.3.2 – LIGA DE ALUMÍNIO 6063 - 50% DE REDUÇÃO EM ÁREA

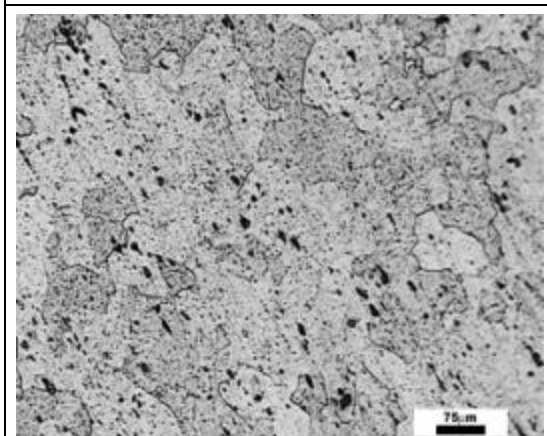


**Figura 16 – Figura 15** – Liga de Al6063 – 50% redução em área - Sem T.T.

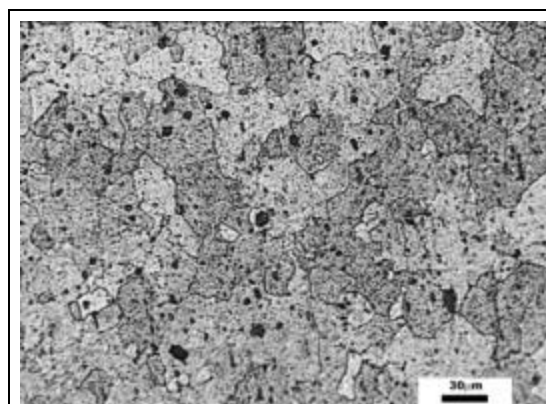




**Figura 16 (a) – Al6063 - 50%-396°C-1min**



**Figura 16 (b) – Al6063 50%-396°C-10min**



**Figura 16 (c) – Al6063 50%-396°C-100min**

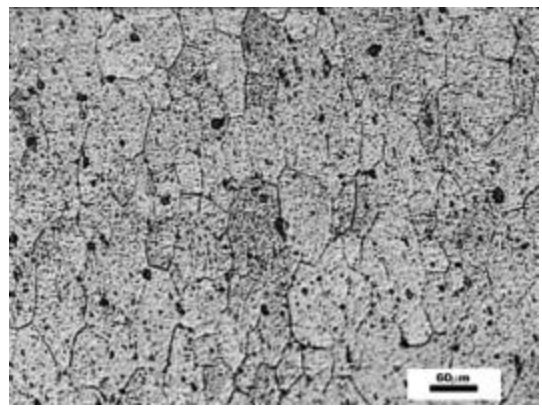
Micrografias da liga de alumínio comercial 6063, com deformação plástica de 50%,

tratamento térmico em 396°C e tempos de tratamento de 1 minuto, 10 minutos e 100 minutos.

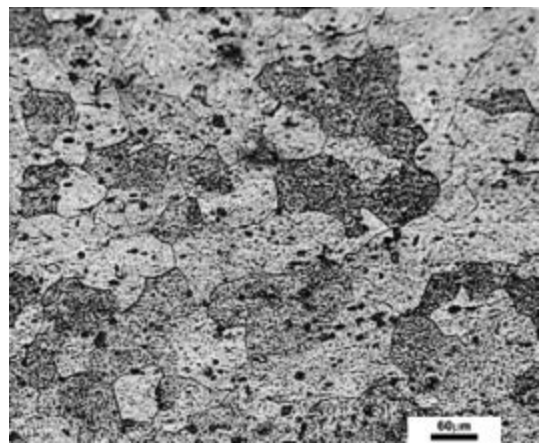
Na figura 16(a), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 396°C de recozimento, indicam grãos alongados justificados pelo estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063.

Observa-se na figura 16(b), com o tempo de tratamento em 10 minutos, e temperatura a 396°C, apresenta grãos mais regulares caracterizando o andamento do processo de recuperação/recristalização.

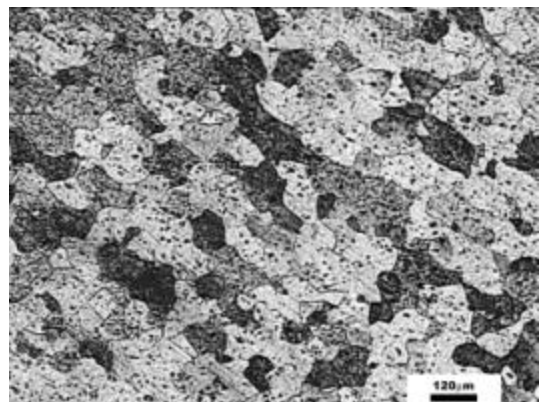
A figura 16(c), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 396°C, indica grãos equiaxiais, evidenciando a recristalização da liga.



**Figura 16 (d) – Al6063 50%-462°C-1min**



**Figura 16 (e) – Al6063 50%-462°C-10min**

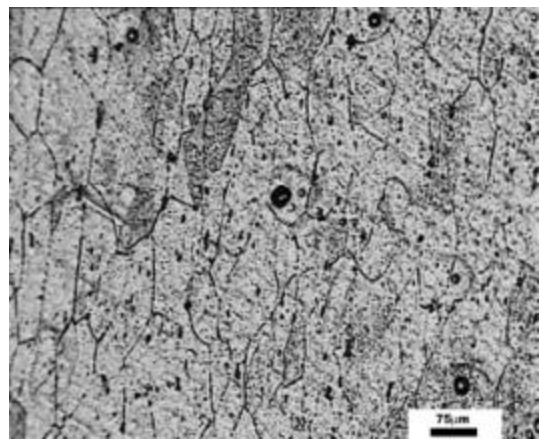


**Figura 16 (f) – Al6063 50%-462-100min**

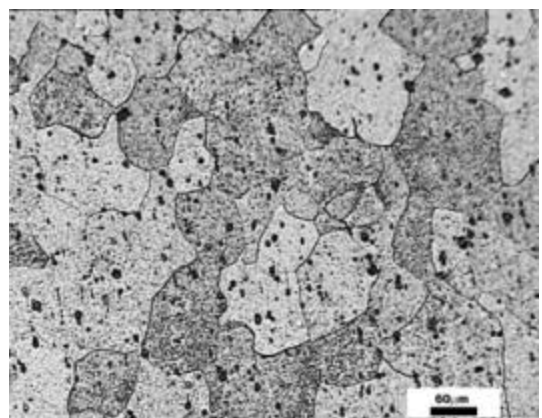
Na figura 16(d), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 462°C de recozimento, indicam grãos alongados justificados pelo estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063.

Observa-se na figura 16(e), com o tempo de tratamento em 10 minutos, e temperatura a 462°C, apresenta grãos equiaxiais caracterizando o andamento do processo de recuperação/recristalização.

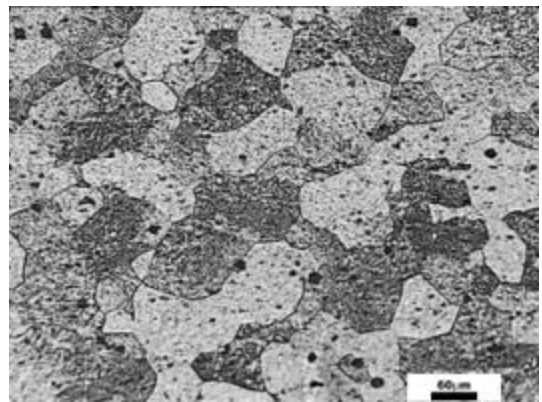
A figura 16(f), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 462°C, indica grãos equiaxiais, evidenciando a recristalização da liga, observa-se, também, discreto crescimento de grãos.



**Figura 16 (g) – Al6063 50%-528°C-1min**



**Figura 16 (h) – Al6063 50%-528°C-10min**



**Figura 16 (i) – Al6063 50%-528°C-100min**

Para as amostras da liga de alumínio 6063, com 50% de redução em área e tratamentos térmicos a 528°C, as observações realizadas nas seqüências anteriores, com tratamentos térmicos de 396°C e 462°C, podem comparar as tendências que indicam as figuras:

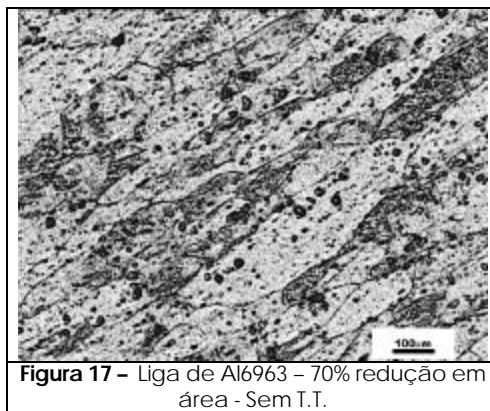
Figura 16 (g): formação de grãos não equiaxiais (alongados), que se justifica pelo estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063, com o tempo de tratamento em 1 minuto.

