



**ENCRUAMENTO, RECUPERAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS  
CONTENDO DISPERSÃO DE PRECIPITADOS**

**Angelo Fernando Padilha**

**DEPARTAMENTO DE METALURGIA NUCLEAR**

**CNEN/SP  
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
SÃO PAULO - BRASIL**

**Série PUBLICAÇÃO IPEN**

**INIS Categories and Descriptors**

**B22.30**

**ALLOYS  
PRECIPITATION HARDENING  
RECRYSTALLIZATION  
STRAIN HARDENING**

---

**IPEN - Doc - 3124**

**Aprovado para publicação em 28/12/88.**

**Nota: A redação, ortografia, conceitos e revisão final são de responsabilidade do(s) autor(es).**

# ENCRUAMENTO, RECUPERAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO DE LIGAS CONTENDO DISPERSÃO DE PRECIPITADOS (\*)

Angelo Fernando Padilha<sup>(1)</sup>

## RESUMO

Este trabalho faz uma revisão dos mecanismos de encruamento, recuperação e recristalização de ligas contendo dispersão de precipitados. No tópico referente ao encruamento são discutidos os efeitos do espaçamento, tamanho e forma das partículas de densidade e distribuição das discordâncias, as quais representam a parcela principal da energia armazenada no material após a deformação, que por sua vez é o potencial termodinâmico para a recristalização. Em seguida o papel dos precipitados na recuperação, na formação e no crescimento das regiões recristalizadas é discutido em detalhes. A competição entre recuperação e recristalização e a recristalização de soluções sólidas supersaturadas são também abordadas. Finalmente é discutida a relevância tecnológica dos fenômenos tratados.

(\*) Palestra proferida no "II Simpósio de Conformação Plástica dos Metais", Campinas, agosto de 1986.

(1) Departamento de Metalurgia Nuclear do IPEN-CNEN/SP, Caixa Postal 11049, São Paulo, SP

# **WORK HARDENING, RECOVERY AND RECRYSTALLIZATION OF ALLOYS CONTAINING DISPERSED PRECIPITATES**

Angelo Fernando Padilha

## **ABSTRACT**

This paper reviews the work hardening, recovery and recrystallization mechanisms in alloys containing dispersed precipitates. In the section on work hardening, the influence of spacing, particle size and shape on the density and distribution of dislocations have been discussed. They represent a large part of the energy stored in the material following deformation, which in turn is driving force for recrystallization. Next, the role of precipitates on recovery, on the formation and the growth of recrystallized regions has been discussed in detail. The competition between recovery and recrystallization and recrystallization of supersaturated solid solutions have also been mentioned. Finally, the technological relevance of the aspects treated in this paper has been discussed.

## 1. INTRODUÇÃO

Após a deformação a frio, aproximadamente 10% da energia utilizada na deformação é armazenada no metal <sup>(9)</sup>. Esta energia é armazenada principalmente como defeitos puntiformes e discordâncias. A densidade e distribuição destes defeitos, principalmente as discordâncias (as quais podem estar distribuídas não homogeneamente formando uma subestrutura celular) dependem de vários fatores: do metal, de sua pureza e tamanho de grão, e da quantidade, temperatura, velocidade e modo de deformação <sup>(31,33,49)</sup>. Portanto um metal deformado a frio é termodinamicamente instável com relação ao estado recozido. Quando este metal deformado for recozido os defeitos termodinamicamente em excesso poderão ser eliminados, abaixando a energia interna, por meio de dois processos: recuperação e recristalização. No processo de recuperação pode-se ter: recombinação de intersticiais e lacunas, pequenos rearranjos de discordâncias reduzindo seus campos elásticos de tensões, aniquilamento de discordâncias de sinais opostos, formação e crescimento de subgrãos <sup>(11,36)</sup>; todas estas formas de recuperação são ativadas termicamente. Grande parte da energia armazenada na deformação é, na maioria dos casos, eliminada no processo de recristalização. A recristalização é definida como a eliminação de defeitos através de migração de contornos de alto ângulo. A recristalização se dá pela formação e crescimento de novos grãos livres de deformação. Tanto a formação como o crescimento das regiões recristalizadas são termicamente ativadas. A formação pode-se dar por migração de subcontornos <sup>(11)</sup>, coalescimento de subgrãos <sup>(27,28,34)</sup> ou ainda por migração de contornos de grão existentes antes da deformação <sup>(5,6,7,8)</sup>. No modelo de migração de contorno de alto ângulo por migração de subcontornos o aparecimento do núcleo de recristalização se dá pelo crescimento de subgrãos. Este crescimento de subgrão leva a um aumento da desorientação e da energia com o consequente aparecimento de contornos de alto ângulo, os quais apresentam alta mobilidade. O coalescimento de dois ou mais subgrãos vizinhos por rotação de um deles é ilustrado na figura 1. Esta rotação torna suas redes cristalinas sem desvio, eliminando o subcontorno, devido à transferência das discordâncias do subcontorno que está desaparecendo para os subcontornos vizinhos. Estes subcontornos vizinhos têm sua energia e mobilidade aumentadas (vide figura 2). A migração de contornos exis-

.2.

tentes antes da deformação é induzida por diferença de deformação entre os dois grãos. A migração se dá do grão menos deformado para o mais deformado (vide figura 3). Isto leva a uma redução da energia interna, que é equivalente à diferença entre a energia liberada devido à diminuição da densidade de defeitos na região varrida pelo contorno e a energia referente ao aumento de superfície do contorno. O mecanismo de início de recristalização por migração de contornos existentes antes da deformação é favorecido para baixos graus de encruamento. Por outro lado enquanto a rotação de subgrãos é favorecida por baixas temperaturas de recozimento, a migração de subgrãos é por altas temperaturas de recozimento<sup>(47,51)</sup>. Nas condições de recozimento isotérmico, a recristalização primária apresenta um tempo de incubação devido ao crescimento de embriões até o tamanho crítico de estabilidade. O crescimento das regiões recristalizadas se dá pela migração de contornos de alto ângulo eliminando defeitos ou, em outras palavras, pelo movimento de átomos da região deformada (alta energia) junto à frente de reação, para o lado recristalizado (baixa energia).

