

Escola Politécnica
Universidade de São Paulo

Estudo comparativo da laminação e recristalização do cobre e alumínio

Trabalho de formatura apresentado à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Aluno: Vinicius Paulo Seze

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Franco de Monlevade

São Paulo

2022

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Versão final revisada pelo orientador

Eduardo Franco de Monlevade

Eduardo Franco de Monlevade

Seze, Vinicius Paulo

Estudo comparativo da laminação e recristalização do cobre e alumínio / V. P. Seze – São Paulo. 2002.

59 p.

Trabalho de Formatura – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho a meu pai, Luiz, e a minha mãe, Claudia, por sempre me proporcionarem as condições para que eu conseguisse realizar meus estudos ao longo da minha vida. Sempre serei grato por ter todo o apoio necessário desde a época do vestibular até o final do curso, podendo realizar o sonho de estudar engenharia na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Dedico esse trabalho a todos os professores da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo que foram responsáveis por me passar todo o conhecimento necessário além de contar suas experiências para que eu possa me tornar o profissional que sempre desejei ser.

Por fim, dedico o trabalho ao Prof. Dr. Eduardo Franco de Monlevade por toda ajuda, todos os aconselhamentos e por tirar todas as dúvidas ao longo do caminho.

AGRADECIMENTOS

Agradeço inicialmente ao Prof. Dr. Eduardo Franco de Monlevade por ter aceitado ser meu orientador e ter me guiado ao longo de todo o trabalho.

Agradeço a todos os professores com os quais tive contato ao longo da graduação, não só do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, mas também de outros departamentos e até mesmo de outros institutos. Sem eles, não conseguiria realizar esse trabalho.

Agradeço a todos os colegas de classe com quem compartilhei diversos momentos e realizei inúmeros projetos e trabalhos ao longo da graduação.

Agradeço aos funcionários do departamento: Danilo Augusto de Almeida Filho, José Rubens Beserra de Carvalho, Antônio Lívio da Silva Nunes e Wilson da Silva Maia. Agradeço por toda ajuda e aconselhamento no trabalho experimental.

RESUMO

O alumínio e o cobre são os materiais metálicos não ferrosos mais utilizados pelo ser humano no planeta. Isso se deve ao fato de ambos os metais serem versáteis e importantes em diversas aplicações, além de possuírem propriedades desejáveis do ponto de vista industrial.

Entre essas propriedades, a maleabilidade do cobre e do alumínio permite que ambos os materiais sejam adequados para os processos de conformação mecânica, inclusive laminação que é o tema central deste trabalho.

A metodologia experimental consiste em laminar amostras de cobre e alumínio, estudar a deformação destes materiais e também os fenômenos da recuperação e da recristalização. Além disso, também foi estudada a influência do tempo de recozimento.

Palavras-chave: Alumínio; Cobre; Laminação; Recristalização; Recozimento.

ABSTRACT

Aluminium and copper are the non-ferrous metal materials most used by humanity in the world. This is due to the fact that both metals are versatile and important in many applications, and also having desirable properties from an industrial point of view.

Among these properties, the ductility of copper and aluminium allows both materials to be appropriate for forming processes, including lamination which is the central point of this work.