Figura 16 (h): apresenta uma quantidade significativa de grãos equiaxiais, o que caracteriza o processo de

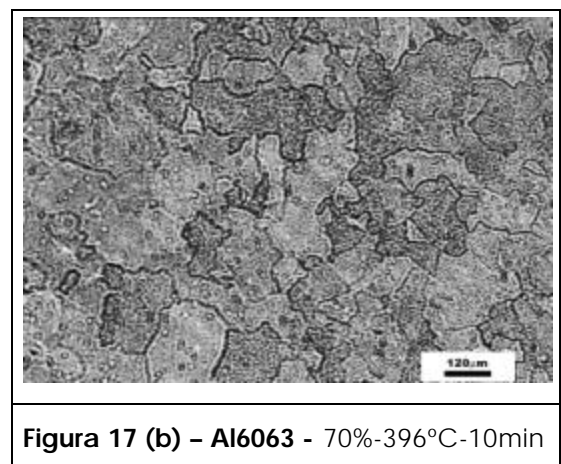
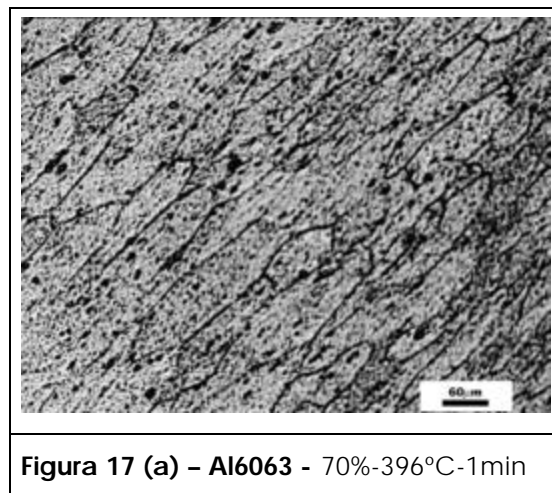
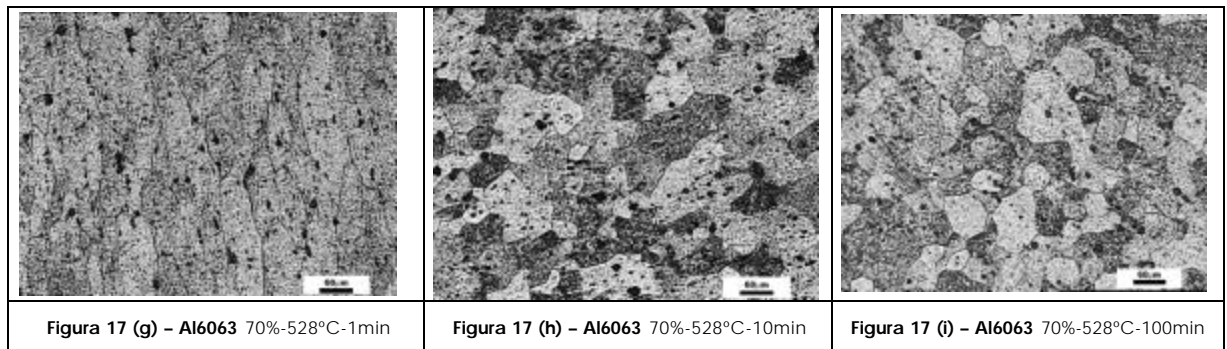
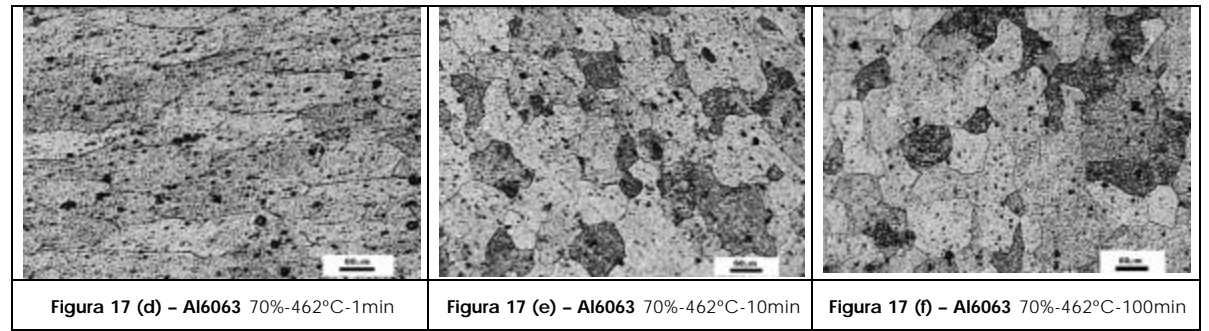
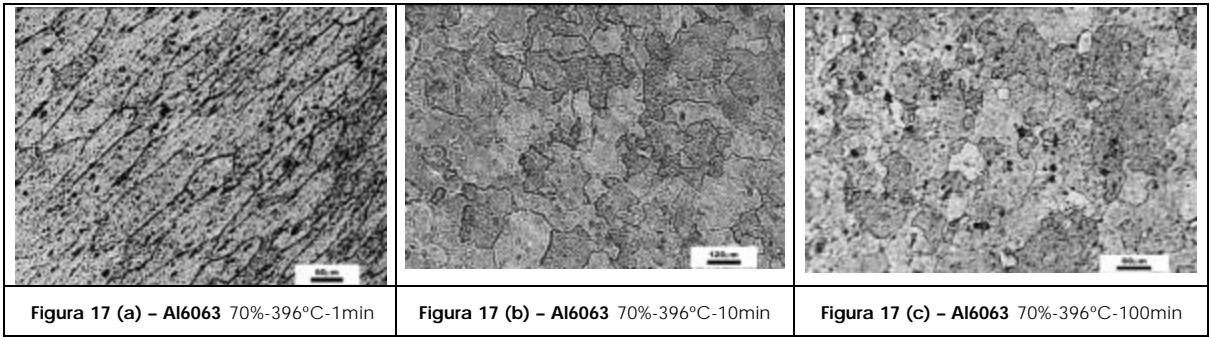
recuperação/recristalização da amostra em estudo.

Figura 16 (i): com o aumento da temperatura observa-se uma discreta diminuição do tamanho do grão, o que indica que a tendência de crescimento destes grãos está controlada pelo precipitado  $Mg_2Si$ , presente na amostra da liga de alumínio 6063.

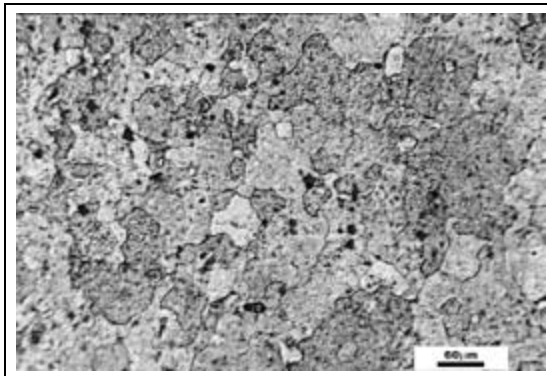
### 7.3.3 – Liga de alumínio 6063 - 70% de redução em área



**Figura 17** – Liga de Al6063 – 70% redução em área - Sem T.T.







**Figura 17 (c) - Al6063 - 70%-396°C-100min**

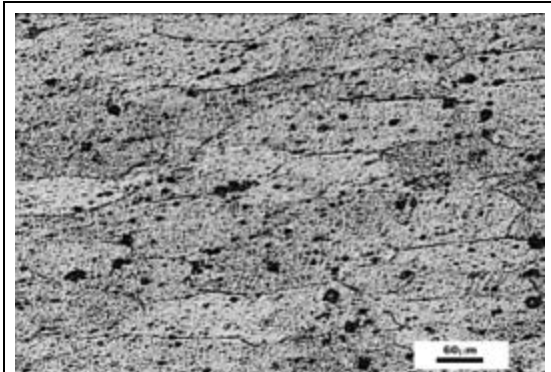
10 minutos, e temperatura a 396°C, apresenta com tendência regulares, mas ainda alongados devido ao alto grau de deformação plástica sofrido, caracterizando o andamento do processo de recuperação/recristalização.

A figura 17(c), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 396°C, indica grãos com formato equiaxial, evidenciando a recristalização da liga.

