



## ESTUDO DOS ASPECTOS CINÉTICOS E MORFOLÓGICOS DURANTE RECRISTALIZAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO AA 8011

EMMANUEL PACHECO ROCHA LIMA, RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA, NEY FREITAS DE QUADROS, YOGENDRA PRASAD YADAVA

Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, Departamento de Engenharia Mecânica  
Av. Acadêmico Hélio Ramos s/n - Cidade Universitária, Recife / PE / Brasil, CEP: 50740-530

*(Recibido 2 de abril de 2004, revisado 20 de febrero de 2005, para publicación 22 de marzo de 2005)*

**Resumo** – A liga de alumínio AA 8011 foi recozida em temperaturas e tempos variados e, em seguida, submetida a ensaios mecânicos para a determinação da cinética de recristalização. Os resultados mostraram que a cinética pode ser descrita pelo modelo proposto por J-M-A e as modificações microestruturais que ocorrem, excluindo-se a recristalização, são decorrentes da decomposição spinodal e das transformações de fase por nucleação e crescimento, influenciando a plasticidade do material.

**Palavras-chave** – Materiais e metalurgia.

### 1. INTRODUÇÃO

Uma grande combinação de propriedades, tais como o seu baixo peso específico, alta resistência à corrosão e excelente formabilidade, faz do alumínio e de suas ligas uns dos materiais mais utilizados na indústria metal-mecânica moderna. Essa diversidade de aplicações depende não só da composição química da liga, mas, principalmente, das transformações microestruturais que ela venha a sofrer durante os tratamentos térmicos e termomecânicos realizados.

A liga AA 8011, produzida pela Alcoa Alumínio S.A., é uma das mais versáteis ligas comerciais de alumínio [1]. Seu baixo teor em elementos de liga favorece a formabilidade e, quando processada adequadamente, é suficientemente resistente para suportar grandes esforços desenvolvidos ao longo da linha de produção. Por apresentar tais características, ela vem sendo uma das ligas mais usadas em produtos derivados de folhas finas, principalmente na indústria farmacêutica e de alimentos. Para ampliar este espectro de multi-aplicabilidade da liga, é necessário que estudos sobre a cinética de recristalização e seus mecanismos sejam efetuados [2, 3] a fim de adequar as possíveis combinações, muitas vezes conflitantes, da relação formabilidade x resistência [1, 4, 5]. Desse modo, possibilita a indústria controlar o estado encruado da liga em função do tempo de tratamento (fração recristalizada), adequando-a às especificações relativas à fabricação dos diferentes produtos derivados.

Em alguns casos, diante da impossibilidade de se quantificar a recristalização através de métodos diretos, como o de imagens obtidas a partir da microestrutura, torna-se necessário o emprego de métodos indiretos. Neste caso, a fração recristalizada deve ser associada ao valor de uma propriedade mecânica que se modifica no decorrer da recristalização, tais como dureza, alongamento e tensão de escoamento [6]. Com nestas propriedades, nos tempos de tratamento e na fração recristalizada, é possível determinar as cinéticas empíricas de recristalização segundo a Lei de Formação prevista por Johnson-Mehl-Avrami, [7] e, assim, definir de antemão as condições de tratamento ideais (tempos e temperaturas), a fim de adequar as propriedades mecânicas do material às especificações do produto final.

### 2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

A liga AA 8011, produzida por “Roll-Casting”, em duas diferentes composições, foi fornecida pela

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

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

Alcoa Alumínio S.A. na forma de tiras laminadas a frio ( $\delta = 80\%$ ) retiradas diretamente da linha de produção. As composições químicas da liga analisada são mostradas na tabela I.

