

EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA DURANTE A LAMINAÇÃO A FRIO E RECRISTALIZAÇÃO DE ALUMÍNIO COM DIFERENTES NÍVEIS DE PUREZA: UM ESTUDO COMPARATIVO ¹

Janaina da Costa Pereira Torres de Oliveira²

Angelo Fernando Padilha³

Paulo Rangel Rios⁴

Resumo

Foi realizado um estudo comparativo entre três alumínios de pureza comercial com diferentes níveis de pureza: 1100 (99,00%), 1050 (99,50%) e 1070 (99,70%) e o alumínio super puro (99,995%). Foram utilizadas várias técnicas de análise microestrutural: microscopia óptica com luz polarizada, microscopia eletrônica de varredura, medidas de condutividade elétrica e dureza Vickers. Os três alumínios de pureza comercial apresentaram encruamentos crescentes com o teor de soluto. As temperaturas para 50% de recristalização em uma hora de recozimento dos alumínios de pureza comercial foram muito próximas, cerca de 300 °C, enquanto a temperatura para 50% de recristalização para o alumínio super puro foi de apenas 150 °C. O tamanho de grão recristalizado foi tanto menor, quanto maior a quantidade de precipitados presentes na microestrutura.

Palavras-chave: Alumínio; Laminação a frio; Encruamento; Recristalização.

MICROSTRUCTURAL EVOLUTION DURING COLD ROLLING AND RECRYSTALLIZATION OF ALUMINUM WITH DIFFERENT LEVELS OF PURITY: A COMPARATIVE STUDY

Abstract

A comparative study was carried out between three commercial purity aluminum with different levels of purity: 1100 (99.00%), 1050 (99.50%) and 1070 (99.70%) and super pure aluminum (99.995%). We used several techniques of microstructural analysis: optical microscopy with polarized light, scanning electron microscopy, measurements of electrical conductivity and Vickers hardness. The three commercial purity aluminum showed an increase in work hardening as the solute content increased. After annealing for one hour the temperature for 50% of recrystallization of all three commercial purity aluminum was roughly the same, about 300 °C, in contrast, the temperature for 50% of recrystallization for super pure aluminum was much lower, about 150 °C. The recrystallized grain size decreased as the volume fraction of precipitates present in the microstructure increased.

Key words: Aluminum; Cold rolling; Work hardening; Recrystallization.

¹ *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

² *Engenheira Metalúrgica, Mestre em Engenharia Metalúrgica, aluna de Doutorado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP. E-mail: janaina.torres@poli.usp.br*

³ *Dr.-Ing., Professor Titular do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP. E-mail: padilha@usp.br*

⁴ *Ph. D, Professor Titular do curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da EEIMVR/UFF. E-mail: prrios@metal.eeimvr.uff.br*

1 INTRODUÇÃO

Um levantamento bibliográfico realizado recentemente na base de artigos indexados *web of science*, utilizando as palavras chave alumínio (*aluminum* ou *aluminium*) e recristalização (*recrystallization* ou *recrystallisation*), apresentaram mais de 1.500 publicações nos últimos 10 anos. Se forem incluídas outras bases de dados, este número deverá subir ainda mais. Isto revela que este tema (*recristalização do alumínio*) ainda desperta muito interesse, provavelmente devido à combinação de duas causas: interesse econômico e complexidade. O alumínio é o metal não ferroso mais produzido e mais consumido e a recristalização é de fundamental importância tanto no processamento, como na otimização das propriedades do produto. No alumínio de pureza comercial, praticamente quase todo o soluto encontra-se na forma de partículas de compostos intermetálicos dispersos em uma matriz de alumínio de alta pureza. Estes precipitados têm efeito significativo na recristalização.⁽¹⁾ Além disto, por apresentar energia de defeito de empilhamento alta, durante o recozimento de alumínio previamente encruado ocorre acentuado amolecimento por recuperação, diminuindo o potencial termodinâmico para a recristalização.^(1,2)

O objetivo principal deste trabalho é estudar de maneira comparativa o encruamento e a recristalização de três alúminios de pureza comercial, compará-los também com os resultados do alumínio super puro (99,995%).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizadas amostras de alúminios de pureza comercial, com purezas de 99,00% (1.100), 99,50% (1.050) e 99,70% (1.070), e também amostras de alumínio super puro com pureza de 99,995% (1.199).