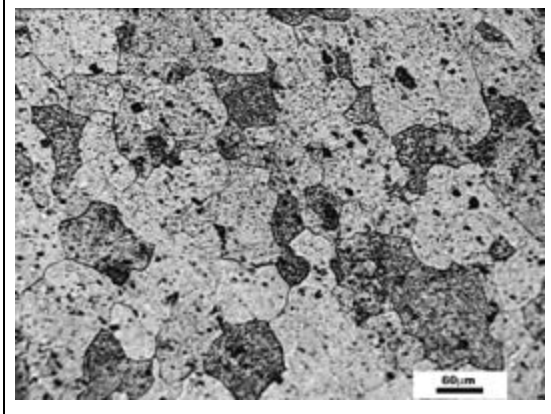
Micrografias da liga de alumínio comercial 6063, com deformação plástica de 70%, tratamento térmico em 396°C e tempos de tratamento de 1minuto, 10 minutos e 100 minutos.

Na figura 17(a), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 396°C de recozimento, indicam grãos bastante alongados justificados pelo estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063.

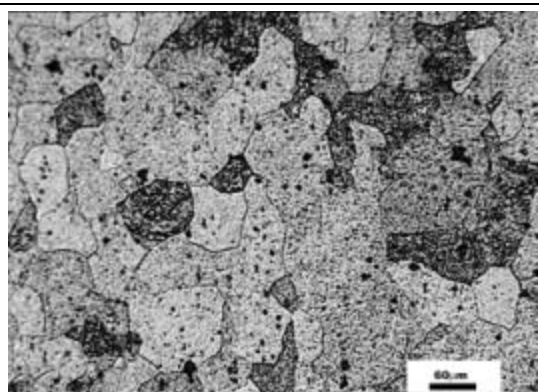
Observa-se na figura 17(b), com o tempo de tratamento em



**Figura 17 (d) - Al6063 - 70%-462°C-1min**



**Figura 17 (e) – Al6063 - 70%-462°C-10min**

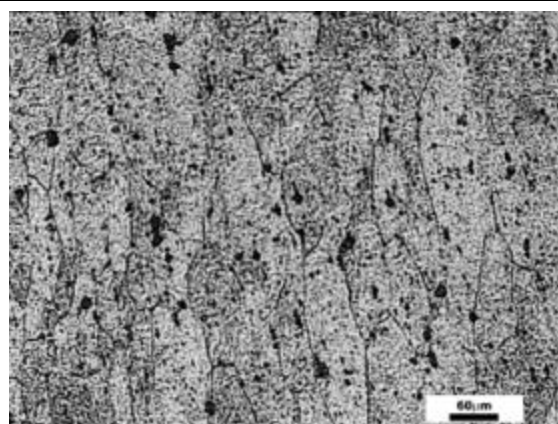


**Figura 17 (f) – Al6063 - 70%-462°C-100min**

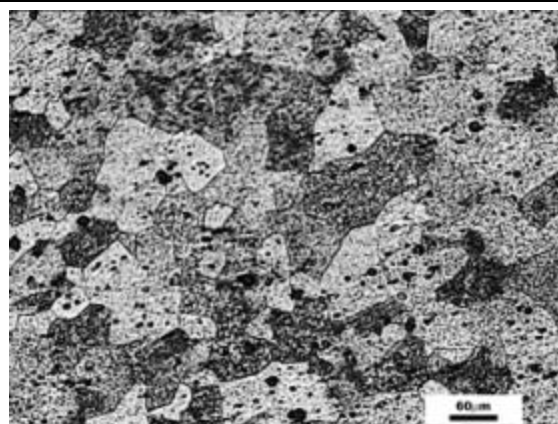
A figura 17(f), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 462°C, indica grãos equiaxiais, evidenciando a recristalização da liga, observa-se, também, ligeiro decrescimento dos grãos, devido aos precipitados  $Mg_2Si$ , que se formam nesta liga, evitando o crescimento excessivo dos grãos.

Na figura 17(d), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 462°C de recozimento, indicam grãos alongados justificados pelo estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063.

Observa-se na figura 17(e), com o tempo de tratamento em 10 minutos, e temperatura a 462°C, apresenta grãos equiaxiais caracterizando o andamento do processo de recuperação/recristalização.

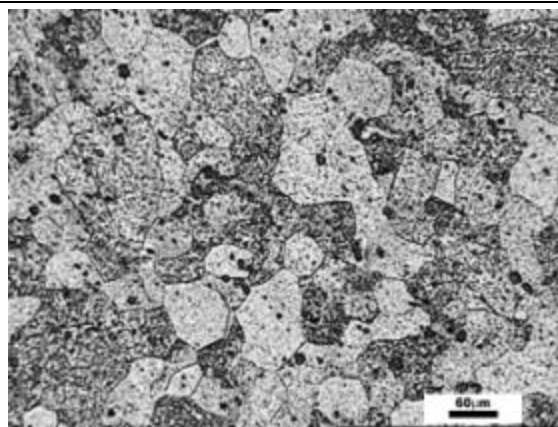


**Figura 17 (g) – Al6063 - 70%-528°C-1min**





**Figura 17 (h) – Al6063 - 70%-528°C-10min**



**Figura 17 (i) – Al6063 - 70%-528°C-100min**

Para as amostras da liga de alumínio 6063, com 70% de redução em área e tratamentos térmicos a 528°C, as observações realizadas nas seqüências anteriores, com tratamentos térmicos de 396°C e 462°C, podem comparar as tendências que indicam as figuras:

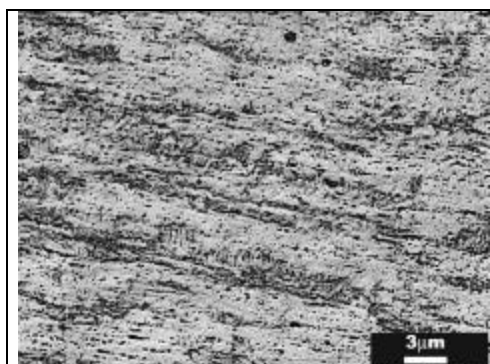
Figura 17 (g): Grãos alongados, que se justifica pelo

estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063, com o tempo de tratamento em 1 minuto.

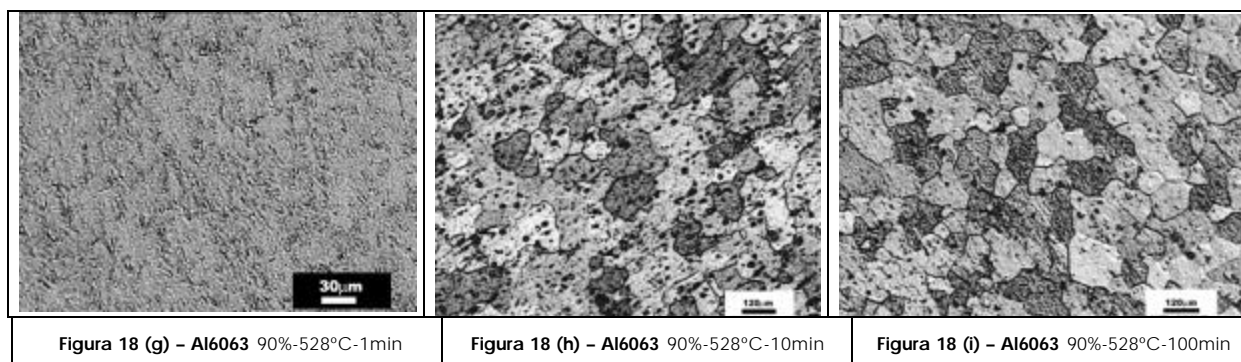
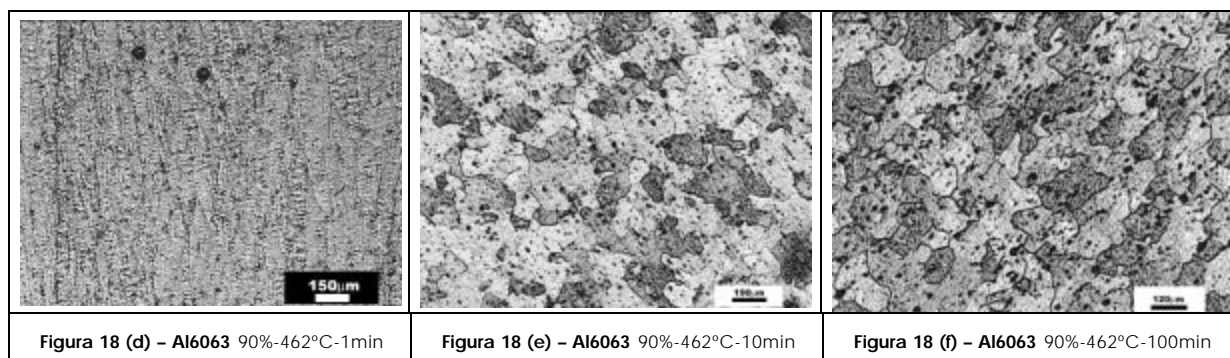
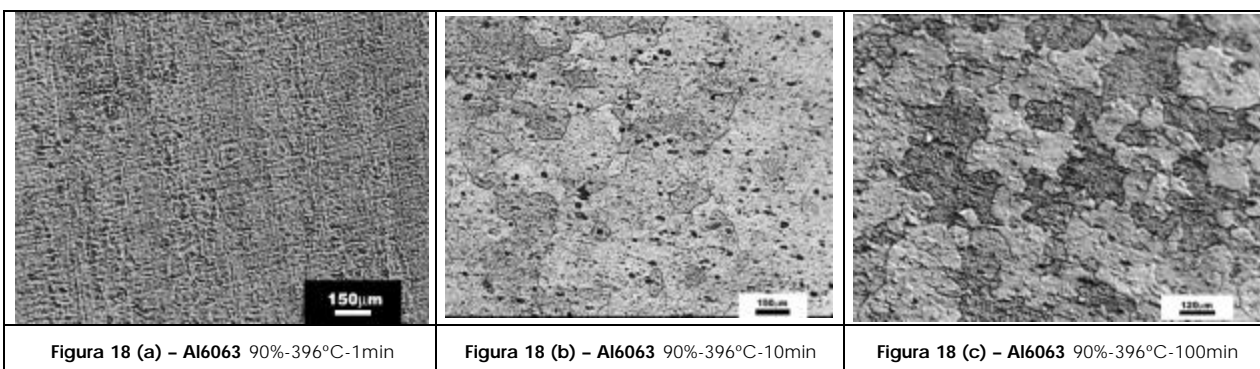
Figura17 (h): apresenta uma quantidade significativa de grãos equiaxiais, o que caracteriza o processo de recrystalização da amostra em estudo.