Inicialmente, foram realizadas análises térmicas dinâmicas em DSC, com aquecimento a  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ , para a determinação da temperatura de recristalização para as duas composições. Para tanto, foi utilizado um equipamento do tipo DSC - 2010 TA, equipado com cadinhos de platina e referência de molibdênio. Em seguida, diferentes amostras da liga foram tratadas em temperaturas próximas à temperatura de recristalização ( $305, 315, 325$  e  $335^\circ\text{C}$ ) em tempos que variaram entre 5 e 180 minutos, seguido de resfriamento em água a temperatura ambiente. Os tratamentos térmicos foram realizados ao ar em um forno tipo mufla, equipado com termopares do tipo K e acuidade de  $\pm 3^\circ\text{C}$ . Depois de tratadas, as amostras foram submetidas a ensaios mecânicos, onde valores para dureza, limite de escoamento e alongamento foram retirados para levantamento das curvas Propriedades versus Tempo de Tratamento. Para dureza foi utilizado um penetrador Vickers com uma carga de 5 Kg. Os ensaios de tração foram feitos segundo a norma ASTM-E8M-89B, nos sentidos longitudinal (L) e transversal (T) à deformação. Finalizados os tratamentos térmicos e os ensaios mecânicos, os materiais foram submetidos ao processamento metalográfico tradicional. Para a caracterização do processo de recristalização e de seus mecanismos, foram realizadas análises em microscopia óptica e eletrônica de transmissão – MET aliada à difração de elétrons. As análises em microscopia foram realizadas em um MET Jeol JEM CX II de 100 kV e em um Microscópio Estereoscópio Óptico Wild M3B equipado com máquina fotográfica modelo Leica MPS 60. Por fim, os valores das propriedades mecânicas foram relacionados biunivocamente aos valores da fração transformada, através de uma relação algébrica (mostrada abaixo) onde um valor numérico de uma propriedade ( $V_{prop}$ ) pode ser transformado em um número fracionário equivalente à fração recristalizada ( $Y_{rec}$ ), para determinação da equação  $Y = 1 - \exp[-(kt)^n]$ , que estabelece a cinética de recristalização segundo Johnson-Mehl-Avrami.

$$Y_{rec} = 1 - \left[ \frac{(V_{prop} - V_{min})}{(V_{max} - V_{min})} \right]^n$$

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados das análises térmicas revelaram que a liga AA 8011, em decomposição anisotérmica, apresenta temperaturas de recristalização diferentes para as duas composições. Para a liga Al-0,84Fe-0,63Si, a temperatura de recristalização (considerada como a de pico de ensaio DSC) foi de  $318^\circ\text{C}$ , enquanto que, para a liga Al-0,80Fe-0,59Si, a temperatura foi de  $312^\circ\text{C}$ . Dessa forma, todas as modificações microestruturais no intervalo compreendido entre a temperatura ambiente e  $420^\circ\text{C}$ , excluindo-se a recristalização, são decorrentes da decomposição spinodal, conforme já observado em outros sistemas de ligas [8, 9]. A diferença entre as temperaturas de pico do ensaio DSC encontrada para as duas composições pode ser justificada pela influência do teor de silício, uma vez que, em trabalhos anteriores, verificou-se que o aumento do teor deste elemento produz um incremento na temperatura de recristalização [10].

A cinética de recristalização acompanhada pela variação de dureza, apesar das limitações deste processo (medidas pontuais), mostra-se uma importante ferramenta, atuando como orientadora para seleção dos tempos de tratamento em função da temperatura [11]. Os resultados experimentais encontrados com relação à dureza para as temperaturas de  $315$  e  $325^\circ\text{C}$  apresentaram um bom fator de correlação (tabelas II e III), mostrando que a curva teórica de Johnson-Mehl-Avrami ajusta-se muito bem aos valores experimentais para estas temperaturas (próximas às de recristalização). Os resultados obtidos com base na dureza Vickers [3] podem ser observados nas tabelas II e III.

Tabela II. Parâmetros da cinética de J-M-A com base na dureza da liga Al-0,8Fe-0,59Si.

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

Tabela III. Parâmetros da cinética de J-M-A com base na dureza da liga Al-0,84Fe-0,63Si.

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

Os resultados dos ensaios de tração uniaxial para a liga Al-0,8Fe-0,59Si, onde foram avaliados o limite de escoamento e o alongamento nas direções longitudinal (L) e transversal (T) à laminação para uma única temperatura (315°C), mostraram diferenças entre as cinéticas de recristalização para as duas direções. Para o limite de escoamento, os gráficos da figura 1(b) mostram comportamentos bem semelhantes, para a fração recristalizada em função do tempo entre as amostras nas duas direções diferindo apenas nos instantes final e inicial. Os parâmetros k e n da equação da fração recristalizada segundo J-M-A, calculados a partir dos diagramas (c) e (d) da figura 1 são respectivamente 0,01676 e 0,89292 para as amostras