As amostras foram gentilmente cedidas pela Companhia Brasileira de Alumínio – CBA (1.100, 1.050 e 1.070) e pela Alcoa Americana (1.199).

A Tabela 1 apresenta as composições químicas, em % em peso, das amostras. Essas determinações foram feitas utilizando-se um espectrômetro de emissão óptica.

Tabela 1 – Composições químicas nominais (% em peso) do alumínio com diferentes níveis de pureza.

Material	%Si	%Fe	%Cu	%Mn	%Mg	%Al
1.100	0,076	0,321	0,085	0,012	0,010	99,00
1.050	0,071	0,233	0,006	0,003	0,005	99,50
1.070	0,060	0,244	0,003	0,002	0,004	99,70
1.199	0,002	0,0013	-	0,005	-	99,995

O processamento das amostras de alumínio de pureza comercial, 1.100 1.050 e 1.070, consistiu no vazamento das placas na espessura de 240 mm pelo processo *direct chill* (DC). Posteriormente, foram homogeneizadas por 14 horas a 500°C. As placas foram retiradas do forno e imediatamente laminadas a quente em laminador duo reversível. Para a espessura final de 10 mm, foram necessários 7 passes de redução. As placas, ao final do processo estavam numa temperatura de aproximadamente 300°C. As amostras 1.100, 1.050 e 1.070 foram recebidas em

forma de placas, laminadas a quente, com 250 mm de comprimento, 155 mm de largura e 10 mm de espessura. A amostra de alumínio super puro foi produzida em laboratório com espessura de 8 mm.

2.1 Métodos

Todas as amostras sofreram tratamento térmico inicial, antes de serem laminadas a frio, a 400°C por uma e 24 horas, e posteriormente as amostras foram resfriadas em água com gelo.

A direção de laminação escolhida para todas as amostras foi a direção transversal àquela que a placa foi laminada pelo fabricante. As amostras foram cortadas nas seguintes dimensões 155 x 20 x 10 mm, porém para que todas as amostras tivessem a mesma espessura, uma vez que as amostras de alumínio super puro possuíam espessura de 8 mm, antes de serem laminadas a frio, as amostras de pureza comercial foram desbastadas por meio de uma retífica, até a espessura de 8 mm, sendo assim as dimensões iniciais foram as seguintes: 155 x 20 x 8 mm. Foram utilizadas as mesmas reduções em todos os passes de laminação. A laminação a frio foi realizada a temperatura ambiente em um laminador de laboratório e o percentual de deformação realizado foi de 70%.

As amostras depois de laminadas sofreram tratamentos térmicos isócronos, no mesmo forno utilizado para o tratamento térmico inicial, nas temperaturas de 50, 100°C, 150°C, 200°C, 250°C, 300°C, 350°C, 400°C e 500°C, por uma hora, com posterior resfriamento em água com gelo.

Para a preparação metalográfica foram utilizados tanto polimentos mecânicos como polimentos eletrolíticos. O polimento eletrolítico foi realizado nas seguintes condições:⁽³⁾ catodo de aço inoxidável; eletrólito composto de 700 ml de álcool etílico, 120 ml de água destilada, 100 ml de butil glicol, 68ml de ácido perclórico (70%); voltagem de 35 volts e duração de 45 segundos. Após o polimento mecânico, a amostra 1199 sofreu o ataque químico para medição de tamanho de grão. Utilizou-se o seguinte reagente para o ataque químico: 25 ml de água destilada, 25 ml de ácido clorídrico, 25 ml de ácido nítrico, 2,5 ml de ácido fluorídrico e duração de 60 segundos. As amostras 1.100, 1.050 e 1.070 sofreram também ataque químico para uma revelação microscópica da quantidade (fração volumétrica) dos precipitados. Utilizou-se o seguinte reagente para o ataque químico: 200 ml de água destilada, 1 ml de ácido fluorídrico e duração de 30 segundos. A anodização foi realizada nas seguintes condições: catodo de aço inoxidável; eletrólito composto de 4,5 ml de ácido fluobórico e 200 ml de água destilada; voltagem de 9,8 volts e duração de 240 segundos. Microscopia óptica com luz polarizada foi utilizada para revelação da estrutura dos grãos antes e após a laminação a frio (fração volumétrica recristalizada).⁽⁴⁾ Para este tipo de análise foi utilizado microscópio óptico com uma câmara fotográfica digital acoplada ao microscópio. As amostras foram preparadas por polimento eletrolítico, seguido do ataque eletrolítico.