As adições ou impurezas levam a três tipos de ligas, do ponto de vista de recristalização: (i) as impurezas ou elementos de liga encontram-se em solução sólida; (ii) os elementos de liga ou impurezas encontram-se na forma de precipitados de segunda fase; (iii) os elementos de liga encontram-se na forma de uma segunda fase e a fração volumétrica desta segunda fase é alta. Nas ligas do tipo (ii) se estuda a recristalização da fase matriz, geralmente mais dútil, considerando-se o precipitado indeformável. Exemplos típicos deste caso são as ligas endurecíveis por precipitação coerente no estado superenvelhecido, o alumínio comercial (Al-Fe-Si) e a liga 3003 (Al-Mn-Fe-Si). Nas ligas do tipo (iii) considera-se que as duas fases deformam-se, geralmente, de modo diferente, e recristalizam-se obedecendo a uma cinética diferente; é o caso dos latões  $\alpha$ - $\beta$ , por exemplo. A seguir discute-se especificamente as ligas do tipo (ii).

## 2. ENCRUAMENTO DAS LIGAS CONTENDO DISPERSÃO DE PRECIPITADOS

As teorias de deformação plástica de ligas contendo dispersão de partículas indeformáveis tem se preocupado com dois aspectos fundamentais: (i) variação do limite de escoamento com a distribuição e fração volumétrica dos precipitados e (ii) influência destes parâmetros no encruamento. O efeito dos precipitados no limite de escoamento foi discutido em 1948 por Orowan<sup>(39)</sup> em trabalho físico clássico, cujas principais conclusões são aceitas até os dias atuais. A seguir discute-se apenas encruamento, o qual está mais ligado à energia armazenada na de formação e, portanto, à recristalização.

Uma das primeiras tentativas de explicar o endurecimento devido à obstáculos dispersos foi proposta por FISHER, HART e PRY<sup>(20)</sup>. Eles consideraram que, durante a deformação, formavam-se sucessivos anéis de discordâncias ao redor dos precipitados, no plano de escorregamento; a sobretensão ("back stress") correspondentes a estes anéis exigiria tensões crescentes para a operação de fontes de discordâncias. A expressão deduzida para descrever o encruamento foi:

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

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

DEW-HUGHES e ROBERTSON<sup>(12)</sup>, utilizando esta expressão para 7% de deformação por cisalhamento, para monocristais de Al-Cu superenvelhecidos, mostraram que ela não era adequada e propuseram outra expressão, de acordo com seus resultados experimentais, modificando o fator  $F^{3/2}$  para  $F$ .

ASHBY<sup>(3)</sup> mostrou que a teoria de FISHER, HART e PRY é razoável somente para deformações menores que 2% em cisalhamento e discutiu<sup>(2)</sup> de um modo geral, a criação de discordâncias nos casos em que a matriz e precipitado não se deformam igualmente. Observou-se que se uma fase dispersa, na forma de pequenas partículas, deforma-se menos que a matriz (ou não se deforma), ocorrem gradientes de deformação dentro do material.

.4.

Para acomodar gradientes de deformação impostos pela microestrutura em materiais "plasticamente não homogêneos" discordâncias "geometricamente necessárias" são armazenadas na matriz, próximas aos precipitados. Só para baixas deformações, condição em que a densidade de discordâncias geometricamente necessárias é menor<sup>(2)</sup>, a teoria desenvolvida por FISHER, HART e PRY seria válida.

Dois tipos de arranjos de discordâncias geometricamente necessárias são esquematizadas na figura 4. A figura 4a mostra um elemento de volume do cristal não deformado contendo uma inclusão indeformável de segunda fase. Na figura 4b, a inclusão é hipoteticamente removida e o cristal é cisalhado uniformemente; como a inclusão é indeformável, o buraco tem que ter sua forma restaurada para recolocar a inclusão. As figuras 4c e 4d mostram a restauração da forma original através de anéis de cisalhamento, respectivamente, nos sistemas primários e secundários. Note-se que este processo leva à curvatura local do reticulado na matriz nesta região. Curvatura local é um fator que favorece a formação de regiões recristalizadas<sup>(44)</sup>.

Nas figuras 4e e 4f a restauração se dá pela formação de anéis prismáticos de discordâncias, que não levam à curvatura local do reticulado, mas são susceptíveis de rearranjos do tipo recuperação.

Durante o processo de deformação a forma e o tamanho das partículas são importantes na determinação dos tipos de arranjos de discordâncias formados ao redor dos precipitados. Em dispersões com partículas equiaxiais menores que 3000 Å os arranjos do tipo 4e e 4f são preferidos e os arranjos do tipo 4c e 4d se dão preferencialmente em partículas maiores que 5000 Å e não equiaxiais, por exemplo, plaquetas<sup>(44)</sup>.

Quanto a densidade de discordâncias, RUSSEL e ASHBY<sup>(45)</sup>, trabalhando com monocristais Al-Cu envelhecidos, mostraram que a densidade de discordâncias das ligas contendo dispersão de precipitados era tanto maior quanto menor o espaçamento entre precipitados. O efeito se acentuava à medida que a deformação aumentava, devido às discordâncias geometricamente necessárias.

Quanto à subestrutura de deformação, GOODRICH e ANSELL<sup>(22)</sup> mostraram que quanto mais fina a distribuição de precipitados maior a deformação necessária para a formação de células e menor o tamanho de célula.

A presença de precipitados acarretava também distribuições mais homogêneas de discordâncias com conseqüente redução na diferença de orientação entr. as células<sup>(10,29,32)</sup>.

DOHERTY e MARTIN<sup>(13)</sup> usando a expressão de DEW-HUGHES e ROBERTSON<sup>(1)</sup> sugeriram que, para uma dada deformação, a energia armazenada na deformação a frio e, portanto, o potencial termodinâmico ( P ) para recristalização, pode ser dado por uma expressão do tipo:

$$P = K' + K'' F/r$$

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

### 3. RECUPERAÇÃO NAS LIGAS CONTENDO DISPERSÃO DE PRECIPITADOS

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

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

Trabalhos de deformação plástica<sup>(30)</sup> em ligas oxidadas internamente mostraram que o endurecimento por deformação sofre relaxação com o tempo devido à dispersão de partículas de óxidos em cobre, mesmo à temperatura ambiente. ASHBY<sup>(2)</sup> propõe que, provavelmente, este efeito seja típico de ligas endurecíveis por dispersão. Tal relaxação se manifesta de duas maneiras: )i) através de uma taxa de encruamento marcadamente diferente quando cristais idênticos são testados a temperaturas diferentes ou (ii) quando o ensaio é interrompido, há um abaixamento da tensão necessária para se continuar a deformação, na reaplicação da carga.

.6.