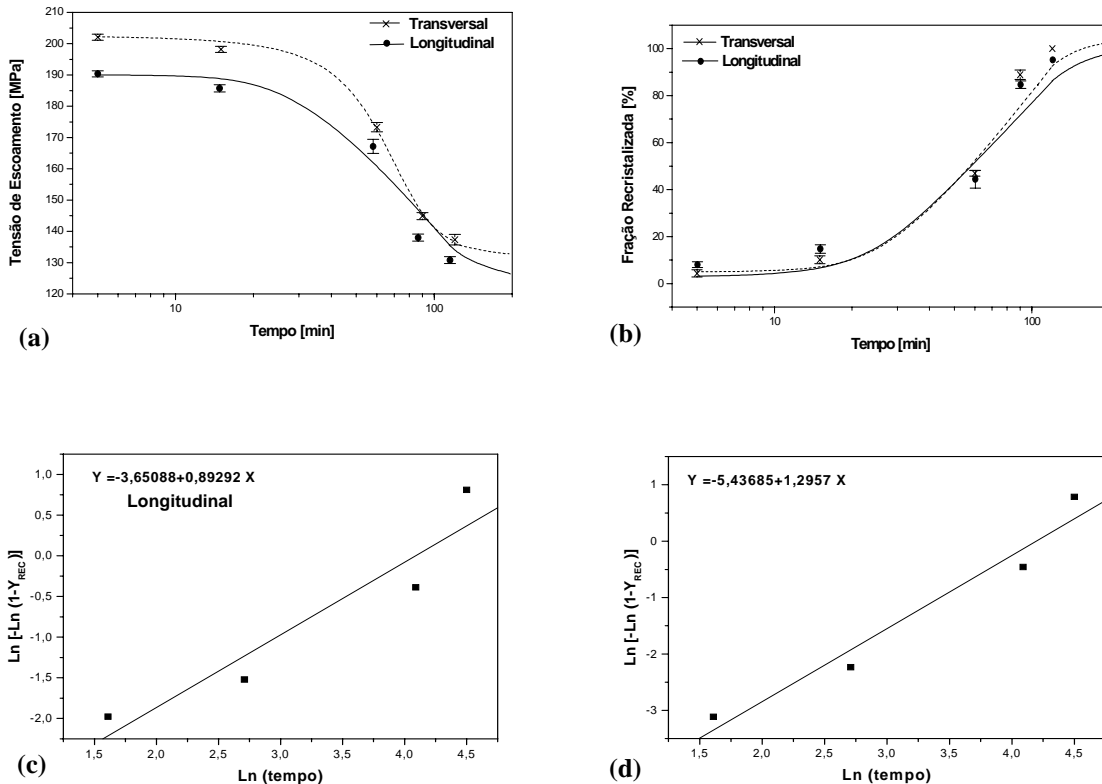


Fig. 1. Curvas dos limites de escoamento (a) e da fração recristalizada (b) em função do tempo de recozimento para a temperatura de 315°C. (c) e (d) diagramas  $\ln [-\ln (1-Y)] \times \ln (t)$  para determinação dos parâmetros da equação de Johnson-Mehl-Avrami, para as duas direções.

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

| Temperatura | Escoamento (L) | Escoamento (T) | Alongamento (L) | Alongamento (T) |
|-------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|
| 315°C       | 520 min        | 295 min        | 300 min         | 1400 min        |

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

| Temperatura | Escoamento (L) | Escoamento (T) | Alongamento (L) | Alongamento (T) |
|-------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|
| 305°C       | 1033 min       | 679 min        | 436 min         | 630 min         |
| 315°C       | 946 min        | 924 min        | 670 min         | 818 min         |
| 325°C       | 459 min        | 434 min        | 594 min         | 1062 min        |
| 335°C       | 235 min        | 268 min        | 846 min         | 458 min         |

ensaiadas na direção longitudinal e, 0,01505 e 1,2957 para as ensaiadas na direção transversal à laminação. As equações das frações recristalizadas que expressam a cinética de recristalização nas duas direções, longitudinal e transversal, são respectivamente

$$Y = 1 - \exp [-(0,01676t)^{0,89292}]$$

e

$$Y = 1 - \exp [-(0,01505t)^{1,2957}]$$

O tempo necessário para recristalizar o material ( $Y = 99,9\%$ ), de acordo com as equações de J-M-A, seria de aproximadamente 520 minutos para a direção longitudinal e 295 minutos para a transversal.