As análises por microscopia eletrônica de varredura foram realizadas em um aparelho modelo XL-30 da Philips. Este equipamento dispõe dos detectores de elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE), do analisador de raios-X por dispersão de energia (EDS) e do analisador por difração de elétrons retroespalhados (EBSD). As amostras foram preparadas por polimento eletrolítico, sem ataque.

A condutividade elétrica foi medida com auxílio de um condutivímetro digital de contato. O condutivímetro foi calibrado para fornecer valores de condutividade a 20 °C (em sala com temperatura controlada) e um padrão de alumínio calibrado (em 58,2 % IACS) garante a precisão dos resultados. As amostras foram cortadas em 15 x 15 mm e possuíam uma superfície plana, não sendo necessário polimento. Foram feitas 5 medidas para cada amostra.

As medidas de microdureza foram efetuadas com uma carga de 50 gramas e foram feitas em média 15 medidas por amostra. As amostras foram preparadas por polimento eletrolítico, sem ataque.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Alumínio no Estado “Como Recebido”

A Figura 1 apresenta as micrografias do alumínio no estado “como recebido”, em microscópio eletrônico de varredura (MEV) com auxílio de elétrons retroespalhados com aumento de 500X e com auxílio de elétrons secundários com aumento de 2000X.

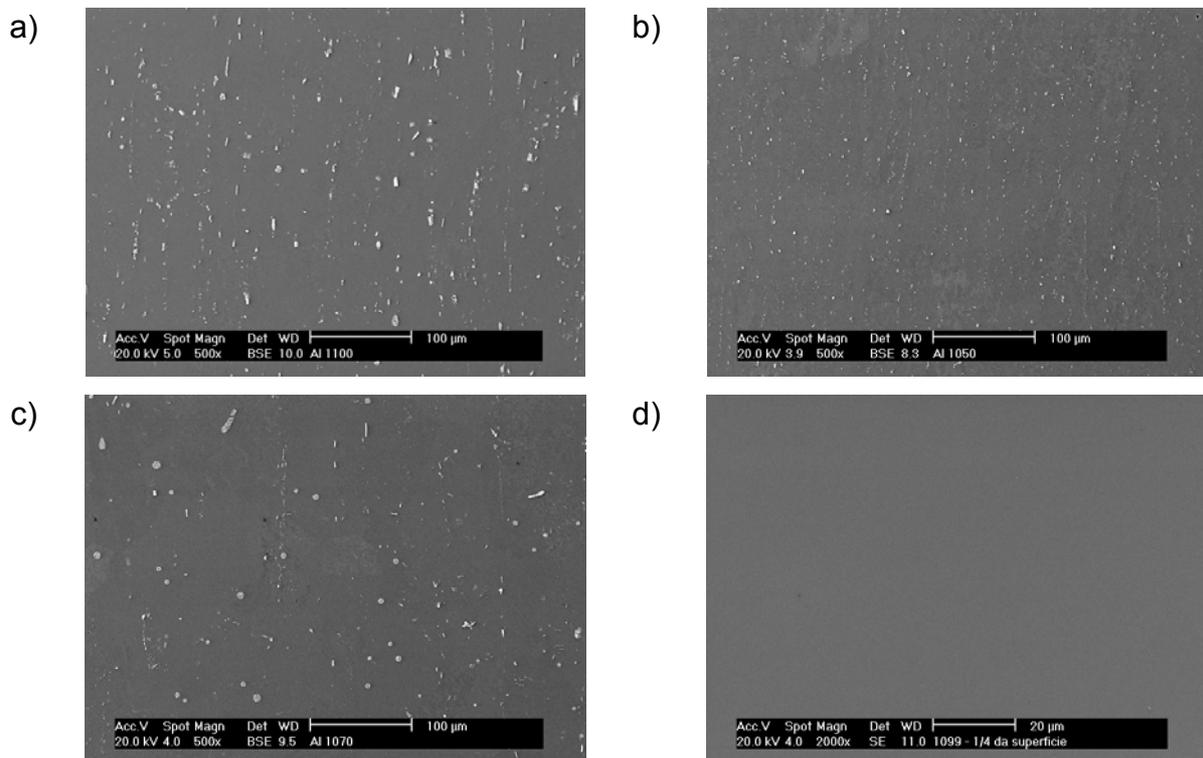


Figura 1 – Micrografia do alumínio no estado “como recebido” polido eletroliticamente sem ataque com aumento de 500X (MEV, imagem de elétrons retroespalhados) a) 1.100, b) 1.050 e c) 1.070, e com aumento de 2000X (MEV, imagem de elétrons secundários) d) 1.199.

Os três alumínios de pureza comercial apresentam precipitados em sua microestrutura, porém o alumínio super puro não contém precipitados. Na Tabela 2 são apresentados os valores da fração volumétrica dos precipitados (determinados a partir de imagens de microscopia óptica) de cada alumínio no estado “como recebido”.

Tabela 2 – Fração volumétrica dos precipitados de cada alumínio no estado “como recebido”.