HIRSCH e HUMPHREYS<sup>(24)</sup> utilizando microscopia eletrônica de transmissão mostraram que a redução na taxa de encruamento está associada a uma grande redução na densidade de anéis. As observações indicam que os anéis geometricamente necessários são removidos, por processos de difusão, mais facilmente que as discordâncias estatisticamente armazenadas.

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

Como por ser visto na figura 5, os dois lados do anel de cisalhamento, ou os dois anéis prismáticos de sinais opostos, são separados por uma distância pequena e bem definida, ou seja o diâmetro da partícula. A difusão de átomos de um lado para o outro da partícula causa ascensão de anéis de cisalhamento e aniquilação por escorregamento (fig. 5a) ou contração concomitante de dois anéis prismáticos, situados em lados opostos da partícula (fig. 5b). ASHBY<sup>(2)</sup> lembra ainda que este processo pode ocorrer a baixas temperaturas porque o potencial termodinâmico para difusão é alto, a distância de difusão é pequena e existem caminhos de alta difusividade pela interface matriz-precipitado.

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

Quanto ao tamanho, EBERLING e ASHBY<sup>(16)</sup> mostraram que, à temperatura ambiente, o encruamento em monocristais de cobre com dispersões de sílica de diâmetro aproximadamente de  $1000 \text{ \AA}$  era estável. De outro lado JONES<sup>(30)</sup> mostrou que em monocristais de cobre contendo partículas de óxido de Berílio com cerca de  $100 \text{ \AA}$ , o encruamento era instável à temperatura ambiente.

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

#### 4. RECRISTALIZAÇÃO DAS LIGAS CONTENDO DISPERSÃO DE PRECIPITADOS

Neste tipo de ligas, existem evidências de casos em que a presença da dispersão de precipitados atrasou a recristalização<sup>(1,23,42,52)</sup>, e de casos em que a recristalização foi acelerada<sup>(53,53)</sup>, em relação à solução sólida matriz, rica de precipitados.

DOHERTY e MARTIN<sup>(13,14,15,17)</sup> em trabalhos com ligas Al-Cu com várias porcentagens de Cu e várias dispersões de precipitados, em monocristais e policristais, mostraram que:

- a) Em matriz contendo dispersão grosseira de precipitados, a recristalização se processava mais rapidamente do que no caso da solução sólida;
- b) Com dispersões finas de precipitados, a recristalização era cada vez mais retardada até se tornar mais lenta que a recristalização da solução sólida;
- c) Um decréscimo de quatro vezes na distância livre média entre precipitados aumentava  $10^5$  vezes o tempo para 50% de recristalização e aumentava o tamanho de grão final  $10^3$  vezes.

Estes resultados podem ser explicados considerando-se que a dispersão de precipitados afeta três parâmetros: (i) o estado encruado (já discutido); (ii) a nucleação e (iii) a velocidade de migração de interfaces.

Existem várias evidências experimentais<sup>(13,14,15,19,37)</sup> de recristalização iniciada junto a precipitados ou inclusões.

Três condições têm que ser satisfeitas para que uma dispersão de precipitados favoreça a recristalização.

- i) tamanho e forma dos precipitados: conforme já foi mencionado em tópico anterior, arranjos de discordâncias na matriz encruada, que favoreçam a nucleação, ocorrem preferencialmente junto a partículas não equiaxiais e maiores que  $5000 \text{ \AA}^{(44)}$ ,

.8.

- ii) distância entre precipitados: existe uma distância mínima entre precipitados abaixo da qual os subcontornos são bloqueados antes de migrarem o suficiente para se transformarem em contornos de alta energia com alta mobilidade;
- iii) grau de deformação: existe uma deformação crítica mínima (18,46), a qual depende do tamanho das partículas (vide figura 6) e acima da qual as partículas induzem a nucleação da recristalização.

DOHERTY e MARTIN<sup>(13,14,15,17)</sup>, na explicação dos seus resultados s̄o consideram a condiç̄ao ii), isto ẽ, o espaçamento entre precipitados. Todavia, analisando-se as dispersões em que a recristalizaç̄ao foi acelerada, naqueles trabalhos, constata-se que as trẽs condiç̄oes foram satisfeitas.

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

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

O papel da dispersão de precipitados no potencial termodinãmico foi discutido no t̄opico referente ao encruamento de ligas com dispersão de precipitados.

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

Os trabalhos recentes sobre a interaç̄ao entre contorno de alto ângulo e partículas de segunda fase<sup>(4,21,38)</sup> mostram que o tratamento original devido à ZENER<sup>(48)</sup> dá uma estimativa razoável para a resistẽncia imposta por partículas à migraç̄ao dos contornos.

Segundo ZENER, a força que um precipitado esférico exerce num contorno dificultando seu movimento, pode ser deduzida utilizando-se a figura 7.

Esta força é máxima para  $\theta = 45^\circ$ , portanto;  $\phi_{\max} = \pi r \sigma$ .

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

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

$$\phi_{\text{total}} = 3\sigma F/2r$$

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

Conforme foi discutido no item 2, quanto mais fina a distribuição de precipitados maior a energia armazenada na deformação, maior o potencial termodinâmico para recristalização e, portanto, maior a facilidade para o crescimento, uma vez que a velocidade de crescimento é diretamente proporcional ao potencial termodinâmico. Por outro lado, a resistência ao movimento do contorno pelos precipitados também é maior para dispersões mais finas.

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

## 5. COMPETIÇÃO ENTRE RECUPERAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO

GORDON e VANDERMEER<sup>(50)</sup> trabalhando com alumínio puro policristalino refinado por zona, utilizando a deformação de 40% de redução em espessura, constataram que a baixas temperaturas de recristalização, a partir de certa fração recristalizada (a qual era menor quanto menor a temperatura de recozimento), as frações recristalizadas medidas eram menores que as previstas pela equação de AVRAMI.

.10.

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

Conforme foi mostrado pelo autor<sup>(40)</sup>, o número de contornos de alto ângulo responsáveis pela recristalização é sensível ao grau de deformação. À medida que o número destes contornos cresce, eles têm que migrar distâncias menores para a recristalização se completar e a cinética global de recristalização torna-se pouco dependente da velocidade de crescimento. Para altas deformações, a energia armazenada na deformação a frio é alta, de modo que mesmo que processos de recuperação das regiões recristalizadas ocorram durante a recristalização, o potencial termodinâmico pode ser ainda suficiente para permitir que o contorno que está migrando suplante as dificuldades impostas à migração pelos precipitados.