The experimental methodology consists in laminating copper and aluminium samples, studying the deformation of these materials and also the phenomena of recovery and recrystallization. Furthermore, the influence of the annealing time was studied.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Ilustração do processo de laminação	7
Figura 2: Representação de uma discordância em cunha. a) Movimentos em volta da discordância em cunha; b) Deslocamento da discordância	10
Figura 3: Representação de uma discordância em hélice	10
Figura 4: Mecanismos de deformação plástica: Escorregamento e Maclação. 11	
Figura 5: Alteração das propriedades mecânicas com o aumento da deformação plástica	13
Figura 6: Energia armazenada e fração da energia total em função do alongamento.....	15
Figura 7: Influência da temperatura de recozimento no limite de resistência e na ductilidade	17
Figura 8: Mudanças na microestrutura do material durante (a) trabalho a frio, (b) recuperação e (c) recristalização (Adaptada)	21
Figura 9: Evolução do tamanho de grão com o tempo em diferentes temperaturas	24
Figura 10: Ilustração de uma amostra metalográfica	25
Figura 11: Placas de alumínio	28
Figura 12: Placas de cobre.....	29
Figura 13: Laminador do laboratório	30
Figura 14: Laminador do laboratório	30
Figura 15: Tiras de alumínio após o corte da amostra	31
Figura 16: Forno utilizado para o recozimento das amostras.....	32
Figura 17: Amostras de alumínio recozidas	32
Figura 18: Amostras de cobre recozidas.....	33
Figura 19: Embutidor metalúrgico do Laboratório de Metalografia.....	34
Figura 20: Utilização da ferramenta <i>Set Scale</i> do ImageJ	38
Figura 21: Definição da escala no software ImageJ.....	39
Figura 22: Utilização da ferramenta <i>Measure</i> no ImageJ.....	39
Figura 23: Dimensões das figuras criadas no ImageJ.....	40
Figura 24: Utilização da ferramenta <i>Multi-point Tool</i>	40
Figura 25: Amostra de alumínio após a laminação	42
Figura 26: Amostra de cobre após a laminação	43
Figura 27: Amostra de cobre sem recozimento (aumento de 200x).....	44
Figura 28: Amostra de cobre com 15 minutos de recozimento (aumento de 100x)	44
Figura 29: Amostra de cobre com 30 minutos de recozimento (aumento de 100x)	45
Figura 30: Amostra de cobre com 1 hora de recozimento (aumento de 100x). 45	
Figura 31: Amostra de cobre com 2 horas de recozimento (aumento de 100x)46	
Figura 32: Amostra de alumínio sem recozimento (200x de aumento)	47

Figura 33: Amostra de alumínio com 15 minutos de recozimento (aumento de 200x)	47
Figura 34: Amostra de alumínio com 30 minutos de recozimento (aumento de 200x)	48
Figura 35: Amostra de alumínio com 1 hora de recozimento (aumento de 200x)	48
Figura 36: Amostra de alumínio com 2 horas de recozimento (aumento de 200x)	49
Figura 37: Variação do tamanho de grão das amostras de cobre com o tempo de recozimento	51

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Ponto de fusão, resistividade elétrica, coeficiente de expansão térmica e condutividade térmica de alguns metais.....	3
Tabela 2: Países com maior produção e reserva de cobre (dados de 2016)	4
Tabela 3: Maiores produtores de alumínio	6
Tabela 4: Temperatura de recristalização e temperatura de fusão de alguns metais e ligas	18
Tabela 5: Composição química da liga de alumínio 6009	28
Tabela 6: Composição química da liga de cobre C12200	29
Tabela 7: Multiplicadores do intervalo de confiança	37
Tabela 8: Dimensões das amostras antes e depois da laminação.....	41
Tabela 9: Grau de deformação das amostras em função da área e da espessura.....	41
Tabela 10: Tamanho de grão das amostras de cobre	50

LISTA DE SÍMBOLOS

τ_f = tensão teórica de cisalhamento máxima

G = módulo de cisalhamento

EFE = energia de falha de empilhamento

T_h = temperatura homóloga

T_f = temperatura de fusão

ϵ_{esp} = deformação total na espessura da amostra

$\epsilon_{área}$ = deformação total na área da amostra

e_i = espessura inicial da amostra (antes da laminação)

e_f = espessura final da amostra (antes da laminação)

A_i = área inicial da amostra (depois da laminação)

A_f = área final da amostra (depois da laminação)