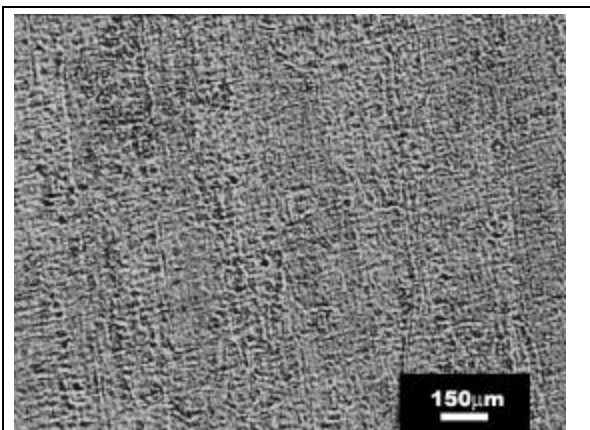
Figura 17 (i): com o aumento da temperatura observa-se um crescimento menos acentuado aos tempos de tratamento anteriores (1 minuto e 10 minutos) no tamanho do grão, causada pelo precipitado  $Mg_2Si$ , presente na amostra da liga de alumínio 6063.

### **7.3.4 – Liga de alumínio 6063 - 90% de redução em área**

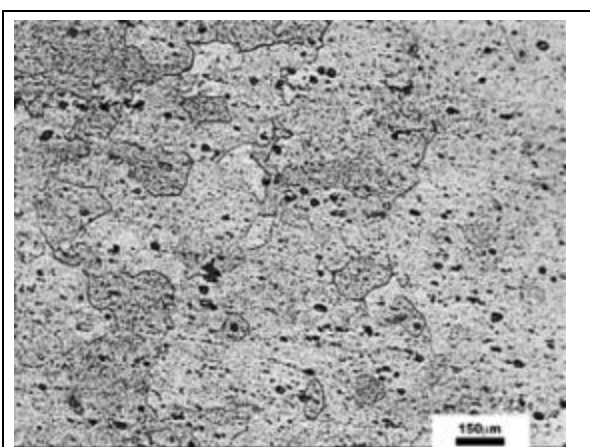


**Figura 18** – Liga de Al6063 – 90% redução em área - Sem T.T.

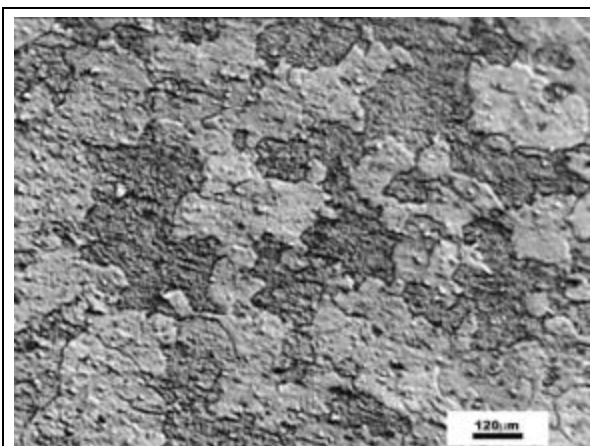




**Figura 18 (a) – Al6063 - 90%-396°C-1min**



**Figura 18 (b) – Al6063 - 90%-396°C-10min**



**Figura 18 (c) – Al6063 - 90%-396°C-100min**

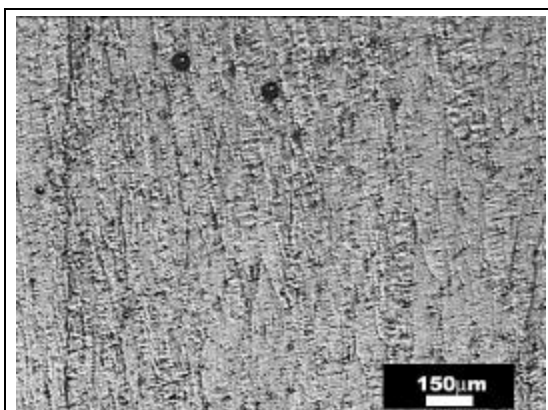
Micrografias da liga de alumínio comercial 6063, com deformação plástica de 90%, tratamento térmico em 396°C e tempos de tratamento de 1minuto, 10 minutos e 100 minutos.

Na figura 18(a), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 396°C de recozimento, indicam grãos bastante alongados justificados pelo estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063. Embora, a quantidade de energia fornecida à liga pelo excesso de deformação plástica, indica que mesmo antes do tratamento a amostra já estava sofrendo o processo de recuperação.

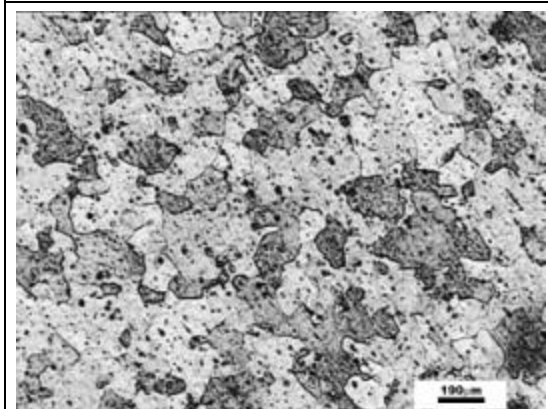
Observa-se na figura 18(b), com o tempo de tratamento em 10 minutos, e temperatura a 396°C, apresenta com tendência regulares, mas ainda alongados devido ao alto grau de deformação plástica realizado, caracterizando o andamento do processo de recristalização.

A figura 18(c), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 396°C, indica

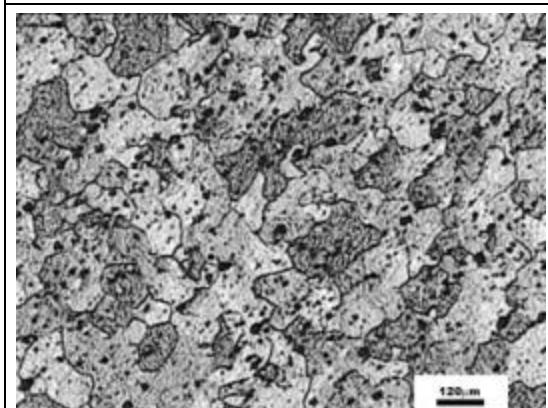
grãos com formato equiaxial, evidenciando a recristalização da liga.