Material	Fração Volumétrica (%)
1.100	3,35 ± 0,49
1.050	3,20 ± 0,89
1.070	3,15 ± 0,46
1.199	-

Na Tabela 3 são apresentados os valores do diâmetro médio dos grãos de cada alumínio no estado “como recebido”. O alumínio 1199 apresentou grãos muito grandes, macroscópicos.

Tabela 3 – Diâmetro médio dos grãos de cada alumínio no estado “como recebido”.

Material	Diâmetro médio (µm)	Tamanho ASTM
1.100	49,3 ± 5,9	5,4 ± 0,3
1.050	49,8 ± 4,7	5,3 ± 0,3
1.070	51,7 ± 4,6	5,2 ± 0,3
1.199	12,0 x 10 ³	M - 3,2

Na Tabela 4 são apresentados os valores de condutividade elétrica de cada alumínio no estado “como recebido”. As medidas de resistividade elétrica são muito sensíveis à concentração de defeitos puntiformes, especialmente de átomos de soluto em solução sólida.⁽⁵⁾

Tabela 4 – Condutividade elétrica de cada alumínio no estado “como recebido”.

Material	Condutividade elétrica (%)
1.100	60,8±0,2
1.050	61,6±0,2
1.070	61,7±0,1
1.199	62,6±0,1

Conforme esperado, com o aumento da quantidade de impurezas (Tabela 1) constatou-se uma diminuição da condutividade elétrica.

Na Tabela 5 são apresentados os valores de microdureza Vickers de cada alumínio no estado “como recebido”.

Tabela 5 – Microdureza Vickers (0,05 kg) de cada alumínio no estado “como recebido”.

Classificação	Microdureza (HV) na superfície
1.100	28,5±2,3
1.050	23,0±3,1
1.070	22,1±3,0
1.199	17,7±3,1

Pode-se perceber que com o aumento da quantidade de impurezas, constatou-se um aumento da dureza, principalmente devido ao aumento de precipitados dispersos pela matriz que representam barreiras ao movimento das discordâncias e causam maior endurecimento.^(6,7)

3.2 Alumínio após Recozimento a 400°C

Com a intenção de estabilizar a microestrutura do alumínio à temperatura de 400°C, evitando-se a precipitação ou a dissolução de precipitados durante a recristalização, visto que a recristalização também será estudada a 400°C, os alumínio 1.070, 1.050 e 1.100 no estado “como recebido” foram recozidos por uma e 24 horas a 400°C no forno tipo poço. Após uma e 24 horas na temperatura de 400°C, foram resfriados em água com gelo.

