

RECRISTALIZAÇÃO DE ALUMÍNIO COM DIFERENTES NÍVEIS DE PUREZA APÓS LAMINAÇÃO A FRIO: MICROESTRUTURA E TEXTURA¹

Janaina da Costa Pereira Torres de Oliveira²

Angelo Fernando Padilha³

Nelson Batista de Lima⁴

Resumo

Neste trabalho foram comparados a microestrutura e os resultados da evolução da textura cristalográfica de três alumínios comerciais com diferentes níveis de pureza: AA1100 (99,00%), AA1050 (99,50%) e AA1070 (99,70%) e o alumínio super puro (99,995%). As comparações foram feitas desde a condição laminado a quente, passando pelo laminado a frio (encruado) e finalmente o recristalizado. Foram utilizadas várias técnicas de análise microestrutural tais como microscopia óptica convencional, microscopia óptica com luz polarizada, microscopia eletrônica de varredura com análise de raios X por dispersão de energia (microanálise) e difração de raios X. Os três alumínios de pureza comercial apresentaram encruamentos crescentes com o teor de soluto e temperaturas de recristalização muito próximas, por outro lado, o alumínio super puro, isento de partículas, apresentou temperatura de recristalização bem mais baixa. Na caracterização da textura, ao longo do processamento foi possível observar diferenças significativas.

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

RECRYSTALLIZATION OF ALUMINUM WITH DIFFERENT LEVELS OF PURITY AFTER COLD ROLLING: MICROSTRUCTURE AND TEXTURE

Abstract

The present work compared the microstructure and the results of the evolution of the crystallographic texture of three commercial aluminum with different levels of purity: AA1100 (99.00%), AA1050 (99.50%) and AA1070 (99.70%) and the super pure aluminum (99.995%). The comparisons were carried out from the condition hot rolled, passing for the cold rolled (work hardened) and finally the recrystallized. Several techniques of microstructural analysis were carried out such as conventional optical microscopy, optical microscopy using polarize light, scanning electron microscopy using X-ray analysis for energy dispersion (microanalysis) and X-ray diffraction. The three commercial purity aluminum showed an increase in work hardening as the solute content increased and recrystallization temperatures very close, on the other hand, the super pure aluminum, free from particles, it presented recrystallization temperature much lower. In the characterization of the texture, along the processing it was possible to observe significant differences.

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

¹ Contribuição técnica ao 45° Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 21 a 24 de outubro de 2008, Ipojuca - Porto de Galinhas - PE

² Engenheira Metalúrgica, Mestre em Engenharia Metalúrgica, aluna de Doutorado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais - EPUSP. janainacpto@usp.br

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

⁴ Dr. em Tecnologia Nuclear e Tecnologista da Comissão Nacional de Energia Nuclear – IPEN – CNEN/SP. nblima@ipen.br

1 INTRODUÇÃO

O alumínio é o metal não ferroso mais produzido e mais consumido e o alumínio da série 1XXX tem muitas aplicações, especialmente nos setores químico e elétrico. Eles são caracterizados por excelente resistência a corrosão, alta condutividade térmica e elétrica, resistência mecânica baixa e excelente trabalhabilidade. Um aumento moderado na resistência mecânica pode ser obtido por endurecimento por deformação a frio. Os principais solutos presentes no alumínio comercialmente puro são ferro e silício e, em menor quantidade cobre, manganês e zinco, sendo que na temperatura ambiente, o ferro e o silício encontram-se predominantemente na forma de partículas, pois suas solubilidades são muito baixas.⁽¹⁾ Portanto, do ponto de vista de encruamento e recristalização, tem-se nos alumínios de pureza comercial dispersões de compostos intermetálicos “indeformáveis” em uma matriz dúctil de alumínio praticamente puro. Estes compostos intermetálicos aumentam o encruamento e a energia armazenada na deformação (potencial termodinâmico para a recristalização) e, além disto, as partículas maiores ($> 1 \mu\text{m}$) atuam como agentes nucleantes da recristalização ao seu redor.⁽¹⁾ Terminada a recristalização, as partículas dificultam o crescimento de grão. Do exposto, nota-se a importância do estudo comparativo entre o encruamento e a recristalização em alumínios com diferentes graus de pureza, ou seja, com diferentes quantidades e distribuições de partículas. O estudo da evolução da textura cristalográfica, especialmente nos produtos planos que passam pela etapa de estampagem, também é muito importante para o sucesso e rendimento desta operação.⁽²⁻⁴⁾

O objetivo principal deste trabalho é apresentar de maneira comparativa os resultados da evolução da microestrutura e da textura cristalográfica de três alumínios de pureza comercial (AA1100, AA1050 e AA1070), e do alumínio super puro (99,995%).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Foram utilizadas amostras de alumínios de pureza comercial, com purezas de 99,00% (AA1100), 99,50% (AA1050) e 99,70% (AA1070), e também amostras de alumínio super puro com pureza de 99,995% (AA1199).