**Figura 18 (d) – Al6063 - 90%-462°C-1min**



**Figura 18 (e) – Al6063 - 90%-462°C-10min**

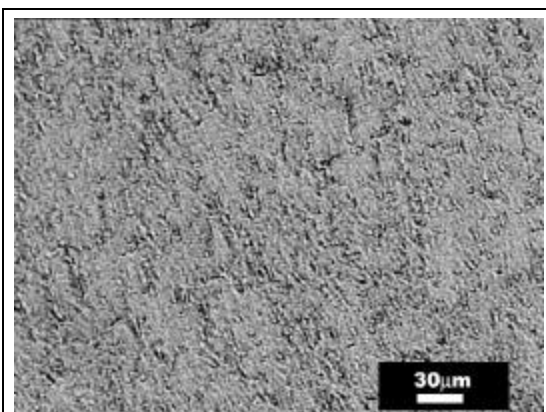


**Figura 18 (f) – Al6063 - 90%-462°C-100min**

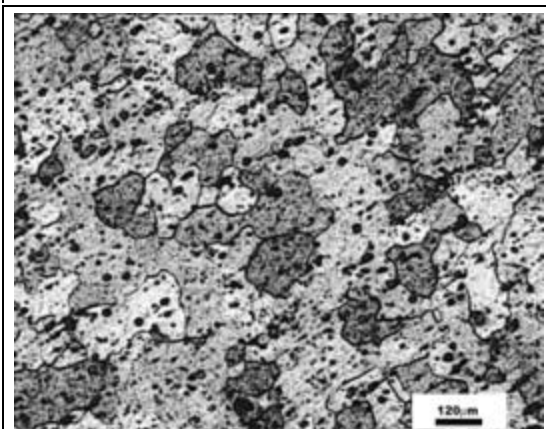
Na figura 18(d), com o tempo de tratamento em 1 minuto, e temperatura a 462°C de recozimento, indicam grãos ainda alongados justificados pelo estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063.

Observa-se na figura 17(e), com o tempo de tratamento em 10 minutos, e temperatura a 462°C, apresenta grãos equiaxiais caracterizando o andamento do processo de recristalização.

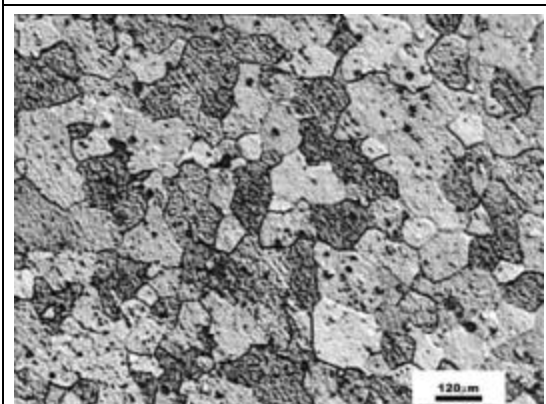
A figura 18(f), com o tempo de tratamento em 100 minutos, e temperatura a 462°C, indica grãos equiaxiais, evidenciando a recristalização da liga, observa-se, também, ligeiro decrescimento dos grãos, devido aos precipitados  $Mg_2Si$ , que se formam nesta liga, evitando o crescimento excessivo dos grãos.



**Figura 18 (g) – Al6063 - 90%-528°C-1min**



**Figura 18 (h) – Al6063 - 90%-528°C-10min**



**Figura 18 (i) – Al6063 - 90%-528°C-100min**

Para as amostras da liga de alumínio 6063, com 90% de redução em área e tratamentos térmicos a 528°C, as observações realizadas nas seqüências anteriores, com tratamentos térmicos de 396°C e 462°C, podem comparar as tendências que indicam as figuras:

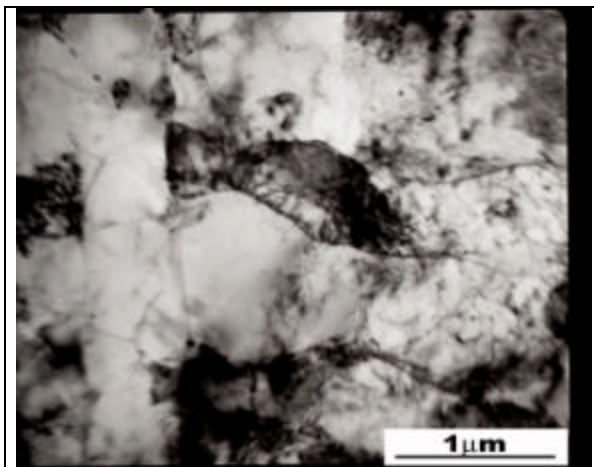
Figura 18 (g): Grãos alongados, que se justifica pelo estado laminado da amostra da liga de alumínio 6063, com o tempo de tratamento em 1 minuto.

Figura 18 (h): apresenta uma quantidade significativa de grãos equiaxiais, o que caracteriza o processo de recristalização da amostra em estudo.

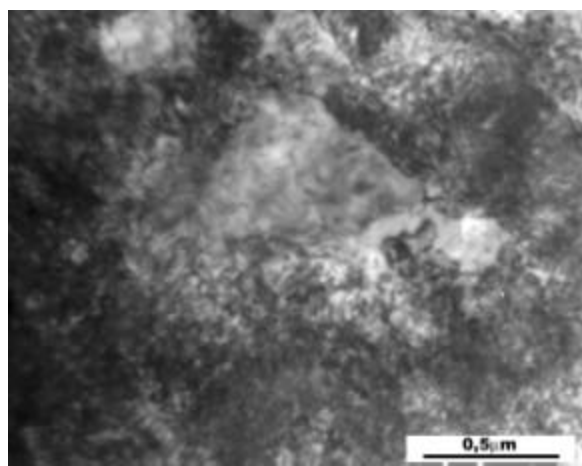
Figura 18 (i): com o aumento da temperatura observa-se grãos equiaxiais e precipitado  $Mg_2Si$ ,

presente na amostra da liga de alumínio 6063.

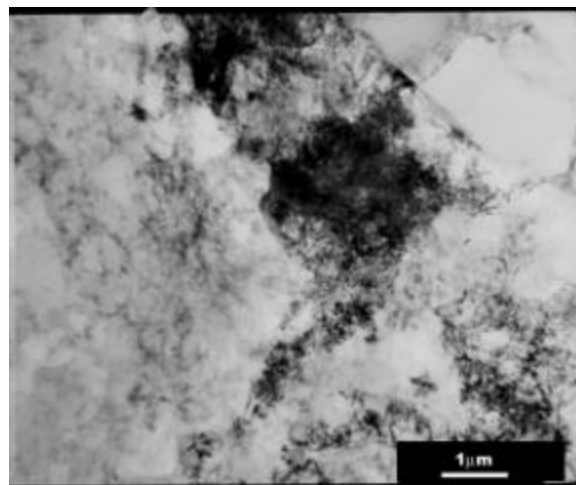
#### 7.4 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO



**Figura 19.** Al6063 – 20% de deformação plástica.



**Figura 20.** Al6063 –50% de deformação plástica.



**Figura 20.** Al6063 –70% de deformação plástica.

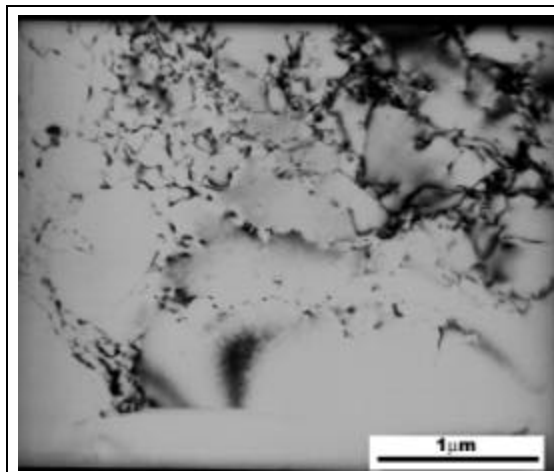
Na análise por microscopia eletrônica de transmissão da liga de alumínio 6063, com deformação plástica de 20%, 50% e 70%, sem tratamento térmico, Figuras 19, 20 e 21, respectivamente.

Observa-se alto grau de defeitos, emaranhados de discordâncias.

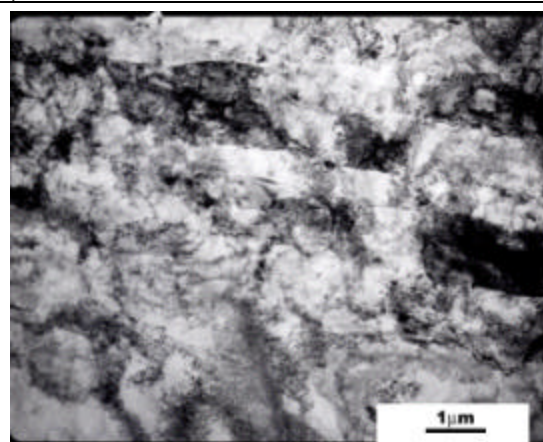
Quanto maior o grau de deformação plástica observa-se,



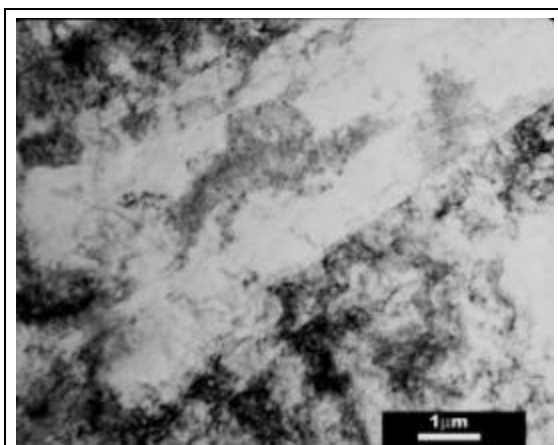
também, o aumento significativo dos defeitos.