Os resultados obtidos com base no alongamento e para a liga Al-0,84Fe-0,63Si recozida nas temperaturas de 305, 315, 325 e 335°C, podem ser observados nas tabelas IV e V.

Em um material laminado, a cinética de recristalização tende a apresentar diferentes equações para fração transformada, desde que obtida a partir de propriedades mecânicas levantadas por tração uniaxial [3]. Estas diferenças acontecem em função dos diferentes níveis de encruamento, longitudinal (L) e transversal (T), produzidos pela laminação que atuam como força motriz de forma diferenciada durante o recozimento, gerando cinéticas de recristalização com um elevado grau de anisotropia no material parcialmente recristalizado (tabela IV).

As equações da cinética para o limite de escoamento mostraram que, para o recozimento realizado a 315°C, o tempo para recristalização tende a ser maior na liga de maior teor de silício. A princípio, isto se justifica pelo fato da liga de maior teor ter uma temperatura de recristalização mais elevada. Com relação ao tempo necessário à recristalização plena para o alongamento transversal, o fato da liga com maior teor de silício apresentar um menor valor de tempo necessário à restauração desta propriedade, sugere que um outro fenômeno ocorrendo simultaneamente à recristalização e que afeta predominantemente o domínio elástico para esta temperatura.

O comportamento elástico da liga, analisado pela tensão de escoamento, sempre é incrementado (diminuição da tensão de escoamento) com o aumento da temperatura e, principalmente, do tempo. Este comportamento é válido para as duas direções de ensaio, muito embora estas apresentem diferenças na cinética de recristalização devido às forças motrizes (oriundas das tensões elásticas residuais) que são sempre maiores na direção da deformação [6]. Entretanto, os nossos resultados sugerem que a força motriz para recristalização na direção longitudinal só é maior que para a direção transversal quando a temperatura de recozimento for maior que a temperatura de recristalização.

Analisando-se o comportamento plástico durante a evolução do material, verificamos que o alongamento longitudinal apresenta um comportamento inverso daquele que seria esperado. Para as duas direções, verificamos que o tempo necessário à recristalização plena aumenta quando a temperatura de recozimento cresce. Este comportamento anômalo e contrário ao esperado significa que durante o recozimento um outro fenômeno ocorre simultaneamente à recristalização.

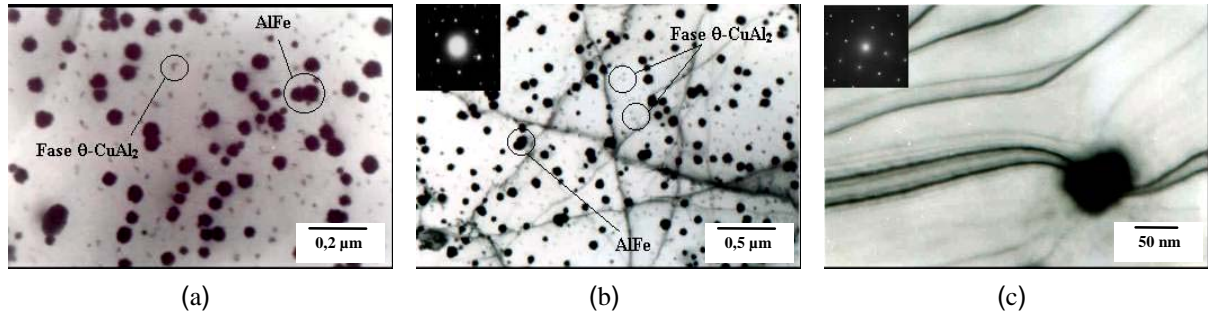


Fig. 2. MET (a) Região completamente recristalizada e (b) Parcialmente recristalizada de um plano da família {111}. Amostra recozida por 80 min a 315°C; (c) Linhas de discordâncias em um plano da família {100} atravessando uma quasi-partícula. Amostra recozida por 55 min a 315°C.