N_a = número de grãos por área

N_d = número de grãos dentro da área circular

N_c = número de grãos cortados pela área circular

d_{eq} = diâmetro equivalente no método do diâmetro equivalente

L = tamanho médio do grão

C = comprimento do segmento

N = número de interceptos

TG = tamanho médio de grão

SUMÁRIO

1	Introdução.....	1
1.1	Objetivos do trabalho	1
2	Revisão bibliográfica.....	3
2.1	Cobre	3
2.2	Alumínio	5
2.3	Laminação.....	7
2.3.1	Laminação a quente	8
2.3.2	Laminação a frio	8
2.4	Deformação plástica e discordâncias.....	8
2.5	Deformação por maclação	10
2.6	Energia de falha de empilhamento (EDE)	12
2.7	Encruamento	12
2.8	Recozimento	14
2.9	Recristalização.....	15
2.9.1	Energia armazenada	18
2.9.2	Recristalização primária	18
2.9.3	Recristalização dinâmica	19
2.9.4	Nucleação.....	19
2.10	Recuperação.....	20
2.11	Fatores que influenciam a competição entre recristalização e recuperação.....	21
2.11.1	Energia de falha de empilhamento	21
2.11.2	Grau de deformação.....	22
2.11.3	Temperatura de recozimento.....	22
2.11.4	Velocidade de aquecimento	23
2.11.5	Temperatura de deformação	23
2.11.6	Presença de elementos de liga.....	23
2.12	Crescimento de grão	23
2.13	Metalografia	24
2.13.1	Preparação metalográfica.....	25
2.13.1.1	Corte da amostra	25

2.13.1.2	Embutimento metalográfico.....	25
2.13.1.3	Lixamento.....	26
2.13.1.4	Polimento	26
2.13.1.5	Ataque químico	26
2.13.2	Microscopia óptica	27
3	Procedimento experimental	28
3.1	Laminação das amostras	28
3.2	Recozimento	31
3.3	Preparação metalográfica	33
3.4	Observação no microscópio	35
3.5	Avaliação da microestrutura e do tamanho de grão	35
4	Resultados e discussão	41
5	Conclusões	52
6	Referências.....	54

1 Introdução

Tanto o alumínio quanto o cobre ocupam lugar de destaque entre os metais utilizados pela humanidade nos dias atuais. O alumínio é o metal não ferroso mais utilizado e o cobre é o segundo metal não ferroso mais utilizado. Entre os metais, ambos só são superados pelo aço.

O alumínio possui aplicações diversas, sendo um metal muito versátil e capaz de formar diversas ligas utilizando elementos de liga. Atualmente, é muito utilizado em construção civil, em artigos de decoração, aplicações elétricas, em automóveis, aviões, embarcações, em aplicações com desgaste por corrosão, etc.

O cobre é largamente utilizado em aplicações eletroeletrônicas, mas também é bastante utilizado na construção civil e em aplicações de geração de energia renovável. Como as aplicações eletroeletrônicas estão sendo cada vez mais requisitas devido ao aumento de produtos eletrônicos que precisam de circuitos eletrônicos, a demanda de cobre aumenta cada vez mais por causa disso. Em relação à geração de energia limpa, acontece a mesma coisa devido ao esforço mundial em gerar energia com menos poluentes. O cobre pode se unir a outros elementos e formar ligas como bronze, latão e monel, possuindo diversas aplicações diferentes.

O que os dois metais possuem em comum é a maleabilidade, sendo facilmente conformados e, portanto, sendo muito utilizados em processos de conformação mecânica como extrusão, laminação, trefilação, entre outros.

A laminação é um dos processos de conformação mais utilizados atualmente e é aplicada em situações em que se deseja obter chapas e placas. Como é um processo que envolve deformar plasticamente o material, há um aumento da densidade de discordâncias e isso causa um aumento na resistência mecânica. Em questão de microestrutura, os grãos se tornam alongados. Para recuperar as propriedades originais, utiliza-se um tratamento térmico chamado recozimento. Ao aquecer o material, os fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento de grãos passam a ocorrer.

1.1 Objetivos do trabalho

O objetivo deste trabalho é realizar um estudo comparativo da laminação e da recristalização do cobre e do alumínio, os dois materiais metálicos não ferrosos mais utilizados pela humanidade.

O trabalho consiste em uma revisão bibliográfica para abordar os materiais utilizados, cobre e alumínio, o procedimento experimental (laminação, recozimento e análise metalográfica) e os fenômenos ocorridos durante o processo de recozimento (recuperação e recristalização). O processo experimental consiste inicialmente da laminação das amostras seguida do recozimento das mesmas (com tempos diferentes). Por fim, as amostras são embutidas e observadas no microscópio.

Terminada a parte em laboratório, serão analisadas as micrografias geradas e o tamanho de grão será determinado por diferentes métodos contidos na norma.