O processamento dos alumínios de pureza comercial, AA1100, AA1050 e AA1070, produzidos pela Companhia Brasileira de Alumínio (CBA), consistiu no vazamento das placas na espessura de 240 mm pelo processo *direct chill* (DC). Posteriormente, foram homogeneizados 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 e no final do processo estavam numa temperatura de aproximadamente 300°C. Foram recebidos em forma de placas, laminadas a quente, com 250 mm de comprimento, 155 mm de largura e 10 mm de espessura. O alumínio super puro, AA1199, foi produzido em laboratório, na Alcoa, com espessura de 8 mm.

2.2 Métodos

Todos os alumínios sofreram recozimento antes de serem laminados a frio, a 400°C por 1 hora, e posteriormente foram resfriados em água com gelo. A direção de laminação escolhida para todos os alumínios foi a direção transversal àquela que a placa foi laminada pelo fabricante. Foram cortados nas seguintes dimensões 155 x 20 x 10 mm, porém para que todos tivessem a mesma espessura, uma vez que o alumínio super puro possuía espessura de 8 mm, antes de serem laminados a frio, os alumínios de pureza comercial foram desbastados por meio de uma retífica, até a espessura de 8 mm, portanto 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%.

Os alumínios depois de laminados 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 1 hora, com posterior resfriamento em água com gelo. A preparação metalográfica está descrita em trabalho anterior.⁽⁵⁾

Para o estudo da macrotextura utilizou-se um goniômetro automático de textura acoplado a um difratômetro Rigaku, modelo DMAX-2000. Utilizou-se radiação MoK α 1 ($\lambda = 0,7093 \text{ \AA}$), passo angular de 5° e tempo de contagem de 5 segundos. Os planos cristalográficos escolhidos (típicos da estrutura CFC) para levantamento das figuras de pólo foram: (111), (222), (220) e (311). Com os dados gerados pelas figuras de pólo foram determinadas as funções de distribuição de orientação (FDO's),⁽⁶⁾ utilizando o programa PAT.⁽⁷⁾

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização dos Alumínios no Estado “Como Recebido” e após Recozimento

A composição química, em % em peso, dos alumínios é apresentada na Tabela 1. 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
AA1100	0,076	0,321	0,085	0,012	0,010	99,00
AA1050	0,071	0,233	0,006	0,003	0,005	99,50
AA1070	0,060	0,244	0,003	0,002	0,004	99,70
AA1199	0,002	0,0013	-	0,005	-	99,995

Os principais solutos presentes no alumínio são ferro e silício e, em menor quantidade, cobre manganês e zinco. Na temperatura ambiente, nos alumínios de pureza comercial, o ferro e o silício encontram-se predominantemente na forma de partículas, pois suas solubilidades são muito baixas.

A Figura 1 apresenta as micrografias dos alumínios de pureza comercial (AA1100, AA1050 e AA1070), no estado “como recebido”, na secção normal em relação à direção de laminação, em microscópio óptico (MO) e a macrografia do alumínio super puro (AA1199), no estado “como recebido”.