**Figura 23.** Al 6063 – 90% deformação plástica – T.T. 396° 100min.



**Figura 24.** Al 6063 – 90% deformação plástica, – T.T. 462° 1min.



**Figura 22.** Al 6063 – 90% deformação plástica – Sem tratamento Térmico.

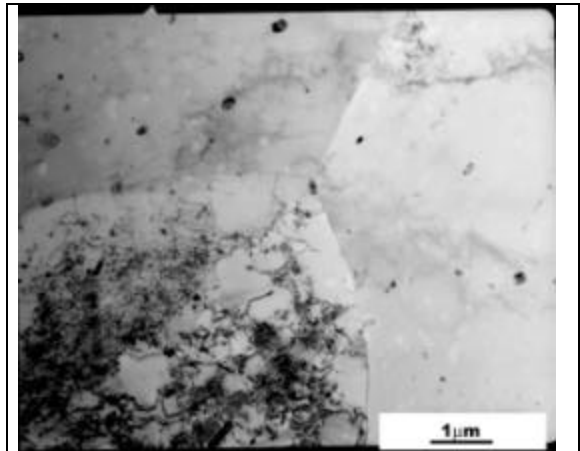
Na análise por microscopia eletrônica de transmissão da liga de alumínio 6063, com deformação plástica de 90%.

A figura 22 mostra o emaranhado de discordâncias, e sugere o contorno de grão, devido a imensa deformação plástica sofrida pela amostra.

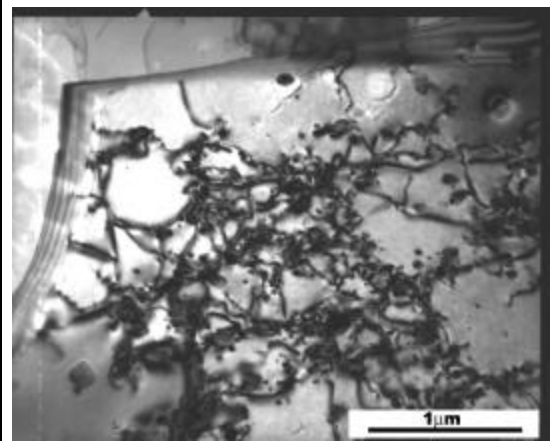
A figura 23 nos mostra, também a quantidade enorme de discordâncias emaranhadas na amostra, pode-se perceber que existe contorno de grão.

A figura 24 a micrografia geral da amostra da liga de alumínio 6063 , com tratamento térmico de 462°C e no tempo de 1 minuto.

Algumas regiões apresentam diferentes orientações cristalográficas, evidenciadas pela diferença de contraste destas regiões.



**Figura 25.** Al 6063 – 90% deformação plástica, – T.T. 462° 1min.



**Figura 26.** Al 6063 – 90% deformação plástica, – T.T. 462° 1min



A figura 25, numa micrografia de menor aumento evidenciando que em alguns grãos há poucos defeitos cristalográficos em relação a um grão com precipitados de  $Mg_2Si$  em seu interior, e com distribuição parcialmente uniforme.

Observamos na figura 26 um detalhe da figura 25 formando contorno de grão.

## 7.5 – Tamanho Médio de grãos

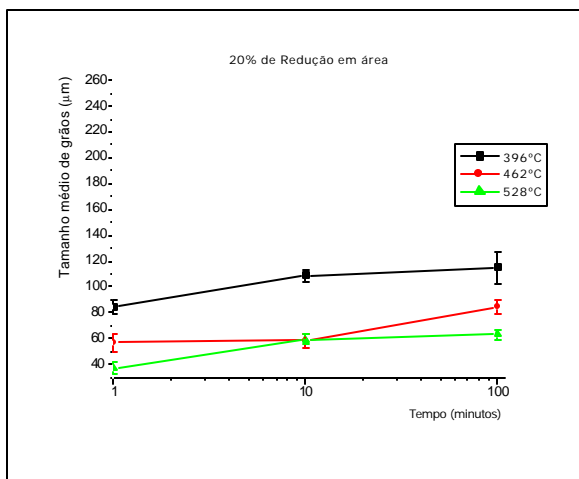
Na Tabela 8, estão relacionados os valores obtidos para os tamanhos de grãos da amostra da liga de alumínio 6063, com deformação plástica de 20%, 50%, 70% e 90%, e tratamentos térmicos em  $396^{\circ}C$ ,  $462^{\circ}C$  e  $528^{\circ}C$ , com tempos de 1 minuto, 10 minutos e 100 minutos.

20% de redução em área			
Tempo	396°C	462°C	528°C
1 min	84,2±5,5μm	56,8±6,8μm	37,3±4,0μm
10 min	108,8±5,0μm	58,2±5,0μm	59,3±4,0μm
100min	115,0±12,5μm	84,0±5,3μm	63,2±4,0μm
50% de redução em área			
Tempo	396°C	462°C	528°C
1 min	87,0±4,0μm	77,1±4,8μm	70,5±4,0μm
10 min	77,2±7,2μm	77,7±4,8μm	105,3±5,0μm
100min	103,8±5,6μm	99,0±5,0μm	106,4±6,0μm
70% de redução em área			
Tempo	396°C	462°C	528°C
1 min	72,0±5,8μm	87,6±4,5μm	66,0±3,0μm
10 min	130,5±10,0μm	92,7±5,4μm	71,7±4,5μm
100min	133,5±7,0μm	140,4±10,3μm	109,0±6,8μm
90% de redução em área			
R4Tempo	396°C	462°C	528°C

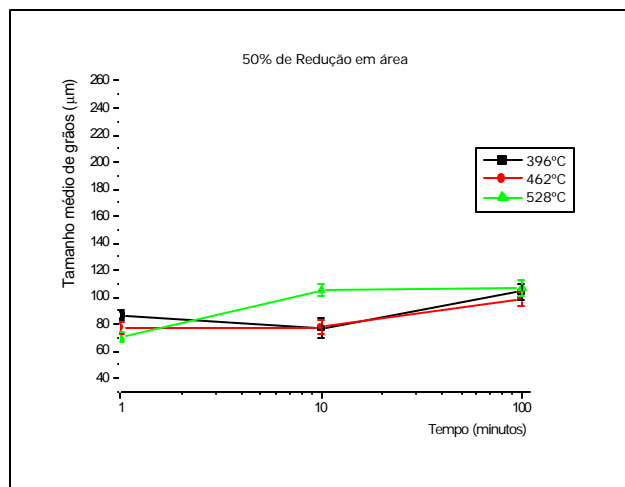
1 min	—	—	—
10 min	102,0±5,6µm	140,1±14,3µm	80,8±8,0µm
100min	137,5±12,0µm	153,6±7,0µm	151,8±7,4µm

**Tabela 8.** Tamanho médio de grãos.

Para ilustrar o tamanho médio de grãos da amostra da liga de alumínio 6063, como descrito acima, utilizaremos as figuras a seguir:



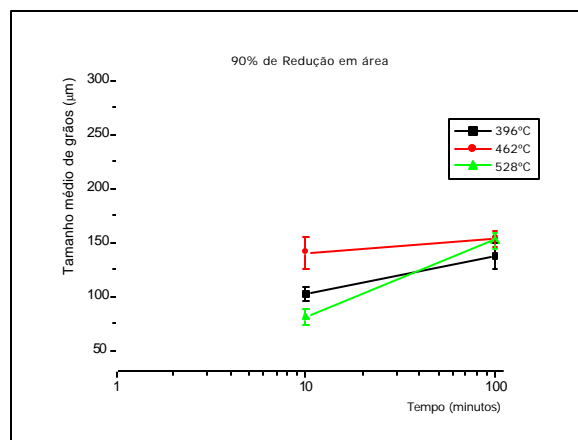
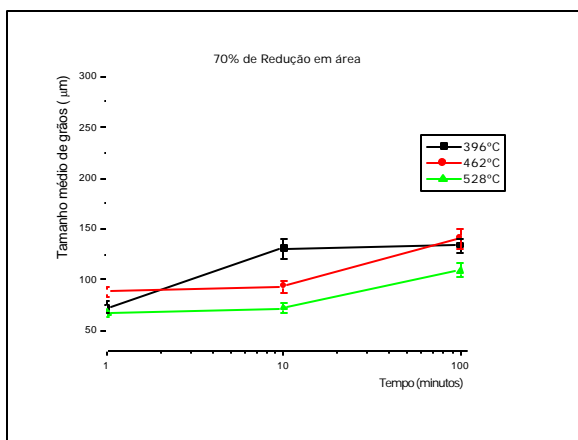
**Figura 27.** Al 6063 – 20% de deformação plástica



**Figura 29.** Al 6063 – 50% de deformação plástica

**Figura 28.** Al 6063 – 50% de deformação plástica

**Figura 30.** Al 6063 – 90% de deformação plástica



As figuras 27, 28, 29 e 30 mostram os gráficos da evolução dos grãos, com o aumento da temperatura de tratamentos térmicos pelo tempo de tratamento.