Na Figura 2 são apresentados os valores de microdureza Vickers de cada alumínio no estado “como recebido” e após sua estabilização a 400°C por uma e 24 horas.

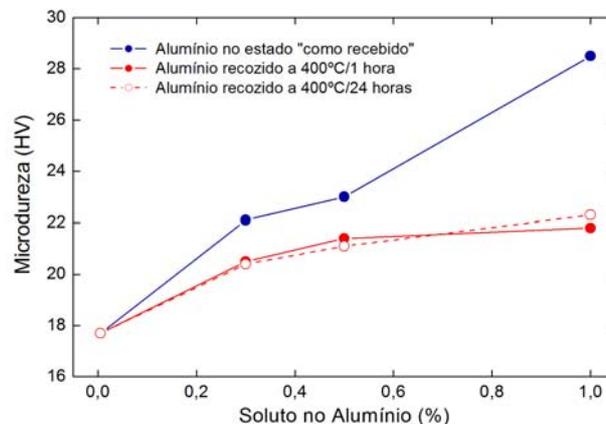


Figura 2 – Microdureza em função do soluto de cada alumínio no estado “como recebido” e após tratamento térmico a 400°C por uma e 24 horas.

Pode-se perceber, conforme mostrado na Figura 2, que como no caso inicial (Tabela 5), após o tratamento térmico a 400°C por uma e 24 horas, a dureza era maior nos alumínios contendo maior quantidade de soluto. Ao comparar os valores da dureza dos alumínios de pureza comercial (1.100, 1.050 e 1.070) no estado “como recebido” com a dureza dos mesmos, após o tratamento térmico por uma e 24 horas a 400°C, observa-se que houve uma diminuição, devido à redução de defeitos cristalinos durante o recozimento. Como a duração do tratamento térmico (uma ou 24 horas) teve pouco efeito, escolheu-se o tempo mais curto. Na Figura 3 podem-se observar os efeitos do grau de pureza na dureza e na condutividade elétrica.

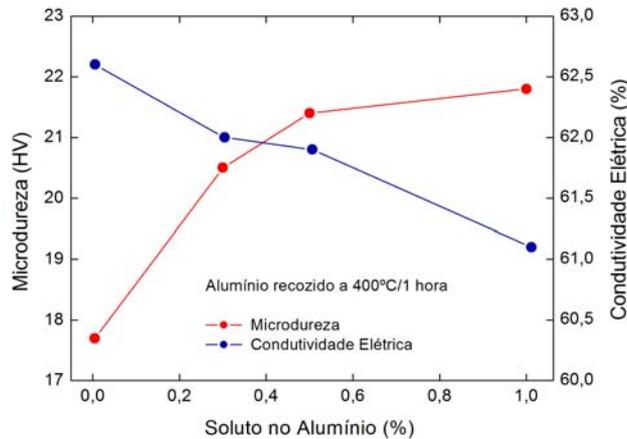


Figura 3 – Curva da variação da condutividade e microdureza em função do soluto de cada alumínio recozido a 400°C por uma hora.

3.3 Alumínio após Laminação a Frio (70%) e Recozimento

A curva dureza versus temperatura (amolecimento), Figura 4, em geral, não é suficiente para determinar a temperatura de início de recristalização, uma vez que o amolecimento devido à recuperação e os estágios iniciais da recristalização podem se sobrepor.⁽²⁾ O uso da derivada da curva mostrou-se de grande valia, pois facilita a interpretação. A temperatura para se ter 50% de recristalização e a temperatura final de recristalização, podem ser obtidas a partir dos dados de dureza determinando-se a derivada dH/dT e lançando em gráfico esta versus a temperatura de recozimento (Figura 5).

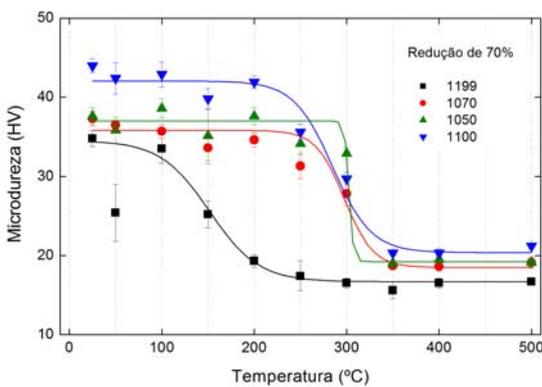


Figura 4 – Curvas da variação da microdureza (HV), para os diferentes aluminios, em função da temperatura de recozimento.