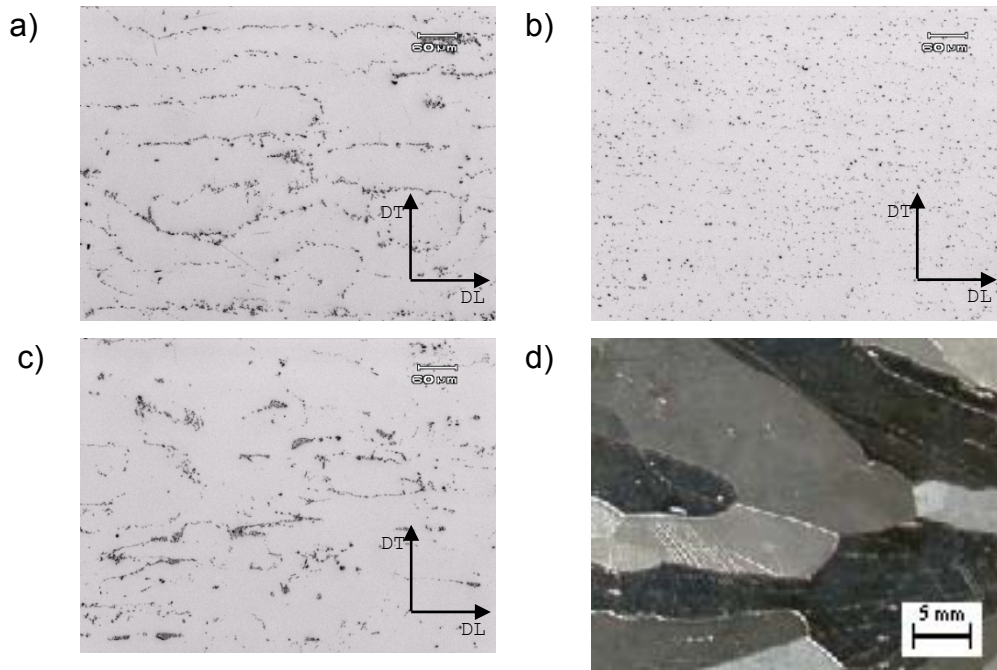


Figura 1 – Micrografias mostrando a distribuição dos precipitados dos alumínios de pureza comercial, no estado “como recebido”, polido mecanicamente e com ataque químico, com aumento de 50X (MO): a) AA1100, b) AA1050 e c) AA1070 e, macrografia mostrando a estrutura do alumínio super puro, no estado “como recebido”, polido mecanicamente e com ataque químico: d) AA1199.

Os três alumínios de pureza comercial apresentam precipitados em sua microestrutura orientados na direção de laminação. Nos alumínios AA1100 e AA1070 existem locais de aglomeração de precipitados (Figura 1.a e 1.c) e no alumínio AA1050 os precipitados se encontram finamente dispersos pela matriz (Figura 1.b). O alumínio AA1199 (Figura 1.d) apresenta grãos colunares na direção do fluxo de calor que é normalmente perpendicular a parede do molde, originários do processo de fabricação, com uma estrutura grosseira (grãos oligocristalinos) e sem a ocorrência de precipitados.

A Figura 2 apresenta as microestruturas dos alumínios, no estado “como recebido” e tratado termicamente a 400 °C por 1 hora, em microscópio óptico (MO) com luz polarizada.⁽⁸⁾