Na figura 27, a amostra da liga de alumínio 6063 com 20% de deformação plástica, observa-se que para a temperatura de tratamento com 396°C, houve grande crescimento dos grãos da amostra, indicando que o processo de recuperação está finalizado, o processo de recristalização é praticamente simultâneo ao processo de crescimento de grãos, com 100 minutos de tratamento há pequeno aumento destes grãos, indicando a presença de precipitados na amostra da liga de alumínio 6063.

Quanto a temperatura de 462°C, observa-se o crescimento contínuo de grãos, indicando, recuperação, recristalização e o crescimento de grãos propriamente dito. O que também ocorre para temperatura de 528°C, houve crescimento de grão para tempo em torno de 100 minutos, evidenciando, também a presença de precipitados na amostra da liga de alumínio 6063.

Na figura 28, a amostra da liga de alumínio 6063 com 50% de deformação plástica, tem-se o mesmo comportamento das curvas de diferentes temperaturas, que observado na figura 27, ou seja, para a temperatura de tratamento térmico de 396°C e tempo de tratamento de 10 minutos houve um aumento do tamanho médio de grãos, decaindo significativamente para o tempo de tratamento de 100 minutos. Para a temperatura de 462°C, o tamanho médio dos grãos cresceu de forma praticamente contínua, enquanto que para 528°C e tempo de tratamento de 100 minutos, a ação dos precipitados  $Mg_2Si$ , impedem o crescimento do tamanho médio de grãos.

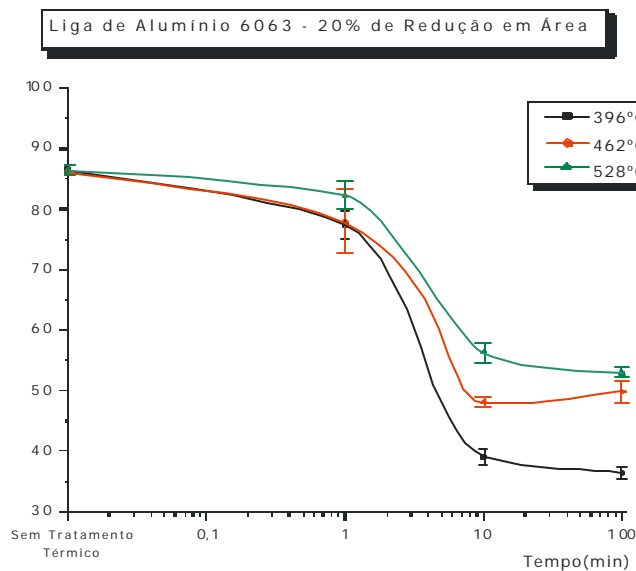
Na figura 29, a amostra da liga de alumínio 6063 com 70% de deformação plástica, o comportamento do tamanho médio dos grãos mantêm-se semelhante com as demais deformações plásticas, (20% e 50%). Mostrando-se para 396°C em 10 minutos, um aumento significativo do tamanho médio dos grãos. Para as temperaturas de 462°C e 528°C, entre 10 e 100 minutos o tamanho médio dos grãos ficaram praticamente

constantes, evidenciando que na deformação houve muita energia armazenada na amostra, fluindo rapidamente para a sua recristalização.

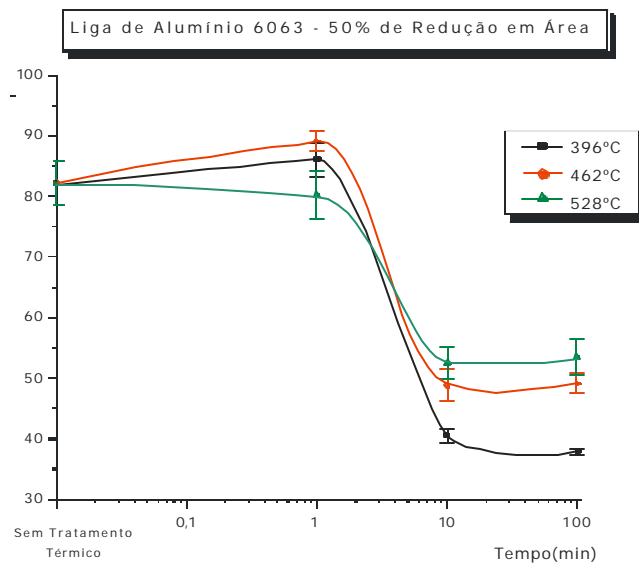
A figura 30, amostra da liga de alumínio 6063 com 90% de deformação plástica, mostra que a deformação é muito intensa na amostra e, portanto, a amostra ao ser laminada já ocorre parte da recuperação e início da recuperação, ocasionando um processo diferente para o tamanho médio dos grãos. Neste caso, houve para temperatura de tratamento térmico de 396°C e no tempo de 10 minutos uma diminuição significativa do tamanho médio de grãos da amostra da liga de alumínio 6063, mantendo-se praticamente constante até o final do tratamento térmico em 100 minutos. Para as temperaturas de 462°C e 528°C o comportamento do tamanho médio dos grãos é bastante parecido, ou seja, para o tempo de tratamento de 10 minutos houve um ligeiro crescimento no tamanho médio dos grãos, para ao longo do tratamento haver uma estabilização de seu tamanho, evidenciando a presença de precipitados  $Mg_2Si$  presentes na liga de alumínio 6063, em estudo.

#### **7.6– ENSAIO DE DUREZA (VICKERS)**

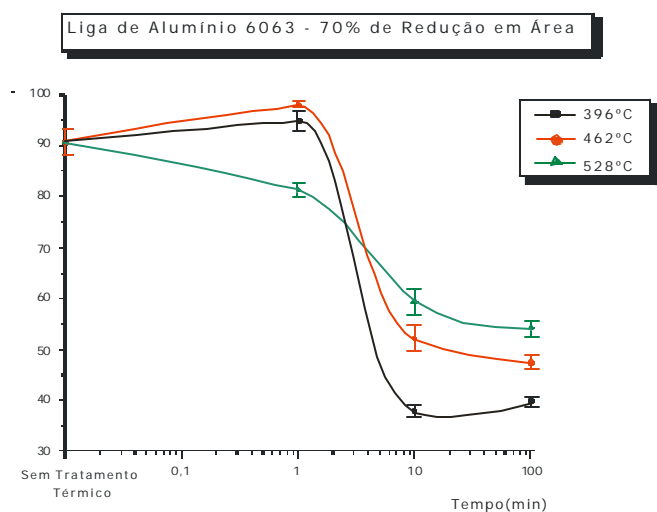
Nas figuras 31, 32, 33 e 34 são apresentados os gráficos da dureza Vickers da liga de alumínio 6063, com as diferentes temperaturas de tratamento térmico (1minuto, 10 minutos e 100 minutos) em diferentes temperaturas (396°C, 462°C e 528°C) e graus de deformação plástica de 20%, 50%, 70% e 90%.



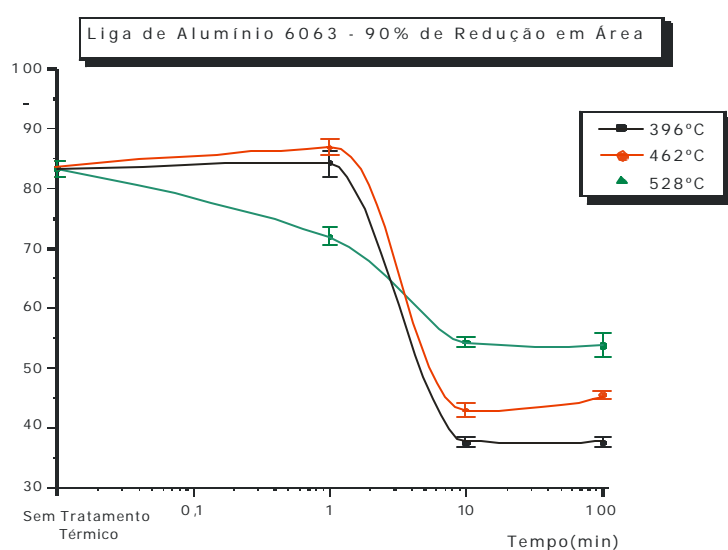
**Figura 31.** Microdureza Vickers – Al6063  
20% de deformação Plástica.