2 Revisão bibliográfica

2.1 Cobre

O cobre é um elemento químico que é um metal de transição e faz parte do grupo 11 (família I-B) da tabela periódica, seu número atômico é o 29, a massa molar é aproximadamente 63,5 g/mol, a densidade é aproximadamente 8,96 g/cm³ (maior que a do aço) e a temperatura de fusão é igual a 1083°C. A propriedade mais conhecida do cobre é a sua capacidade em ser um bom condutor tanto eletricamente, quanto termicamente, mas também é um material bastante dúctil e maleável, sendo conformado facilmente (propriedade bastante útil para a laminação). Sua condutividade elétrica é tão alta que faz com que seja o segundo material com maior condutividade elétrica entre os metais, perdendo apenas para a prata. Sua resistência e dureza podem aumentar de forma considerável com o trabalho a frio. O cobre é encontrado no estado livre na natureza devido a sua nobreza, sendo pouco reativo. Por causa disso, também é um metal com boa resistência a corrosão. Entretanto, o cobre puro é industrialmente irrelevante, existindo uma preferência maior pela utilização do minério. (ENCYCLOPEDIA BRITANNICA, 2020a) (NEWMAN, 2018)

Na tabela abaixo, estão apresentadas algumas propriedades térmicas e elétricas de alguns metais:

Tabela 1: Ponto de fusão, resistividade elétrica, coeficiente de expansão térmica e condutividade térmica de alguns metais

Metal	Ponto de fusão (°C)	ρ ($\times 10^{-5} \Omega.m$)	α ($\times 10^{-6}/K$)	k (W/m.K)
Prata (Ag)	960	1,6	19,7	418
Ouro (Au)	1063	2,2	14,2	297
Cobre (Cu)	1083	1,7	17,0	393
Chumbo (Pb)	327	19,2	29,0	35
Paládio (Pd)	1552	10,8	11,0	71
Platina (Pt)	1774	10,6	9,0	71
Níquel (Ni)	1455	6,8	13,3	92
Cromo (Cr)	1900	20,1	6,3	67
Molibdênio (Mo)	2625	5,2	5,0	146
Tungstênio (W)	3415	5,5	4,5	201
Alumínio (Al)	660	2,5	23,8	238

Fonte: NEWMAN, R. E. Properties of Materials.

Foi o primeiro metal a ser extraído, trabalhado e utilizado pelo homem, sendo utilizado como ferramenta, arma, objetos artísticos, ornamentos, entre outros utensílios desde 8000 a.C. Isso se deveu ao fato de que o cobre era um material abundante e facilmente extraível, além de ser facilmente conformável,

como citado anteriormente. Posteriormente foi ligado ao estanho, gerando o bronze, uma liga entre o cobre e o estanho, foi tão importante que os historiadores chamam o período histórico da descoberta e da utilização dos produtos de bronze de Era do Bronze. (ENCYCLOPEDIA BRITANNICA, 2020a) (RAMERIA.COM, 2008)

Atualmente o maior produtor de cobre do mundo é o Chile, que também possui a maior reserva do mundo, sendo seguido do seu vizinho, o Peru, que possui a terceira maior reserva de cobre do mundo. Os dez maiores produtores são completados com China, República Democrática do Congo, EUA, Austrália (país com a segunda maior reserva do mundo), Rússia, Zâmbia, México e Cazaquistão. A produção mundial atual é de cerca de 20 milhões de toneladas. (INVESTING NEWS, 2021)

Tabela 2: Países com maior produção e reserva de cobre (dados de 2016)

País	Produção de minério (toneladas métricas)	% da produção mundial	Reserva de cobre (toneladas métricas)	% das reservas mundiais
Chile	5.500.000	28,4	210.000.000	29,2
Peru	2.300.000	11,9	81.000.000	11,3
China	1.740.000	9,0	28.000.000	3,9
EUA	1.410.000	7,3	35.000.000	4,9
Austrália	970.000	5,0	89.000.000	12,4
Congo	910.000	4,7	20.000.000	2,8
Zâmbia	740.000	3,8	20.000.000	2,8
Canadá	720.000	3,7	11.000.000	1,5
Rússia	710.000	3,7	30.000.000	4,2
México	620.000	3,2	46.500.000	6,4
Outros países	3.800.000	19,6	150.000.000	20,8
Mundo	19.400.000	100	720.000.000	100