À medida que se diminui a deformação, o número de núcleos sendo menor, os contornos de alto ângulo formados têm que migrar distâncias maiores para a recristalização se completar, requerendo para isto mais tempo, durante o qual a recuperação das regiões ainda não recristalizadas pode se processar, diminuindo o potencial termodinâmico e portanto a velocidade de crescimento. Este processo, dependendo do grau de deformação e da extensão da recuperação, pode levar a situações extremas em que a recristalização não se completa.

Nestas situações, embora ocorra a formação de contornos de alto ângulo, estes não migram o suficiente, antes que a velocidade média de migração caia a valores muito baixos, devido à recuperação das regiões não recristalizadas, permanecendo uma fração não recristalizada residual. Esta fração é tanto maior quanto menor o grau de deformação.

Quanto à distribuição de precipitados, espera-se que, à medida que as dispersões se tornem mais finas para um dado potencial termodinâmico de recristalização, a velocidade de crescimento tenha papel cada vez mais importante na cinética de recristalização. Várias razões podem ser enumeradas para justificar esta previsão. À medida que as dispersões se tornam mais finas a formação de contornos de grande

ângulo<sup>(13,14,15,17,44)</sup> e sua migração<sup>(48)</sup> ficam mais difíceis. Com relação à competição entre recuperação e recristalização, para dispersões mais finas, mais fáceis são os processos de recuperação dos anéis de discordâncias geometricamente necessárias junto aos precipitados<sup>(2)</sup>, diminuindo o potencial termodinâmico para recristalização. Quanto à cinética de recristalização, tornar a dispersão de precipitados mais fina tem efeito similar à diminuição no grau de deformação.

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

Conforme mencionado acima, GORDON e VANDERMEER<sup>(50)</sup> constataram que a competição entre recuperação e recristalização se acentuava à medida que se diminuía a temperatura de recozimento. A explicação dada por estes autores para este fato foi a seguinte: como a energia de ativação para processos de recuperação é mais baixa do que a energia de ativação para recristalização, a diminuição na temperatura de recozimento favorece a recuperação na competição entre recuperação e recristalização. Em ligas com dispersão de precipitados este efeito da temperatura de recozimento também é esperado, sendo que sua extensão vai depender das outras variáveis: dispersão de precipitados e grau de deformação.

## 6. SOLUÇÕES SÓLIDAS SUPERSATURADAS

Conforme será discutido no item 7 é frequente em Metalurgia a seguinte sequência de tratamentos: solubilização total ou parcial, têmpera, encruamento a frio e recozimento. Durante o recozimento final poderá ocorrer a influência mútua entre precipitação e recristalização.

Para se obter um quadro geral das condições nas quais existe a influência mútua entre precipitação e recristalização, considerar-se-ão suas interdependências com a temperatura<sup>(25,26)</sup>.

.12.

O início da recristalização ( $t_R$ ) (núcleos de recristalização de tamanho constante) segue a equação:

$$t_R = t_{R_0} (N) \exp \frac{Q_R (N)}{RT} \quad (27)$$

onde  $t_{R_0}$  = fator contendo o potencial termodinâmico para a reação, um termo de entropia e fatores geométricos;  $Q_R (N)$  = energia de ativação para a formação de uma frente de recristalização, descrevendo razoavelmente com o aumento da densidade de discordâncias ( $N$ ).  $RT$  tem o significado habitual.

O tempo de incubação para precipitação ( $t_p$ ) (apenas uma fase estável) é dado por:

$$t_p = t_{p_0} (N) \exp \frac{Q_p (T,N) + Q_D}{RT}$$

com:  $t_{p_0}$  = fator contendo um tempo de entropia e fatores geométricos ;  $Q_p(T,N)$  = energia de ativação para nucleação da segunda fase, dependendo fortemente do superesfriamento abaixo da temperatura de equilíbrio e dos defeitos da estrutura na matriz supersaturada,  $Q_D$  = energia de ativação para difusão.

As curvas TTT (tempo-temperatura de transformação) para precipitação e para recristalização são apresentadas na figura 8.

Pode-se, com base nesta figura, distinguir três faixas de temperatura de recozimento:

Faixa I -  $T > T_1$  - Recristalização influenciada apenas pela segregação: não corre precipitação.

Faixa II -  $T_1 > T > T_2$  - Recristalização influenciada apenas pela segregação: a precipitação ocorre após a recristalização ter se completado:

Faixa III -  $T < T_2$  - A precipitação influencia tanto o rearranjo de discordâncias para formar as frentes de recristalização como sua subsequente migração.

As curvas de r-recristalização e precipitação da figura 8b podem deslocar-se em função do grau de deformação. Isto implica em que a temperatura "T<sub>2</sub>" não seja estritamente definida, uma vez que a deformação não é homogênea em toda amostra, existindo regiões com densidades de discordâncias e curvatura local do reticulado muito maiores que outras.

## 7. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Inúmeros materiais comerciais apresentam uma microestrutura contendo partículas incoerentes e duras dispersas em uma matriz dútil. Estas dispersões de partículas podem ser obtidas por metalurgia do pó ou por tratamentos têrmicos. Estas partículas incoerentes e não cisalháveis pouco contribuem para o aumento do limite de escoamento mas causam um acentuado encruamento. Isto justifica o uso frequente destas ligas no estado encruado. Neste aspecto é importante se conhecer o com-portamento da recristalização destas ligas para poder evitá-la, mantendo-se propriedades do material encruado (não recristalizado). Outro aspecto interessante destas ligas é que a dispersão de partículas pode evitar qualquer crescimento de grão após a recristalização na faixa de temperaturas em que a dispersão de partículas não coalesce significativamente. Nestes casos o tamanho de grão final é controlado basicamente pela recristalização. Trabalho recente<sup>(35)</sup> sugere que a presença de precipitados desta classe em alumínio acarreta raticamente a elimina-ção de textura de recristalização, pois durante a recristalização os precipitados inibiriam a nucleação e o crescimento orientados. Outro grupo importante de ligas contendo precipitados é o das ligas tratá-veis termicamente ou seja endurecíveis por precipitação coerente. Neste caso o precipitado é geralmente fino, coerente ou semi-coerente e cisalhável. A ocorrência deste tipo de precipitado causa um significativo aumento no limite de escoamento da liga; a sua contribuição ao encruamento é muito pequena. Neste tipo de ligas é muito mais comum se deformar o material a frio após o tratamento têrmico de solubilização e antes do envelhecimento, para se obter distribuições mais finas de precipitados.

.14.