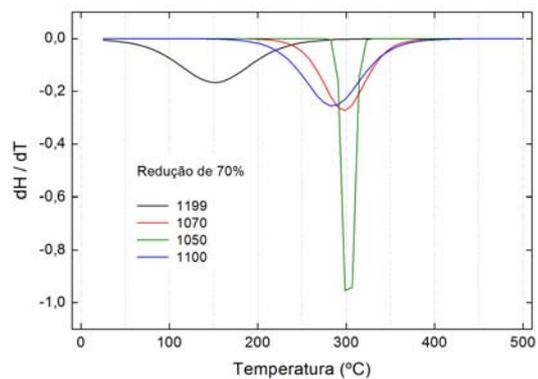


Figura 5 – Taxa de variação da microdureza (dH/dT), para os diferentes aluminios, em função da temperatura de recozimento.

Tabela 6 – Temperatura de 50% de recristalização de acordo com o tipo de alumínio.

Material	Temperatura de 50% de recristalização (°C)
1.100	280
1.050	310
1.070	290
1.199	150

A Figura 6 apresenta micrografias dos quatro alumínios após deformação e recozimento a 500°C, mostrando que os três alumínios de pureza comercial apresentam tamanhos de grão muito próximos. A temperatura de 500°C situa-se bem acima da temperatura de recristalização e permite a ocorrência de crescimento de grão, especialmente no alumínio super puro, o qual é isento de precipitados que restringem a movimentação de contornos. Os precipitados, principalmente os maiores, facilitam a nucleação da recristalização ao seu redor e contribuem para o refino de grão.⁽¹⁾ Portanto, é esperado que o material contendo maior quantidade de soluto e de precipitados (alumínio 1.100) apresente granulação mais fina, já que os precipitados facilitam a nucleação da recristalização e dificultam o crescimento das regiões recristalizadas.