Fonte: Encyclopédia Britannica

Tanto o Chile quanto o Peru tiveram problemas em suas produções nos últimos anos devido à pandemia do Covid-19. O maior consumidor e importador de cobre do mundo é a China. (INVESTING NEWS, 2021)

A maior parte do cobre é utilizada em aplicações elétricas e eletrônicas, como fios e cabos, produtos eletrônicos, motores elétricos, entre outros. O esperado é que a demanda desses produtos cresça ainda mais devido ao aumento de aparelhos eletrônicos utilizados pela população em geral (smartphones, televisores, relógios inteligentes, carros elétricos, etc.). Outras aplicações importantes são a construção civil e a geração de energia renovável. O cobre tem sido utilizado na produção de equipamentos de geração de energia por energia solar e eólica, que cada vez mais se torna um setor importante na indústria de-

vido à busca por geração de energia limpa. (MMR, 2019) (ADROIT MARKET RESEARCH, 2019)

O cobre também é importante na formação de ligas comerciais muito utilizadas como o bronze (liga de cobre e estanho), latão (liga de cobre e zinco) e monel (liga de cobre e níquel). Vale lembrar que o cobre é um material caro, o que incentiva menos o consumo e faz com que seja substituído por outros materiais mais baratos em algumas aplicações, como o alumínio.

2.2 Alumínio

O alumínio é um elemento químico que é um metal prateado que faz parte do grupo 13 (família III-A) da tabela periódica, seu número atômico é o 13, sua massa molar é aproximadamente 27 g/mol, a temperatura de fusão é igual a 660°C e é conhecido por ser um metal muito leve, tendo uma densidade igual a 2,7 g/cm³, o que é quase um terço da densidade do ferro. É o elemento metálico mais abundante da crosta terrestre e quando falamos de elementos em geral, fica atrás apenas do oxigênio e do silício. O alumínio puro não é tão duro e possui baixo módulo de elasticidade, normalmente adicionam-se elementos de liga para melhorar essas propriedades, existem até mesmo alumínio de alta resistência que são utilizados na indústria aeroespacial. Outras propriedades interessantes do alumínio são a alta ductilidade e maleabilidade e assim como o cobre é um bom metal para os processos de conformação, como a laminação. Apesar de não ser um bom condutor termoelétrico como o cobre, ainda sim possui boa condutividade (metade da condutividade térmica do cobre e dois terços da condutividade elétrica do cobre). Outra propriedade importante é a sua resistência à corrosão, apesar de ser um metal reativo, o alumínio forma uma camada de óxido por cima do metal que aumenta a resistência a corrosão num processo chamado de passivação. Por fim, sua capacidade de recuperação também é de grande importância, pois sua facilidade em ser reciclado é vital para a geração de produtos menos poluentes, para reduzir a quantidade de lixo e reduzir o gasto de energia. (ENCYCLOPEDIA BRITANNICA, 2020b) (DAVIS, 1999) (INVESTING NEWS, 2022)

Ao contrário do cobre que é um material nobre, o alumínio tem intensa atividade química e nunca é encontrado em sua forma metálica na natureza. Entretanto, está presente em quase todas as rochas, vegetais e animais. O alumínio aparece principalmente na forma de aluminossilicato em rochas ígneas como feldspato e mica, mas é a bauxita que é o principal minério de alumínio (contém óxidos de alumínio como Al(OH)₃) e a partir dela que o alumínio comercial é produzido. (ENCYCLOPEDIA BRITANNICA, 2020b) (DAVIS, 1999)

Na questão histórica, o alumínio é utilizado pela humanidade desde antes de 5000 a.C., mas ao contrário do cobre, ele não era usado em forma de metal. Os povos antigos utilizavam compostos cerâmicos do alumínio (a alumina, um óxido de fórmula Al_2O_3) para produzir produtos químicos, medicamentos, utensílios de argila, etc. O alumínio bruto só foi isolado em 1825 pelo físico dinamarquês Hans Christian Orsted. A produção do metal só foi viável com a expansão e o barateamento da energia elétrica e com a descoberta simultânea de um método de produção pelo americano Charles Martin Hall e pelo francês Paul Louis Toussaint Héroult. O método é chamado de processo Hall-Héroult e consiste em realizar a eletrólise da alumina purificada em criolita (Na_3AlF_6) fundida para gerar alumínio metálico. (ENCYCLOPEDIA BRITANNICA, 2020b)