Durante a realização de tratamentos termomecânicos é também muito frequente a presença de algum grau de supersaturação e a ocorrência de precipitação durante ou após a deformação plástica. PIMENTA e co-autores<sup>(41)</sup> utilizando uma liga de alumínio mostraram que um tratamento prévio (anterior ao encruamento) de solubilização parcial a 630°C por 2 horas com resfriamento brusco propiciava em comparação com um tratamento de estabilização a 370°C por 10 horas com resfriamento ao ar as seguintes vantagens: i) maior taxa de encruamento; ii) maior resistência à recristalização (vide figura 9) e iii) tamanho de grão mais fino no caso de ocorrer a recristalização. Estes autores<sup>(41)</sup> atribuíram ao resfriamento brusco o maior encruamento das amostras tratadas a 630°C, ao passo que a maior resistência à recristalização e a obtenção de grão mais fino para este mesmo tratamento foram atribuídas à precipitação que ocorre simultaneamente com a recristalização.

Os modelos e mecanismos básicos discutidos neste trabalho possibilitaram numerosas aplicações práticas na área de desenvolvimento de ligas, tratamentos térmicos e termomecânicos e refino e grão.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 ADASHI, M. & GRANT, N.J. The effects of stored energy and recrystallization on the creep rupture properties of internally oxidized copper-alumina and copper-silica alloys. Trans. Metall. Soc. AIME, 218:881, 1960.
- 2 ASHBY, M.F. The deformation of plastically non-homogeneous alloys. In: KELLY, A. & NICHOLSON, R.B., eds. Strengthening methods in crystals. London, Applied Science Publ., 1971. cap.3, p.137-92.
- 3 ASHBY, M.F. Work hardening in dispersion hardened crystals. Philos. Mag., 14:1157-78, 1966.
- 4 ASHBY, M.F. & LEWIS, J. On boundary of inclusion with migrating grain boundaries. In: SURFACES and interfaces II. s.1., Syracuse Univ. Pr., 1968. p.395.
- 5 BAILEY, J.E. Electron microscope observation on recovery and recrystallization processes in cold-worked metals. In: THOMAS, G. & WASHBURN, J., eds. Electron microscopy and strength of crystals. New York, Interscience Publ., 1963. p.535.
- 6 BAILEY, J.E. Electron microscope observation on the annealing processes occurring in cold worked silver. Philos. Mag., 5:833-42, 1960.
- 7 BAILEY, J.E. & HIRSCH, P.B. The recrystallization processes in some polycrystalline metals. Proc. R. Soc. (London), Ser. A, 267:11-30, 1962.
- 8 BECK, P.A. & SPERRY, P.R. Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum. J. Appl. Phys., 21:150-2, 1950.
- 9 BEVER, M.B.; HOLT, D.L.; TITCHENER, A.L. The stored energy of cold work. Prog. Mater. Sci., 17:23, 1973.

.16.

- 10 BRIMHALL, J. L. & HUGGINS, R. A. Electron-microscopic observations of deformed internally oxidized alloys. Trans. Metall. Soc. AIME, 233:1076, 1965
- 11 CAHN, R. W. A new theory of recrystallization nuclei. Proc. Phys. Soc., Ser. A1, 63:323-36, 1950.
- 12 DEW-HUGHES, D. & ROBERTSON, W.D. Dispersed particle hardening of aluminum-copper alloy single crystals. Acta Metall., 8:147-55, 1960.
- 13 DOHERTY, R. D. & MARTIN, J. W. The effect of a dispersed second phase on the recrystallization of aluminum-copper alloys. J. Inst. Met., 91:332, 1962/63.
- 14 DOHERTY, R. D. & MARTIN, J. W. Recrystallization in two phase aluminum copper alloys. In: TITLBACH, M., ed. Electron microscopy: proceedings of the 3rd. European regional conference... held in Prague, Aug. 1964. London, Royal Microscopical Society, 1964. p.141.
- 15 DOHERTY, R. D. & MARTIN, J. W. Recrystallization in two phase aluminum copper alloys. Trans. quart. ASM, 57:874, 1964.
- 16 EBELING, R. & ASHBY, M. F. Dispersion hardening of copper single crystals. Philos. Mag., 13:805-34, 1966.
- 17 The effect of dispersed second phase on recrystallization of Al-Cu alloys. J. Inst. Met., 92:124, 1963. (Discussion).
- 18 EMBURY, J. D. Plastic flow in dispersion hardened materials. Metall. Trans., A, 16(12):2191-200, 1985.
- 19 ENGLISH, A. T. & BACKOFEN, W. A. Recrystallization in hot-worked silicon-iron. Trans. Metall. Soc. AIME, 230:396, 1964.

- 20 FISHER, J. C.; HART, E. W.; PRY, R. H. The hardening of metal crystal by precipitate particles. Acta Metall., 1:336-9, 1953.
- 21 CLADMAN, T. On the theory of the effect of precipitate particles on grain growth in metals. Proc. R. Soc. (London), Ser. A., 294:298-309, 1966.
- 22 GOODRICH JR., R. S.; ANSELL, G. S. Observation of deformation induced substructure in Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> SAP-type dispersion strengthened alloys. Acta Metall., 12:1096-110, 1964.
- 23 GREGORY, E. & SMITH, G. C. The effects of internal oxidation on the tensile properties of some silver alloys at room and elevated temperature. J. Inst. Met., 185:81, 1956/57.
- 24 HIRSCH, P.B. & HUMPHREYS, M. F. Plastic deformation of two-phase alloys containing small nondeformable particle. In: ARCON, A. S., ed. Physics of strength and plasticity. Cambridge, MIT Pr., 1969. cap.15, p.189-216.
- 25 HORNBOGEN, E. Nucleation of precipitates in defects solid solutions In: ZETTDEMAYER, A. C. ed. . Nucleation. New York, Marcel Decker, 1969. p.309.
- 26 HORNBOGEN, E. & KÖSTER, U. Recrystallization of two phase alloys. In: HASSNER, F. (ed.). Recrystallization of metallic materials. Stuttgart, Riederer-Verlag, 1978. p.159.
- 27 HU, H. Recrystallization by sub-grain coalescence. In: THOMAS, G. & WASHBURN, J., eds. Electron microscopy and strength of crystals New York, Interscience Publ., 1963. p.564.
- 28 HU, H. Direct observations on the annealing of Si-Fe crystals in the electron microscope. Trans. Metall. Soc. AIME, 224:75, 1962.