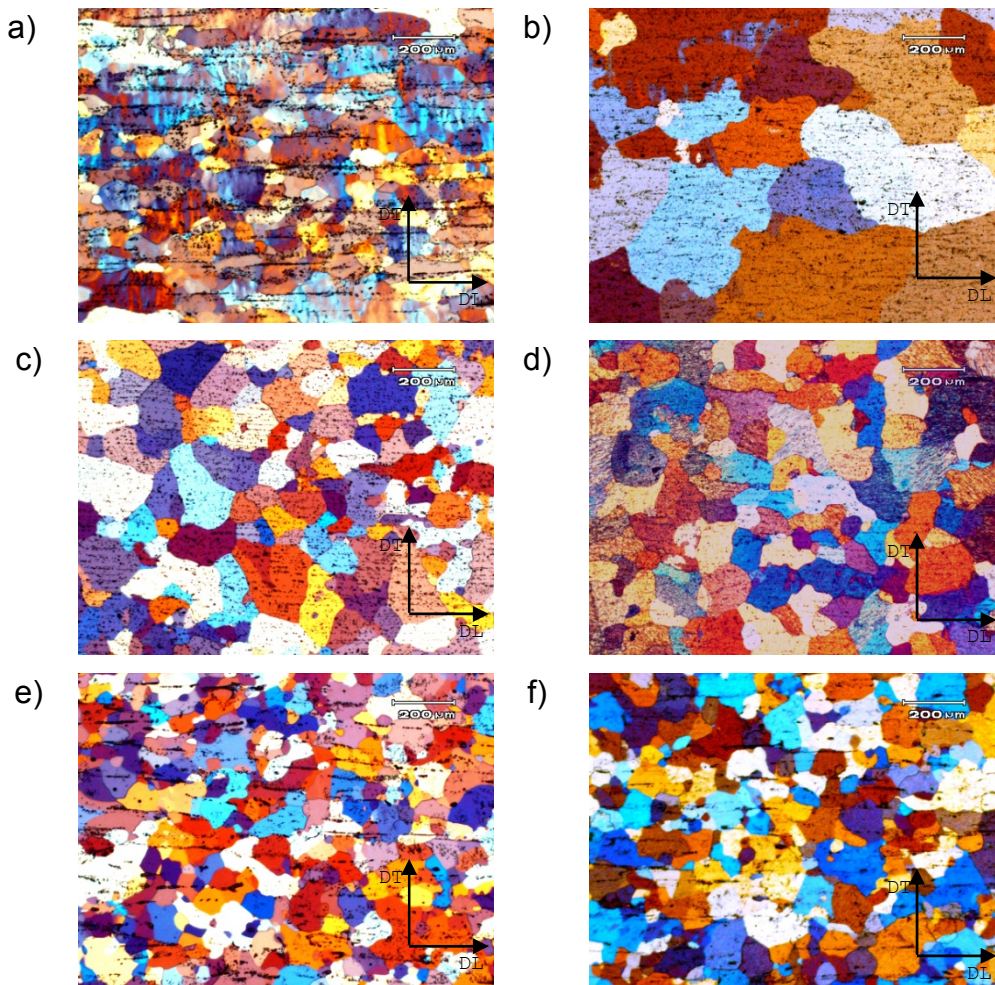


Figura 2 – Microestrutura dos alumínio de pureza comercial, no estado “como recebido”: a) AA1100, c) AA1050 e e) AA1070 e tratados termicamente a 400°C/1 hora: b) AA1100, d) AA1050 e f) AA1070, polido e atacado (anodização) eletroliticamente, com aumento de 50X (MO, luz polarizada).

Ao se comparar os alumínio de pureza comercial no estado “como recebido” e após o tratamento térmico a 400°C por 1 hora é observado na Figura 2 que os precipitados estão distribuídos na direção de laminação e apresentam uma estrutura de grãos com tamanhos e morfologias irregulares. O alumínio AA1100 no estado “como recebido” que apresentava aglomeração de precipitados no sentido de laminação e deformação residual oriunda da laminação a quente (Figura 2.a), após o tratamento térmico a 400°C por 1 hora a microestrutura passou a apresentar precipitados e aglomerados de precipitados mais finamente dispersos (Figura 2.b), devido ao movimento dos contornos de alto ângulo durante o recozimento. Esses precipitados estabilizam a microestrutura impedindo o crescimento do subgrão necessário à nucleação da recristalização gerando um maior tamanho de grão final (Figura 2.b). Já o alumínio AA1050 continuou aparentemente com o mesmo tamanho de grão antes e depois do tratamento térmico a 400 °C por 1 hora (Figuras 2.c e 2.d), porém os grãos passaram a apresentar deformação residual em seu interior (Figura 2.d). Os precipitados continuaram finamente dispersos e distribuídos na direção de laminação (Figuras 2.c e 2.d). O alumínio AA1070 também permaneceu com o mesmo tamanho de grão (Figuras 2.e e 2.f). No estado “como recebido” (Figura 4.e) os precipitados estão distribuídos na direção de laminação com vários aglomerações, porém esta condição não é observada quando o alumínio

é tratado termicamente a 400°C por 1 hora, onde os precipitados estão finamente dispersos pela matriz com alguns locais de aglomeração (Figura 2.f).

A Figura 3 mostra a função de distribuição de orientação (FDO) calculada a partir de figuras de pólo, obtidas por difração de raios X, para os alumínios de pureza comercial, no estado “como recebido”.

A função de distribuição de orientação (FDO) da Figura 3, calculada a partir de figuras de pólo obtidas por difração de raios X, mostra que os alumínios de pureza comercial (AA1100, AA1050 e AA1070) no estado “como recebido” tem uma textura tipo fibra, $\{113\}$.

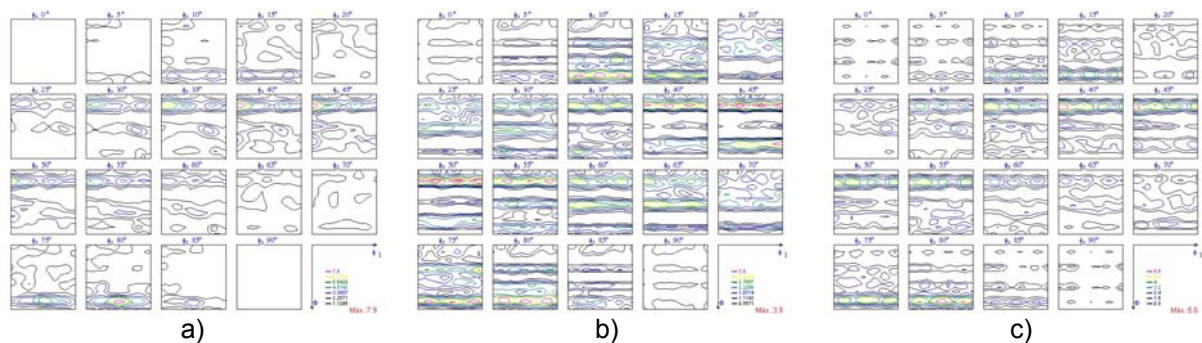


Figura 3 – FDO dos alumínios no estado “como recebido” da superfície da amostra (difração de raios X): a) AA1100, b) AA1050 e c) AA1070 .