A produção mundial atual de alumínio é de aproximadamente 68 milhões de toneladas, fazendo dele o metal não ferroso mais utilizado. O principal produtor é a China com 39 milhões de toneladas, o que significa que sozinha, ela produz mais da metade de todo o alumínio do mundo. Os dez maiores produtores são completados por Índia, Rússia, Canadá, Emirados Árabes Unidos, Austrália, Bahrein, Noruega, EUA e Islândia. (INVESTING NEWS, 2022)

Tabela 3: Maiores produtores de alumínio

País	Produção em toneladas (2021)
China	39.000.000
Índia	3.900.000
Rússia	3.700.000
Canadá	3.100.000
Emirados Árabes Unidos	2.600.000
Austrália	1.600.000
Bahrein	1.500.000
Noruega	1.400.000
EUA	880.000
Islândia	880.000

Fonte: Investing News

Como em muitos outros materiais, tanto a produção quanto o consumo de alumínio pela China têm crescido vertiginosamente nas últimas décadas. Outro país tem crescido sua produção é a Índia que já ocupa a segunda colocação. Outros destaques são os países do Oriente Médio que aumentaram suas produções nos últimos anos e os países nórdicos que são os principais exportadores de alumínio da União Europeia. O destaque negativo fica pelos EUA que tem reduzido sua produção significativamente, em 2015 produziam quase o dobro de alumínio do que produzem atualmente. (INVESTING NEWS, 2022)

Entre as aplicações do alumínio, pode-se dizer que é um material utilizado em quase todos os setores da indústria. As principais aplicações envolvem

transporte (automóveis, aviões, vagões, embarcações marítimas, etc.), embalagens (latas, papel alumínio, etc.), construção civil (estrutural e decoração), bens de consumo (como eletrodomésticos), linha de transmissão elétrica, máquinas, etc. (NATIONAL MINERALS INFORMATION CENTER, [s.d.]

2.3 Laminação

A laminação é um método de conformação mecânica que busca reduzir a área da seção transversal de algum material. Essa redução é feita passando uma peça entre dois cilindros que giram com a mesma velocidade, mas com sentidos opostos ao longo do processo, o que gera uma deformação plástica no material. Cada passagem que o material sofre e tem sua área reduzida é chamada de passe. Normalmente, as peças metálicas não atingem a redução superficial necessária, o que faz com que a laminação dure mais do que apenas um passe. O resultado final é um produto com uma menor área na seção transversal, mas com um aumento do comprimento e da largura. (HELMAN; CETLIN, 2015) (BRESCIANI FILHO et al., 2011)