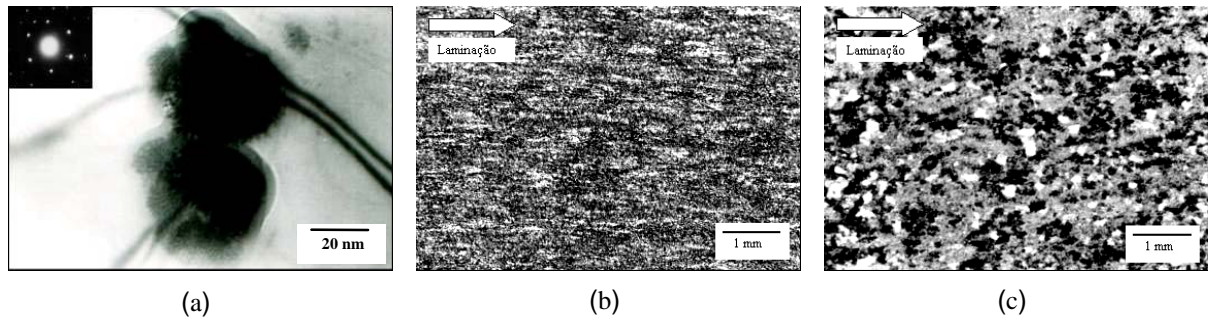


Fig. 3. MET (a) Quasi-partículas segregadas, ricas em ferro e silício, sendo atravessadas por linhas de discordâncias em uma amostra recozida por 70 min à 315°C; Micrografia em microscopia óptica (b) Amostra encruada e (c) Recozida por 120 min (recristalizada) à 315°C.

Os resultados em microscopia eletrônica de transmissão (MET), aliados à espectrometria à dispersão de energia – EDS, mostraram que a liga Al-0,80Fe-0,59Si tratada em tempos longos, a 315°C, apresenta em algumas regiões uma quantidade bastante significativa de partículas microsegregadas que dizem respeito à fase AlFe [13], além de precipitados que possivelmente devem corresponder à fase  $\theta$ -CuAl<sub>2</sub> [12] (figura 2a). Verificou-se, também, que mesmo após 80 minutos de tratamento, a liga apresentava, em algumas regiões, uma razoável concentração de discordâncias (figura 2b). A figura 2(c) mostra a presença de um segregado sem uma interface definida (quasi-partícula), característico de decomposição spinodal, sendo transpassado por linhas de discordâncias sem oferecer grande resistência ao seu movimento.

A figura 3(a) mostra, em detalhe, linhas de discordâncias atravessando uma concentração de quasi-partículas, ricas em ferro e silício (em processo de ordenamento) numa região parcialmente recristalizada de um plano da família {111}. Os resultados em microscopia óptica, figuras 3(b) e 3(c), mostram o efeito da recristalização na estrutura de grãos de uma amostra encruada.

Admitindo-se que estes resultados possam ser estendidos para as temperaturas mais elevadas, podemos justificar o aumento no tempo necessário à restauração do alongamento pela presença destas partículas, que em baixas frações volumétricas não comprometem o domínio elástico (tensão de escoamento), mas influenciam significativamente a plasticidade do material (alongamento) para temperaturas mais elevadas. A queda do tempo necessário para o alongamento transversal a 335°C só se justifica por uma inversão do fenômeno anterior (decomposição spinodal), ou seja, dissolução do soluto segregado (AlFeSi). Estas justificativas são apenas qualitativas e estudos posteriores em MET, preferencialmente de alta resolução, são necessários para melhor esclarecer estas anomalias.

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

As partículas da fase AlFe, apesar da nucleação coerente (matriz/precipitado), pode dificultar tanto a deformação quanto a recristalização. Conforme visto anteriormente [13], enquanto não atinge o estágio de crescimento, por coalescimento principalmente, esta fase contribui para o aumento da ductilidade pelo fato de tornar a matriz menos saturada. Entretanto, após o crescimento, comprometem a plasticidade do material (queda no alongamento) por tender a gerar distorção na interface Al/AlFe [14].

A liga AA 8011 tem baixíssimo teor de cobre, no entanto, foram encontrados traços de uma segunda fase, possivelmente fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ), numa região onde também continha AlFe. A presença desta fase só se justifica pela baixa homogeneização da liga durante o processo de fabricação. Então, durante recozimento de 80 minutos a  $315^\circ\text{C}$ , numa região contendo maior teor de cobre, foi possível a nucleação da fase  $\theta$ .