**Figura 32.** Microdureza Vickers – Al6063  
50% de deformação



**Figura 33.** Microdureza Vickers – Al6063  
70% de deformação Plástica.



**Figura 34.** Microdureza Vickers – Al6063  
90% de deformação Plástica.

Nas figuras 31, 32, 33 e 34, correspondem as evoluções da microdureza Vickers, observadas nas amostras da liga de alumínio 6063, deformadas plasticamente em 20%, 50%, 70% e 90%, com tratamentos

térmicos com valores de 396°C, 462°C e 528°C, e tempos de tratamento correspondentes a 1 minuto, 10 minutos e 100 minutos.

Na figura 31, a amostra de alumínio com deformação plástica em 20% de redução em sua área inicial, observa-se a queda da microdureza inicial até os 10 minutos de tratamento térmico e logo após existe uma variação entre as diferentes temperaturas. Observa-se também, que o processo de recuperação ocorre preferencialmente até 1 minuto do tratamento térmico, após este tempo o processo de recuperação está em sua fase final, e simultaneamente ocorre a recristalização, a partir dos 10 minutos de tratamento térmico a dureza aumenta evidenciando a presença de precipitados na amostra, neste caso  $Mg_2Si$ . Observa-se também que a temperaturas mais altas o valor obtido da microdureza Vickers, torna-se maior, portanto, para temperaturas de tratamento térmico de 528°C o valor da microdureza Vickers é maior do que para o de tratamento térmico de 462°C, que por sua vez é maior que 396°C de tratamento térmico.

Nas figuras 32 e 33, existe uma queda acentuada, para as diferentes temperaturas de tratamento térmico entre 1 minuto e 10 minutos. E nas figuras 33 e 34 a curva fica mais acentuada para as temperaturas de 396°C e 462°C. Nestas figuras as curvas que representam a temperatura de tratamento térmico de 528°C, torna-se mais sutil, indicando que o processo simultâneo de recuperação/recristalização ocorre a tempos de tratamentos inferiores a um minuto.

## 8 CONCLUSÕES

---

Baseado nas técnicas experimentais empregadas neste trabalho juntamente com a literatura disponível, pode-se inferir que as ligas de alumínio comercial 6063 com diferentes graus de deformação plástica (20%, 50%, 70% e 90%), após convenientes tratamentos térmicos (396°C, 462°C e 528°C) em tempos pré-estabelecidos (1minuto, 10 minutos e 100 minutos) apresentam uma seqüência de fenômenos semelhantes:

Sabendo que o processo onde a deformação plástica é sempre crescente, como no caso deste estudo, as regiões com predominância da microestrutura lamelar tendem a produção de contornos de grãos de alto ângulo dividindo em regiões distintas.

Inicialmente, o material após processos de deformação, apresenta grãos alongados, dependentes da deformação empregada, ou seja, para deformações plásticas de 20% a 70%, quanto maior a deformação empregada, mais alongado o grão se apresentará.

Além disso, em deformações elevadas, da ordem de 80% a 90%, as estruturas intermediárias desaparecem predominando os contornos lamelares paralelos à direção de laminação, observa-se a participação do processo de recuperação/recristalização dinâmica, caracterizado pelo início dos sítios de nucleação formados principalmente junto aos contornos de grãos alongados (lamelares).

O alto grau de deformação, gerando uma quantidade significativa de defeitos, predominantemente discordâncias, é o responsável pela alta dureza inicial observada para a liga de alumínio comercial 6063.

Em tratamentos térmicos após 10 minutos, os sítios de nucleação iniciam o crescimento que serão transformados em grãos, favorecidos

pelo processo de recuperação e recristalização, terão seu tamanho de grão aumentado com o transcorrer do tempo. Simultaneamente ocorre a participação de processos de precipitação que impedirá parcialmente o crescimento de tais grãos ("ancoramento de grãos"), que acontecerá provavelmente após 100 minutos de tratamento térmico.

Em tratamentos com de 10 a 100 minutos, predominam os processos de recristalização nas amostras. Sendo que nas em estudo tem-se também, ocorrência de processo de crescimento de segundas fases do tipo  $Mg_2Si$ , no caso da liga de alumínio 6063.



## 9. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

---

- [1] ARZAMASOV, B.N. et al., *Material Science*, cap12. Mir Publish Moscow, Moscou, 1989.
- [2] HALES, S.J., MCNELLEY, T.R., CROOKS, R., *Continuous Recrystallization During Thermomechanical Processing of a Superplastic Al-10Mg-0.1Zr alloy. Recrystallization'90 proceedings*, australia, 11-16 Jan 1990.
- [3] SISTIAGA, J.M., *Aleaciones de Aluminio y de Magnesio*, cap II e III, Ed. Montecorvo, Madrid, 1963.
- [4] GONÇALVES, M., *Tratamento térmico de ligas de alumínio: Conceitos Fundamentais*, 1999.
- [5] ALUMINUM STANDARDS AND DATA, *The Aluminum association*, Inc., 9<sup>th</sup> ed, Julho, 1988, pag 98
- [6] KOLOSOSKI, J. COUTO A.A., *Curso de Metalografia do alumínio e suas ligas*, ABAL, São Paulo, 1998.
- [7] MONDOLFO L.F., *Manganese in Aluminium alloys*, Norwich. Edited by the Manganese Centre, 1977.
- [8] MACHADO, R.C., *Um século do processo Hall/Heroult de produção de alumínio*. Metalurgia, v42.
- [9] VIEIRA C.; MAZZALENIS S., *A história do alumínio no Brasil, 30 anos ABAL*, São Paulo. Ed. Antonio Belline, 2000.
- [10] SIMIELLI, E.A., *A metalurgia física da liga de alumínio 6063*, VIII Seminário de metais não ferroso, São Paulo, 1993.
- [11] GONÇALVES, M., *Semana da conformação ABM*, SET. 1993
- [12] GONÇALVES, M., *Metalurgia das ligas de alumínio: Processamento, Microestrutura e propriedades*, curso da ABM, São Paulo, Novembro 1993.
- [13] PADILHA, A.F., SICILIANO, F., *Encruamento, Recristalização, Crescimento de grão e Textura*. ABM, São Paulo, 1995.
- [14] Doherty, R.D., *Recrystallization and texture*. Prog. Mat Sci, 42: 39-58, 1997
- [15] EMBURY, J.D. *Strengthening mechanisms Al alloys – an overview of natural limits and engineering possibilities*. Mate Sci Forum 217-222; 57-70, 1996.
- [16] REED, R.P. e SCHRAMM, R.E. J Appl. Pys, 45: 4705, 1974

- [17] KUHLMANN – WILLSDORF; D.; HANSAN, N.; *Geometrically necessary, incidental and subgrains boundaries*. Scripta Metal Material.
- [18] ROSEN, G.I.; JENSEN, D.J. e HANSEN, N. *Recovery of deformation microstructures in pure aluminium*. Mater Sci. Forum, 113-115, 1993.
- [19] HUMPHREYS, F.J. e HATHERLEY, M., *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier Science, Oxford, 1996.
- [20] HAESSNER, F. Systematic *Survey and basic problems of recrystallization*. In *Recrystallization of metallic materials*. Ed. Haessner, F., 1998.
- [21] VAN VLACK, L.H., *Princípio de Ciência dos Materiais*, Ed. Edgard Blucher Ltda, 2002.
- [22] CALLISTER, W.Jr., *Ciência e engenharia de Materiais: uma introdução* – 5ª edição, LTC 2002.
- [23] FURUT e NES, E., *Growth rates of recrystallized grains in high by deformed commercial purity aluminium, and experimental na modelling study*. Mater. Sci, Forum, 1993.
- [24] VERHOEVEN, J.D. *Recovery and recrystallization*. In *Fundamentals of physical metallurgy*, John Wiley & Sons. Inc, 1975.
- [25] SAKAI, T. and JONAS, J.J. *Dynamic recrystallization mechanical and microestrutural considerations*. Acta Metal, 32(2), 1984.
- [26] PADILHA, A.F. PLAUT R.L., *Work hardning, recovery, recrystalization and grain growth*. In TOTTEN G.E. and MACKENZIE D.S. Handbook of alumminum, alloy production and materials manufacturing. New York. Marcel Dekker, 2003.
- [27] SOUZA, S.A., *Ensaio Mecânicos de materiais metálicos – Fundamentos Teóricos e Práticos* – 5ª edição – Ed. Edgard Blucher Ltda, 1982.
- [28] BUSO, S.J. – *Estudos Microestruturais e por microanálise para identificação dos precipitados presentes em amostras da liga de níquel tipo 600 após processos de soldagem*. Dissertação de mestrado, IPEN. 1999.