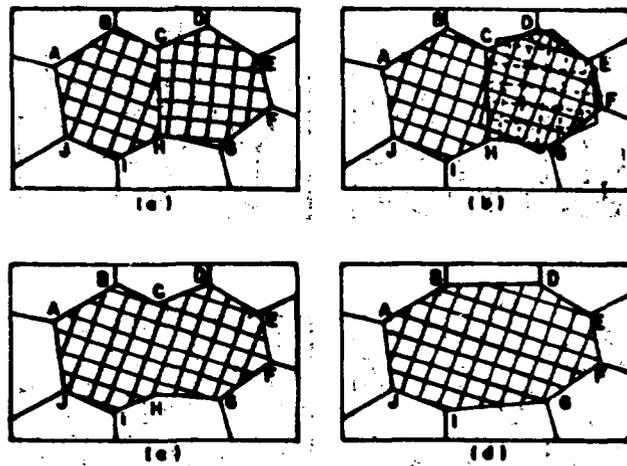
.18.

- 29 HUMPHREYS, F. J. & MARTIN, J. W. The effect of dispersed phase upon dislocation distribution in plastically deformed copper crystals. Philos. Mag., 16:927-57, 1967.
- 30 JONES, R. L. The tensile deformation of copper single crystal containing BeO particles. Acta Metall., 17:229-35, 1969.
- 31 KEH, A. S. & WEISSMANN, S. Deformation substructure in body centered cubic metals. In: THOMAS, G. & WASHBURN, J., eds. Electron microscopy and strength of crystals. New York, Interscience Publ., 1963, p. 231.
- 32 KLEIN, M. J. & HUGGINS, R. A. The structure of cold worked silver and silver-magnesium oxide alloys. Acta Metall., 10:55-62, 1962.
- 33 KUHLMANN, D. & WILSDORF, H. G.F. Origin of dislocation tangles and loops in deformed crystals. In: THOMAS, G. & WASHBURN, J., eds. Electron microscopy and strength of crystals. New York, Interscience Publ., 1963. p.575.
- 34 LI, J. C. M. Possibility of sub-grain rotation during recrystallization. J. Appl. Phys., 33:2958-65, 1962.
- 35 LIMA, N. B. de; IMAKUMA, K.; PADILHA, A. F. Textura de tubos de liga de alumínio contendo precipitados. In: ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METAIS. ABM: anais do 41º Congresso Anual da..., realizado em São Paulo, 9-14 de nov. de 1986. São Paulo, 1986.
- 36 McELROY, R. J. & SZCOPIAK, Z. C. Dislocation-substructure-strengthening and mechanical-thermal treatment of metals. Int. Metall. Rev., 17: 175, 1972.
- 37 MOULD, P. R. & COTTERILL, P. The effect of particle content and matrix grain size on the recrystallization of two phase aluminum-iron alloys. J. Mater. Sci., 2:241-55, 1967.

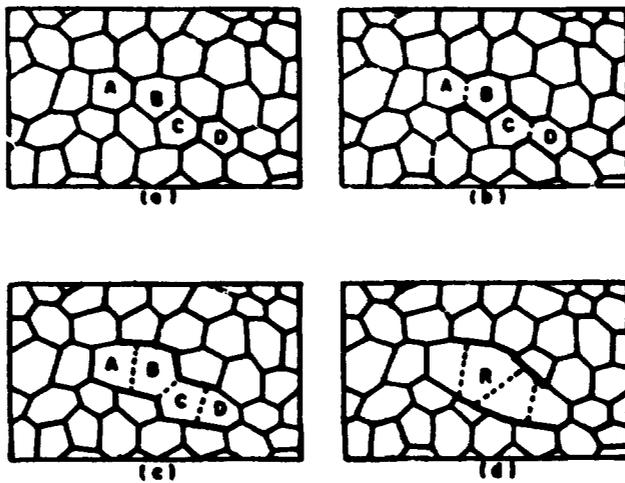
- 38 NES, E.; RYUM, N.; HUNDERY, O. On the Zener drag. Acta Metall., 33:11-22, 1985.
- 39 OROWAN, E. Theory of yield without particle shear. In: INSTITUTE OF METALS. Internal stresses in metals and alloys: proceedings of a symposium. London, 1948. p.451.
- 40 PADILHA, A. F. & FALLEIROS, I. G. S. Cinética de recristalização de uma liga de alumínio contendo dispersão de precipitados. Metalurgia (São Paulo), 35(262):587-90, 1979.
- 41 PIMENTA JR, F. C.; ARRUDA, A. C. F.; PADILHA, A. F. Resistance to recrystallization in A-1% Mn alloys. Z. Metallkd., 77:522, 1986.
- 42 PRESTON, O. & GRANT, N. J. Dispersion strengthening of copper by internal oxidation. Trans. Metall. Soc. AIME, 221:164, 1961.
- 43 RICHARDS, T. L. & PUGH, S. E. The influence of prior heat-treatment on recrystallization of commercial aluminum. J. Inst. Met., 88:141, 1959/60.
- 44 ROLLASON, T. C. & MARTIN, J. W. The effect of particle size upon the annealing behavior of plastically deformed two phase crystals. J. Mater. Sci., 5:127-32, 1970.
- 45 RUSSEL, K. C. & ASHBY, M. F. Slip in aluminum crystals containing strong, plate-like particles. Acta Metall., 18:891-901, 1970.
- 46 SANDSTRÖM, R. Criteria for nucleation of recrystallization around particles. In: HANSEN, N.; JONES, A.R.; LEFFERS, T., eds. Recrystallization and grain growth of multi-phase and particle-containing materials: proceedings of a conference on... held in Roskild, 8-12 Sept., 1980. Roskilde, Ris National Laboratory, 1980. p.45-9.

.20.