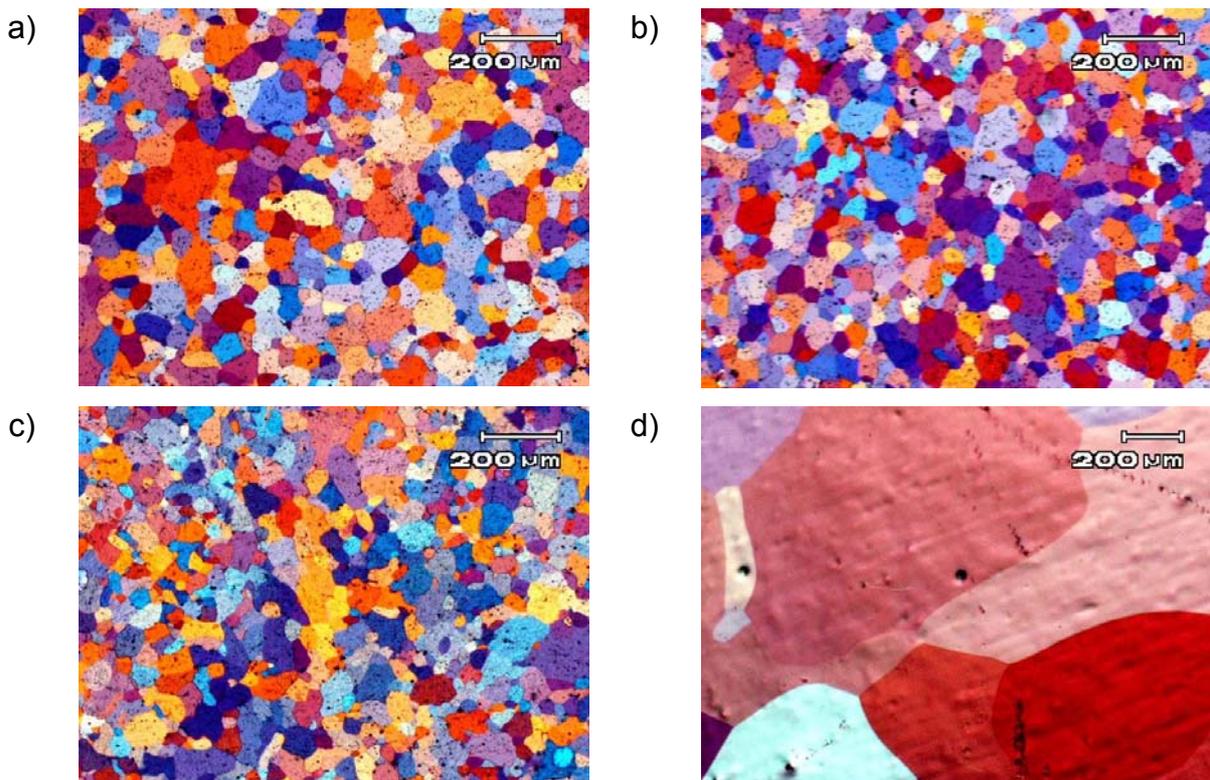


Figura 6 – Microestrutura dos alumínios laminados a 70% e recozidos a 500°C/1 h, polidos e atacados (anodização) eletroliticamente, com aumento de 50X (MO, luz polarizada): a) 1.100, b) 1.050, c) 1.070 e d) 1.199.

4 CONCLUSÕES

O grupo de alumínios comercialmente puros (1.070, 1.050 e 1.100) apresentou encruamento (potencial termodinâmico para a recristalização) crescente com o teor de soluto. Por outro lado, as temperaturas para 50% de recristalização em uma hora de recozimento dos três alumínios com pureza comercial foram praticamente idênticas (cerca de 300°C), enquanto para o alumínio super puro, ela foi de apenas 150°C. O tamanho de grão recristalizado (diâmetro médio dos grãos) dos alumínios de pureza comercial também variou pouco de um alumínio para outro, mas foi tanto menor, quanto maior a quantidade de precipitados presentes na microestrutura. A presença de precipitados facilita a nucleação da recristalização e dificulta o crescimento das regiões recristalizadas.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Companhia Brasileira de Alumínio (CBA) e ao Dr. Eider Simielli da Alcoa americana (alumínio super puro) pelos materiais cedidos, e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo contínuo apoio financeiro, especialmente pela bolsa de doutorado concedida a Janaina da Costa Pereira Torres de Oliveira (processo número 141981/2005-9) e pelas bolsas de produtividade em pesquisa concedidas aos outros dois autores.

REFERÊNCIAS

- 1 Padilha, A. F.; Plaut, R. L., Work hardening, recovery, recrystallization, and grain growth. In: *Handbook of Aluminum*, Volume 2: Alloy Production and Materials Manufacturing, Edited by G. E. Totten and D. Scott Mackenzie, New York, Marcel Dekker Inc., pp. 193-220, 2003.
- 2 Stüwe, H. P.; Padilha, A. F.; Siciliano Jr, F., Competition between recovery and recrystallization. *Materials Science and Engineering A*, vol. 233, pp. 361-367, 2002.
- 3 Davis J. R., Electrolytic polishing. In: Structures and phase diagrams, *Metals Handbook Metallography*, vol. 8, Ohio, American Society for Metals, 8th ed., pp. 26-33, 1973.
- 4 Slámová, M.; Očenášek, V.; Voort, G. V., Polarized light microscopy: utilization in the investigation of the recrystallization of aluminum alloys. *Materials Characterization*, vol. 52(3), pp. 165-177, 2004.
- 5 Rios, P. R.; Padilha A. F., *Transformações de fase*. São Paulo, Artliber Editora, 215 p., 2007.
- 6 Davis J. R., Properties of pure aluminum. In: Aluminum and aluminum alloys, *ASM Specialty Handbook*, Ohio, ASM International, pp. 639-644, 1993.
- 7 Meyers M. A.; Chawla K. K., *Princípios de Metalurgia Mecânica*. São Paulo, Edgard Blücher, pp. 330, 1982.