Para o alumínio AA1100 as componentes fortes estão nas direções $[1\bar{1}0]$ com uma intensidade $f(g)$ igual a 7,9, e $[\bar{1}2\bar{1}]$ com uma intensidade $f(g)$ igual a 5,6. No alumínio AA1050 as componentes fortes estão nas direções $[3\bar{3}2]$ com uma intensidade $f(g)$ igual a 3,9, e $[\bar{1}\bar{1}0]$ com uma intensidade $f(g)$ igual a 3,6. No alumínio AA1070 as componentes fortes estão nas direções $[\bar{1}\bar{1}0]$ com uma intensidade $f(g)$ igual a 5,6, e $[3\bar{3}2]$ com uma intensidade $f(g)$ igual a 4,7. E para o alumínio AA1199 não foi possível obter resultados de textura utilizando a técnica de difração de raios X, por possuir grãos muito grandes. A Figura 8 mostra evolução da fibra $\{113\}$ mantendo o ângulo $\varphi_2 = 45^\circ$, $\Phi = 15^\circ$ e variando φ_1 entre 0 e 90° .

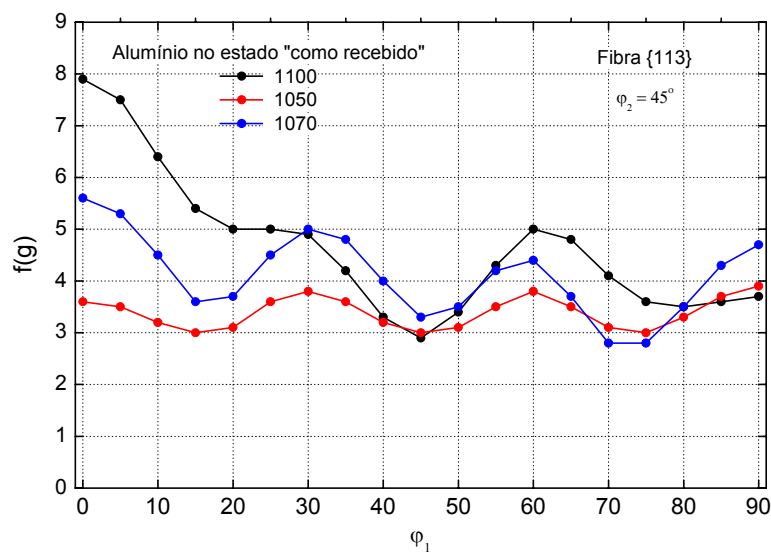
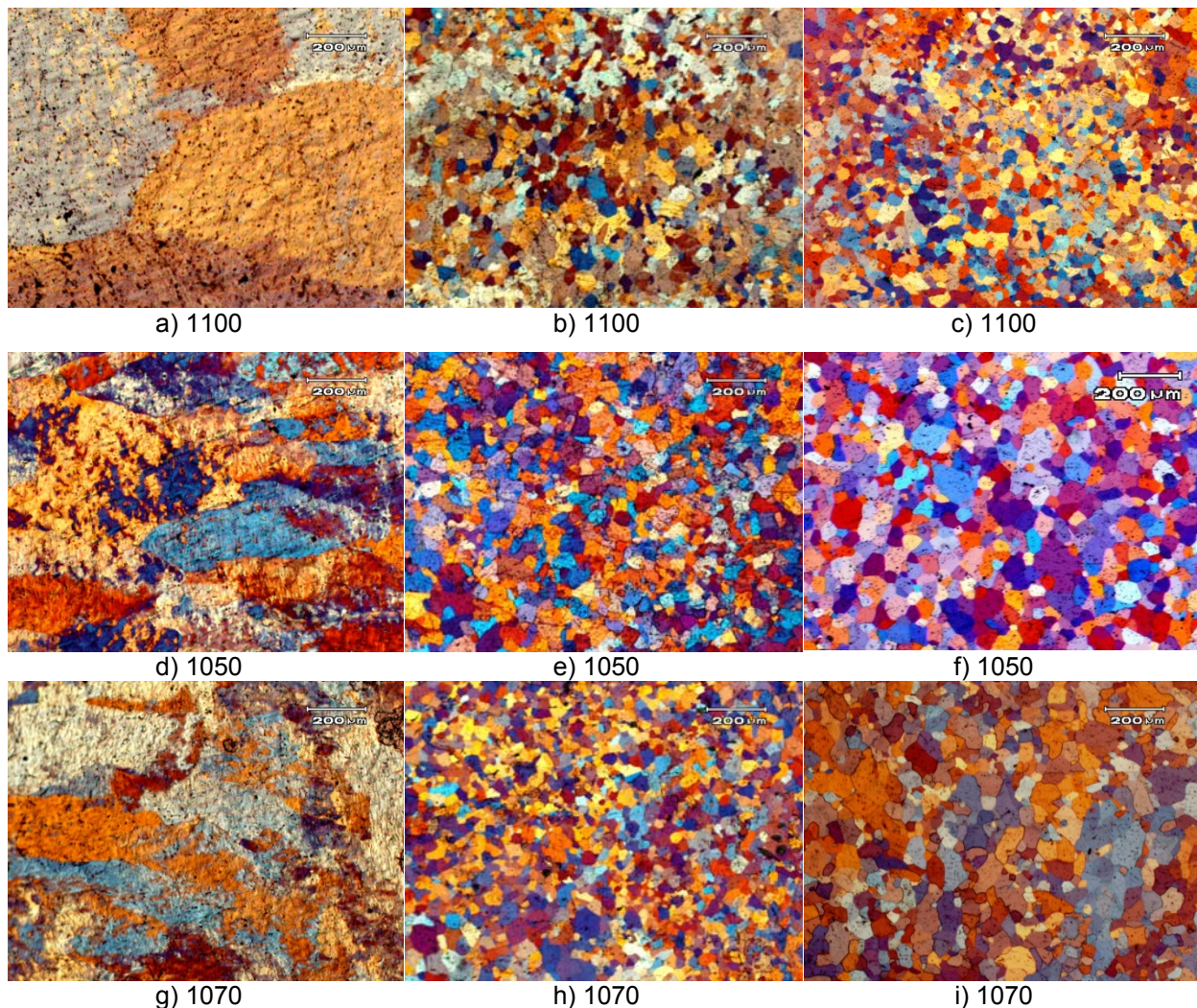