#### 4. CONCLUSÕES

1. Todas as modificações microestruturais que ocorrem simultaneamente à recristalização são decorrentes, principalmente, da decomposição spinodal e da nucleação e crescimento de fases intermediárias que precipitam antecipadamente devido à deformação;
2. A cinética de recristalização com base na dureza, apesar das limitações deste processo, mostrou-se uma importante ferramenta, atuando como orientadora para seleção dos tempos de tratamento em função da temperatura;
3. As equações que descrevem a cinética de recristalização seguem, com razoável aproximação para as temperaturas de  $315$  e  $325^\circ\text{C}$ , a lei empírica de formação formulada por J-M-A;
4. A cinética de recristalização tem um comportamento anisotrópico, no qual o sentido longitudinal comporta-se diferentemente do transversal;
5. No que diz respeito à evolução das propriedades mecânicas nos domínios elástico e plástico, a cinética de recristalização tem um comportamento anômalo e contrário ao que normalmente é observado, principalmente na direção transversal à laminação;

#### AGRADECIMENTOS

Agradecemos à Capes, ao CNPq e à Propesq / UFPE (PIBIC), pelas bolsas Mestrado e de Iniciação Científica. Agradecemos igualmente à Alcoa Alumínio S.A pelo suporte dado a este projeto e, em especial, à FACEPE pela passagem aérea concedida.

#### REFERÊNCIAS

- [1] A. Clemente, Relatório DT-093/87, Documento Interno da Alcoa - Alumínio S.A. (1987).
- [2] M. Sakaguchi, T. Yamanoi, M. Hasegawa, Metallkde, Germany (1986).
- [3] E. P. R. Lima, J. B. C. F. de Matos, R. S. Mendonça, Y. P. Yadava, R. A. S. Ferreira, II CONEM – Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, João Pessoa, Pb, Agosto de 2002, em CD-ROM.
- [4] L. R. Moris, Proceedings of an International Conference on Solidification, Sheffield (1977).
- [5] P. M. B. Rodrigues, P. Furrer, Physical and Mechanical Properties (1990).
- [6] R. A. S. Ferreira, Relatório Técnico – UFPE/Alcoa Alumínio S.A. (2001).
- [7] S. S. Gorelik, “Recrystallization in Metals and Alloys”, Mir Publishers, 2nd ed., Moscow (1981).
- [8] R. A. S. Ferreira, F. S. Silva, M. G. Burger, F. G. R. Freitas, 53º Congresso Anual da ABM, Belo Horizonte, MG, Dezembro de 1998, em CD-ROM.

- [9] R. A. S. Ferreira, “Transformação de Fase – Aspectos Cinéticos e Morfológicos”. Editora Universitária, 1ª ed., pp. 15-92, Recife – PE, Julho de 2002.
- [10] R. A. S. Ferreira, E. P. R. Lima, T. T. Alves, H. L. Carlos, 55º Congresso Anual da ABM, Rio de Janeiro, RJ, 2000 em CD-ROM..
- [11] E. Woldt, D. Juul Jensen, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 26 A, pp. 1717-1724, 1995.
- [12] D. A. Porter, K. E. Easterling, “Phase Transformations in Metals and Alloys”. Chapman & Hall, 2nd ed., pp. 263-379, London (1992).
- [13] R. A. S. Ferreira, F. G. R. Freitas, E. P. R. Lima, Scripta Materialia, Vol. 43, pp. 929 -934, 2000.
- [14] R. A. S. Ferreira, Y. P. Yadava, T. T. Alves, E. P. R. Lima, Taylor and Francis, Vol. 374, pp. 217-222 (2002).

### **STUDY OF THE KINETIC AND MORPHOLOGIC ASPECTS DURING RECRYSTALLIZATION OF AA 8011 ALUMINUM ALLOY**

**Abstract** – The AA 8011 alloy was annealed in varied times and temperatures and, soon after, submitted to mechanical tests for determination of recrystallization kinetics. The results showed that the kinetics can be described by J-M-A’s model and that the microstructural modifications occurred, except the recrystallization, are current of the spinodal decomposition and phase transformations by growth and nucleation, influencing the plasticity of the material.

**Keywords** – Materials and Metallurgy.