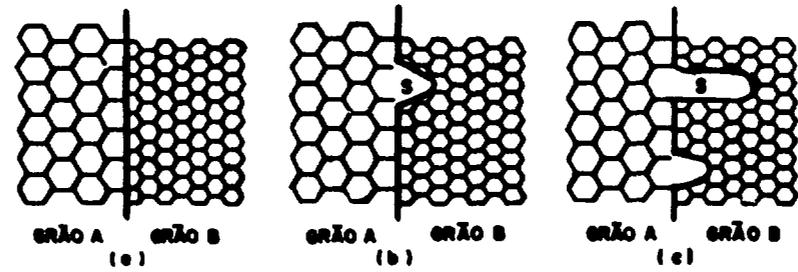
- 47 SANDSTRÖM, R.; LEHTINEN, B.; HEDMAN, E.; CROZA, I.; KARLSSON, S. Subgrain growth in Al and Al-1% Mn during annealing. J. Mater. Sci., 13:1229-42, 1978.
- 48 SMITH, C. S. Grain, phases and interfaces: a interpretation of microstructure. Trans. Metall. Soc. AIME, 175:15, 1948.
- 49 SWANN, P. R. Dislocation arrangement in face cetered cubic metals. In: THOMAS, G. & WASHBURN, J., eds. Electron microscopy and strength of crystals. New York, Interscience Publ., 1963. p.131.
- 50 VANDERMEER, R. A. & GORDON, P. The influence of recovery on recrystallization. In: RECOVERY and recrystallization of metals. New York, Interscience Publ., 1963. p. 211.
- 51 VARMA, S. K. & WILLITS, B. L. Subgrain growth in aluminum during static annealing. Metall. Trans., A, 15:1502-3, 1984.
- 52 WESTERMAN, E. J. & LENEL, F. V. Recrystallization of cold-drawn sintered aluminum powder. Trans. Metall. Soc. AIME, 218:1010, 1960.
- 53 WILLIAMS, W. M. & EBORALL, R. Critical strain effects in cold worked wrought aluminum and its alloys. J. Inst. Met., 81:501, 1952/53.



**FIGURA 1:** Modelo de coalescimento por meio de rotação de sub-grãos ( $\theta$ ): a) dois sub-grãos vizinhos antes do coalescimento ; b) o sub-grão da direita sofre rotação ; c) arranjo dos sub-grãos logo após a rotação se completar e d) arranjo final dos sub-grãos.



**FIGURA 2 :** Modelo de formação de contornos de alto ângulo por meio de coalescimento de sub-grãos (9): a) situação inicial ; b) coalescimento dos sub-grãos A com B e C com D ; c) coalescimento de B com C e d) formação de contornos de alto ângulo.



**FIGURA 3:** Início da recristalização por meio da migração de contornos de alto ângulo induzida por diferença de energia entre dois grãos vizinhos conforme proposto por Beck e Sperry (10).

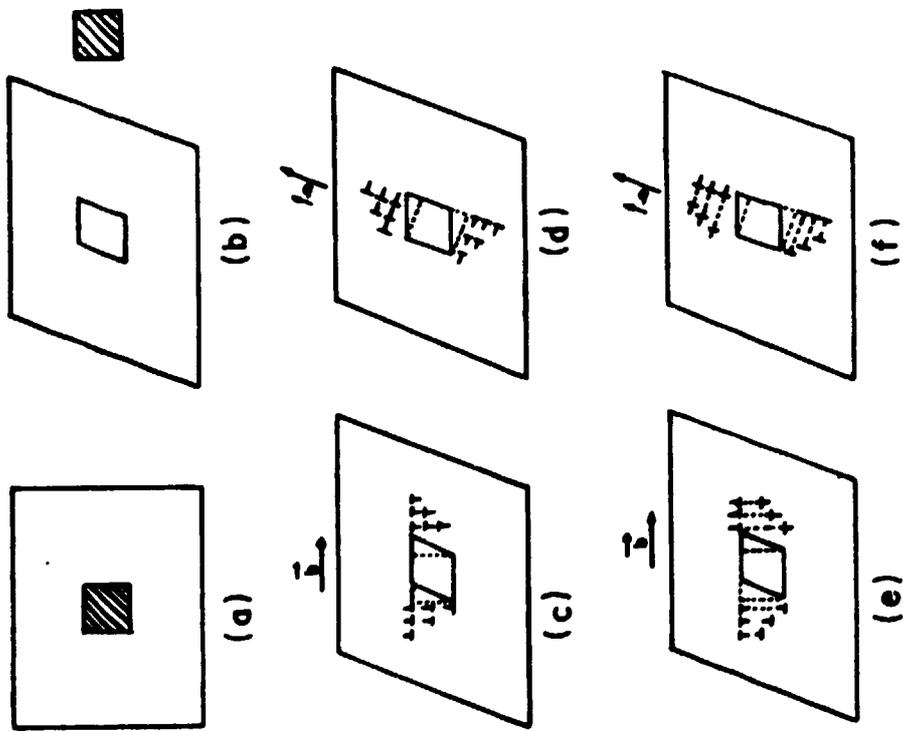


FIGURA 4 : Arranjos de discordâncias geométricamente necessários (20,21).

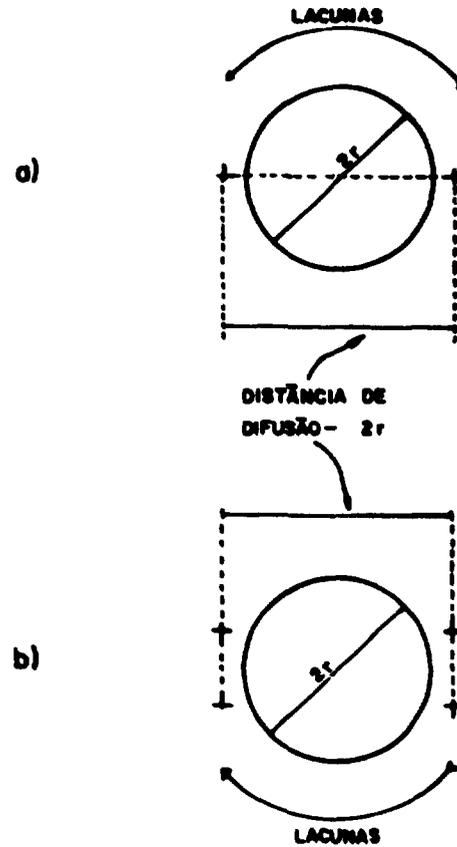


FIGURA 5: Um fluxo de lacunas, da direita para esquerda causa em a) ascensão ("climb") e aniquilamento por escorregamento do anel de cisalhamento e em b) a contração dos anéis prismáticos. A distância de difusão é proporcional a  $2r$  (20).

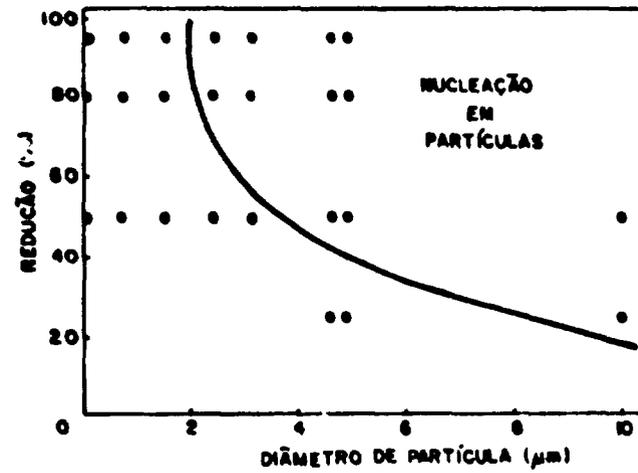


FIGURA 6: Diagrama esquemático indicando as condições necessárias para formação de novos grãos em partículas de precipitados (43).