Figura 4 – Textura tipo fibra $\{113\}$ para os alumínios de pureza comercial, no estado “como recebido”.

3.2 Alumínio após Laminação a Frio (70%) e Tratamentos Térmicos

A Figura 5 apresenta micrografias dos alumínios após laminação e tratados termicamente a 350°C e 500°C, por 1 hora, mostrando que os três alumínios de pureza comercial apresentam tamanhos de grão muito próximos após recozimento a 500°C, por 1 hora. 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 restringe a movimentação de contornos, isto é observado nas Figuras 5.k e 5.l. Os precipitados, principalmente os maiores, facilitam a nucleação da recristalização ao seu redor e contribuem para o refino de grão.^(9,10) Portanto, é esperado que o material contendo maior quantidade de soluto e de precipitados (alumínio AA1100) apresente granulação mais fina, já que os precipitados facilitam a nucleação da recristalização e dificultam o crescimento das regiões recristalizadas. Um estudo detalhado sobre recristalização dos alumínios pesquisados neste trabalho pode ser encontrado EM Oliveira, Padilha e Rios.⁽⁵⁾



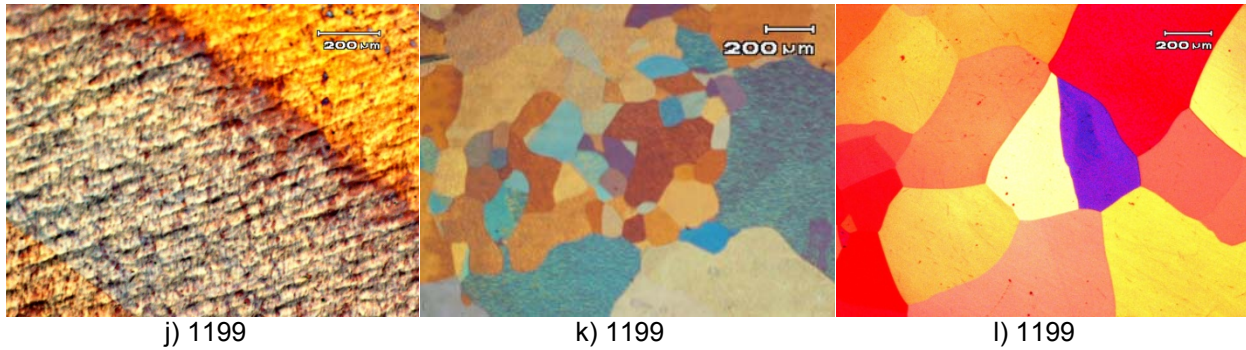


Figura 5 – Microestrutura dos alumínios laminados a 70% sem tratamento térmico (a, d, g e j), tratados termicamente a 350°C/1 h (b, e, h e k) e a 500°C/1 h (c, f, i e l), polidos e atacados (anodização) eletroliticamente, com aumento de 50X (MO, luz polarizada).

A Figura 6 mostra a função de distribuição de orientações (FDO) dos alumínios laminados a frio, com redução de 70 %, e tratados termicamente a 350°C e 500°C.



Figura 6 – FDO dos alumínios laminados a 70% sem tratamento térmico (a, d e g), tratados termicamente a 350°C/1 h (b, e e h) e a 500°C/1 h (c, f e i), polidos eletroliticamente e sem ataque.

Para os alumínios comercialmente puros (AA1100, AA1070 e AA1050), laminados a frio sem tratamento térmico, os mesmos tem texturas iguais a

$(\bar{1}1\bar{3})$ $[3\bar{3}2]$, típica de cisalhamento, com intensidades iguais a 7,0 (AA1100), 7,3 (AA1050) e 7,2 (AA1070), e a $(\bar{1}1\bar{3})$ $[3\bar{2}3]$ com intensidades iguais a 5,0 (AA1100), 7,3 (AA1050) e 6,2 (AA1070). Porém, para alumínio super puro (AA1199) não foi possível obter resultados de textura utilizando a técnica de difração de raios X, por possuir grãos muito grandes. Após tratamento térmico a 350°C e 500°C por 1 hora, os alumínios apresentam uma textura tipo fibra $\{113\}$, como no estado “como recebido”. As componentes fortes e direções estão relacionadas na Tabela 3.

Tabela 3 – Direções e intensidades das componentes da textura tipo fibra $\{113\}$ para os alumínios após laminação a frio com 70 % de redução e tratados termicamente a 350°C e 500 °C por 1 hora.

Material	Tratamento térmico			
	350 °C/1 h		500 °C/1 h	
	Direção	f(g)	Direção	f(g)
AA1100	$[\bar{1}2\bar{1}]$	5,4	$[\bar{1}2\bar{1}]$	4,6
	$[3\bar{3}2]$	6,4	$[3\bar{3}2]$	5,1
AA1050	$[\bar{1}2\bar{1}]$	4,3	$[\bar{1}2\bar{1}]$	4,2
	$[3\bar{3}2]$	3,9	$[3\bar{3}2]$	5,2
AA1070	$[\bar{1}2\bar{1}]$	4,8	$[\bar{1}2\bar{1}]$	4,4
	$[3\bar{3}2]$	5,3	$[3\bar{3}2]$	4,6

Como pode ser visto na Tabela 3 para os alumínios comercialmente puros, as direções das componentes são as mesmas. O alumínio 1199 não foi possível obter resultados de textura utilizando a técnica de difração de raios X, por possuir grãos muito grandes. A Figura 7 mostra a evolução da fibra $\{113\}$ para os tratamentos térmicos a 350°C e 500°C por 1 hora.

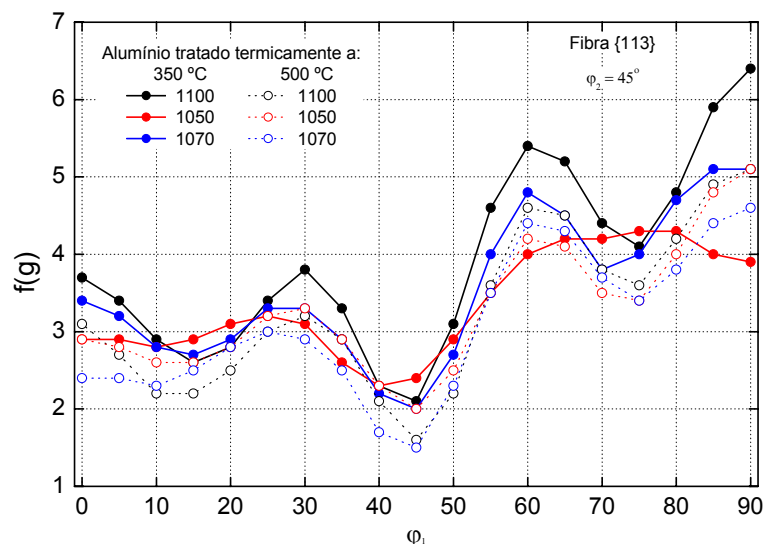


Figura 7 – Evolução da textura $\{113\}$ para os alumínios de pureza comercial laminados a frio e tratados termicamente a 350°C e 500°C por 1 hora.

Os precipitados não influenciam a textura de deformação. Uma vez que os materiais laminados a quente possuíam praticamente a mesma textura, a textura de

deformação dos três alumínios de pureza comercial também deveria ser a mesma, como pode ser constatado nas Figuras 6 e 7 e na Tabela 3.