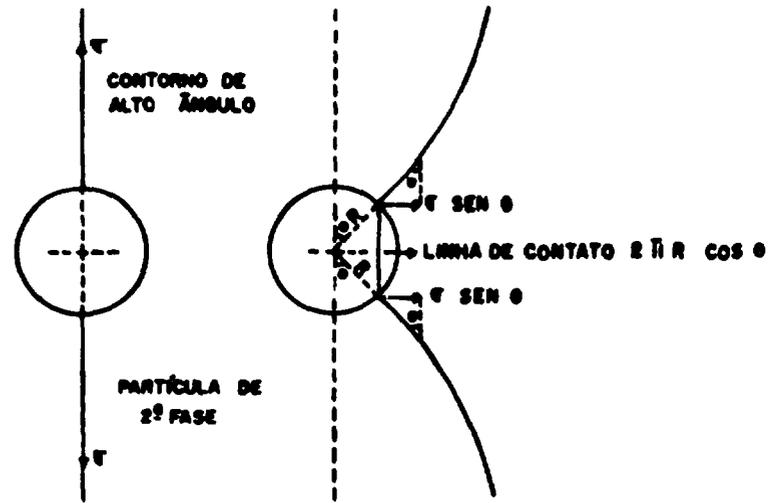


FIGURA7: Interação de contorno de alto ângulo com partícula de precipitado (47)

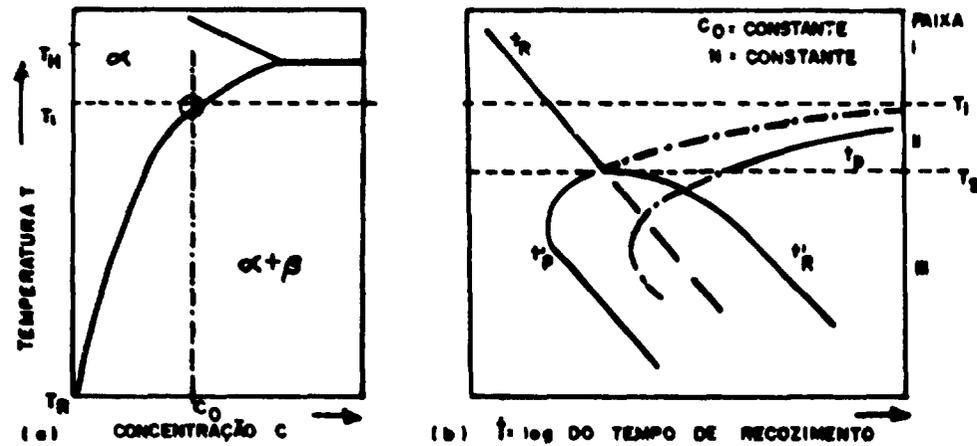


FIGURA 8: Recristalização de soluções sólidas supersaturadas (51): a) diagrama de fase esquemático mostrando uma liga de concentração  $C_0$  homogeneizada à temperatura  $T_H$ , resfriada rapidamente até  $T_R$  e deformada plasticamente no estado supersaturado e b) curvas do início de precipitação e de recristalização:  $t_p$  = início de precipitação da liga solubilizada, resfriada rapidamente e não deformada;  $t_p'$  = início de precipitação da liga solubilizada, resfriada rapidamente e encruada;  $t_R$  = início da recristalização da solução sólida (a recristalização precede a precipitação);  $t_R'$  = início da recristalização influenciado pela simultânea precipitação de partículas

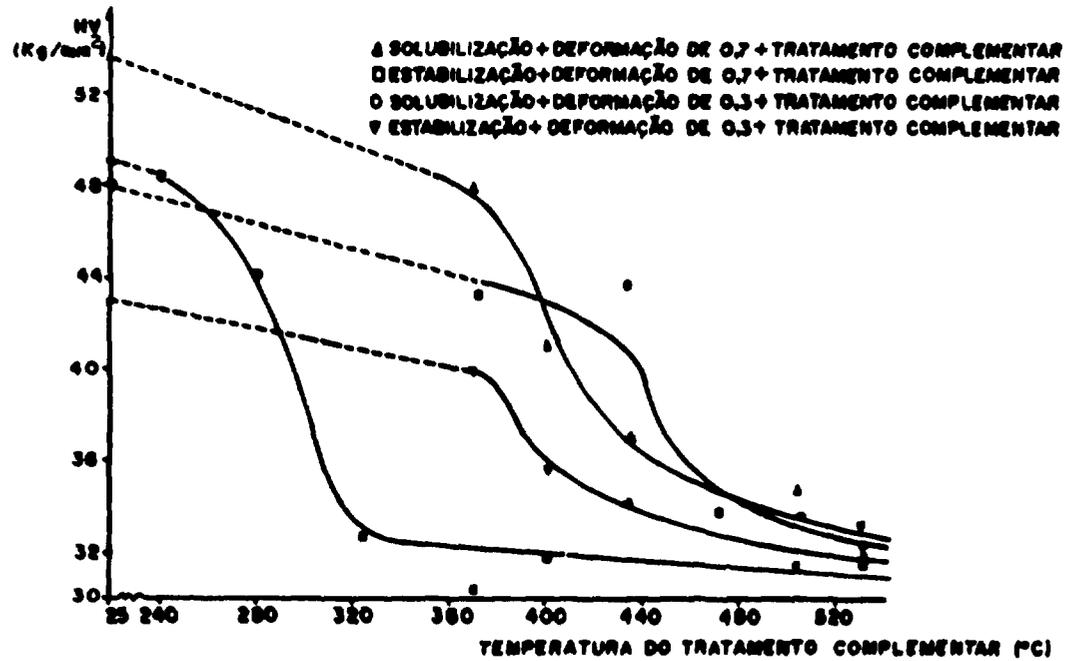


FIGURA 9 : Variação da microdureza Vickers com a temperatura de recozimento para tratamentos isocronos de 1 hora e dois graus de redução logarítmica de redução em espessura (0,7 e 0,3), mostrando que as amostras parcialmente solubilizadas antes do encruamento tem sua recristalização atrasada (devido a precipitação simultânea com a recristalização) em comparação com as amostras estabilizadas antes do encruamento (53).