No caso do alumínio, a condição mais favorável para ocorrer a recristalização, ou seja, que o núcleo possua diferença de orientação superior a 15° e alta mobilidade, ocorre com baixa frequência. A recuperação da matriz deformada fornece desorientações que dificilmente excede 10° . Conseqüentemente a nucleação geralmente é restrita a sítios próximos a heterogeneidades de deformação, onde zonas de alta desorientação são formadas na deformação. Os precipitados podem ter influencia na textura de recristalização. Em ligas de alumínio que contém precipitados grandes e incoerentes ($>1\mu\text{m}$) antes da deformação, pode ser observada nucleação em torno da partícula. Este efeito é devido a alta densidade de defeitos e a alta energia armazenada na matriz ao redor dos precipitados. Este processo geralmente leva a textura ao acaso. Nucleação em bandas de cisalhamento leva a texturas do tipo Goss e $(013)\langle 231 \rangle$ em alumínio com alta deformação. Para baixa deformação, as bandas de cisalhamento são muito finas e não atingem tamanho crítico para crescer. Os contornos de alto ângulo entre os grãos deformados da matriz também são sítios favoráveis à nucleação em alumínio laminado. Nas regiões de contorno de grão são encontradas alta densidade de discordâncias e alto gradiente de orientações. Vários sistemas de escorregamento são ativados nestas regiões para reduzir as deformações incompatíveis no contorno de grão durante a deformação. Daí estas regiões possuírem boas condições para sítios de nucleação. As ligas de alumínio geralmente possuem subestrutura recuperada de subgrãos antes do início da recristalização. A nucleação pode então advir do crescimento de um subgrão para a região deformada no outro lado do contorno. Este mecanismo em alumínio leva a formação de grãos com orientações próximas às da matriz deformada. Este último mecanismo parece ser o mais provável de ter ocorrido com os três alumínios com o nível de deformação imposta na laminação, uma vez que a textura de recristalização é muito semelhante à textura de deformação.

4 CONCLUSÕES

Após laminação a quente, o grupo de alumínios comercialmente puros (AA1070, AA1050 e AA1100), no estado “como recebido”, apresentaram tamanho de grãos similares e precipitados alinhados na direção de laminação, já o alumínio super puro (AA1199) possui grãos macroscópicos (oligocristalinos) e não apresentou precipitados em sua microestrutura. Os três alumínios de pureza comercial apresentaram endurecimentos por deformação (encruamentos) crescentes com o teor de soluto e temperaturas de recristalização muito próximas, por outro lado, o alumínio super puro apresentou temperatura de recristalização bem mais baixa. Na caracterização da textura, ao longo do processamento foi possível observar diferenças significativas. As funções de distribuição de orientação (FDO), calculadas a partir de figuras de pólo obtidas por difração de raios X, mostraram que os alumínios de pureza comercial têm uma textura tipo fibra $\{113\}$. Após laminação a frio os alumínios comerciais apresentaram texturas praticamente iguais, $(1\bar{1}3)[3\bar{3}2]$, típica de deformação por cisalhamento. Após tratamento térmico a 350°C e 500°C , por 1 hora, apresentaram textura tipo fibra $\{113\}$, quase idênticas às do estado “como recebido”. Quanto ao alumínio super puro, AA1199, não foi possível obter resultados de textura utilizando a técnica de difração de raios X, por possuir grãos

muito grandes e por esta razão suas texturas estão sendo estudadas por difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

O sítio preferencial de nucleação nas ligas de pureza comercial, para baixa deformação, parece ser os contornos de grãos. Controlando o tratamento termomecânico é possível manter a textura de deformação no material recristalizado. O refinamento do grão é controlado pela pureza do alumínio. Baixos graus de deformação (70%) não levam a obtenção de texturas típicas de recristalização de ligas de alumínio quando submetidas a altas deformações (> 90%).

Agradecimentos

Os autores agradecem à Companhia Brasileira de Alumínio – CBA (alumínios de pureza comercial) 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., Encruamento, recuperação, recristalização e textura do alumínio e suas ligas. In: Anais (Proceedings) 10º Seminário de Metais Não Ferrosos. São Paulo, ABM, 2002, pp. 493-522.
- 2 Stüwe, H. P.; Faustann, J., Introducción a las Texturas de los Materiales Metalicos. Madrid, Montecorvo, 1969, 295p.
- 3 Godec, M.; Jenko, M., Presentation methods of textures measurements. *Materiali in Tehnoloije*, vol. 34, pp. 359-364, 2000.
- 4 Bunge, H-J, Zur Darstellung allgemeiner Texturen. *Zeitschrift fuer Mettalkunde*, vol.56, pp. 872-874, 1965.
- 5 Oliveira, J. C.; Padilha, A. F.; Rios, P. R., Evolução da microestrutura durante a laminação a frio e a recristalização de alumínio com diferentes níveis de pureza: um estudo comparativo. Trabalho que será apresentado no 63º Congresso Anual da ABM, Santos, SP, Brasil.
- 6 Lima, N. B., Lima, L. M. G.; Padilha, A. F., Texturas de recristalização. In: Textura e Relações de Orientação, São Paulo, EPUSP, 2003, pp. 108-128.
- 7 Galego, E., Desenvolvimento de programa computacional para tratamento de dados de textura obtidos pela técnica de difração de raios X. 117p. 2004. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo, 2004.
- 8 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.
- 9 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.
- 10 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.