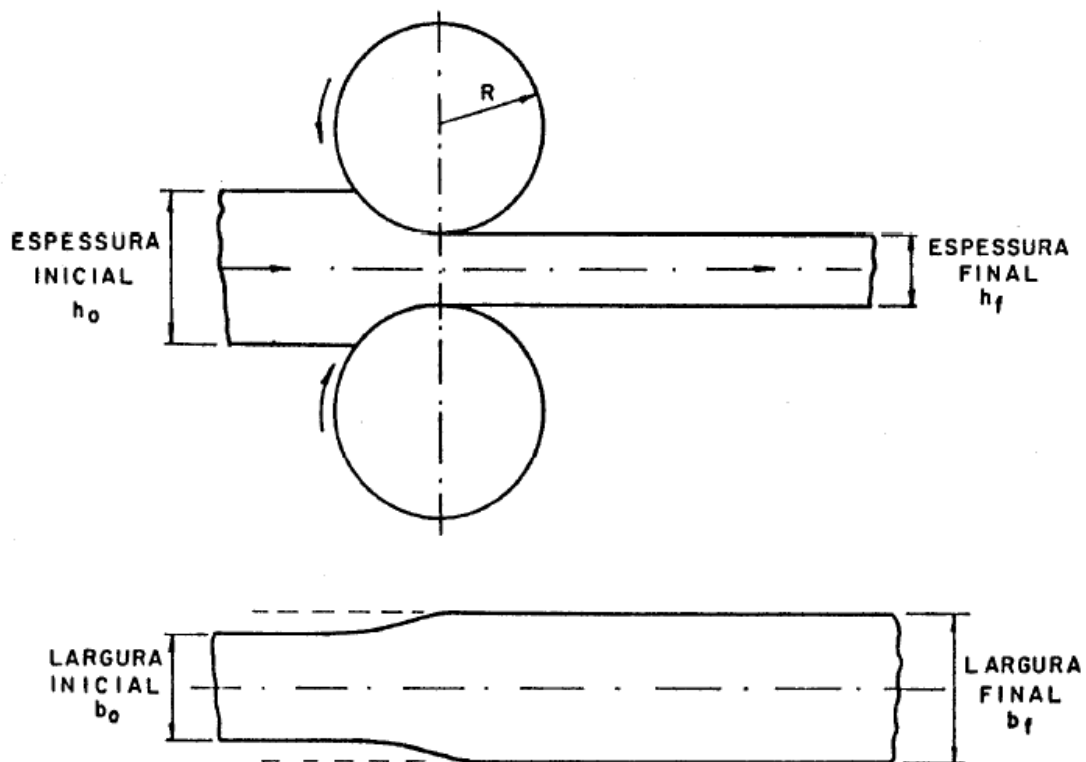


Figura 1: Ilustração do processo de laminação

Fonte: BRESCIANI, Ettore. *Conformação Plástica dos Metais*.

A peça passa pelos dois cilindros devido à força de atrito que está atuando na superfície de contato entre os cilindros do laminador e da peça que está sendo laminada. A pressão exercida pelos cilindros pode ser calculada através da divisão entre a força normal e a área da superfície de contato. O processo pode ser realizado tanto a frio quanto a quente, a escolha vai depender das dimensões e da estrutura do material no início e no final do processo. (BRESCIANI FILHO et al., 2011)

2.3.1 Laminação a quente

A peça a ser laminada usualmente é um lingote fundido que foi obtido através de lingotamento, ou uma placa ou tarugo que foram processados em lingotamento contínuo. A peça final pode ser um produto não plano, como perfis, ou um produto plano, como chapas e placas. A temperatura de trabalho é acima da temperatura de recristalização e busca reduzir a deformação plástica e permitir a recuperação do material. (BRESCIANI FILHO et al., 2011)

2.3.2 Laminação a frio

A peça inicial é um produto semiacabado que foi laminado a quente em uma fase anterior do processo. A laminação é feita em temperatura ambiente, o que significa que é uma temperatura abaixo da temperatura de recristalização para os materiais em questão (cobre e alumínio). Portanto, o material apresenta uma maior resistência à deformação e não permite que haja grandes reduções da área transversal. Normalmente, é feito um tratamento térmico de recozimento entre um e outro passe. Por isso, a laminação a frio se trata de um processo que é aplicado nos estágios finais de fabricação do material. (BRESCIANI FILHO et al., 2011)

2.4 Deformação plástica e discordâncias

Quando um material é sujeito à força externa e altera suas dimensões e forma, dizemos que este material sofreu deformação. Esta deformação pode ser descrita como elástica ou plástica. A deformação elástica é o tipo de deformação que é temporária, isto é, ao retirar a carga sobre o material, ele volta às duas dimensões e formato originais. Por outro lado, a deformação plástica é permanente e continua no material mesmo após a retirada da força externa. (IDC ONLINE, [s.d.]

A deformação plástica irá ocorrer quando um plano de átomos se deslocarem em relação aos planos paralelos adjacentes (considerando uma situação de cristal perfeito). Ao ocorrer o deslocamento do plano, todos os átomos desse plano se movimentam de forma cooperativa e simultânea, indo de uma posição de equilíbrio até uma posição vazia. (PADILHA, 2000)

Pode-se definir plano de escorregamento como uma parte do material cristalino em que existe uma série de degraus na superfície. Nesses planos de escorregamento, defeitos cristalinos como as discordâncias podem ser movimentar ao longo do material. As discordâncias são um defeito de linha, causando irregularidades na estrutura cristalina. Quando uma tensão é aplicada, as discordâncias se movem e esse movimento permite que a deformação plástica possa ocorrer. Uma maior densidade de discordâncias resulta em uma maior interação entre as discordâncias, o resultado é o aumento da dureza e resistência do material. Por outro lado, o fortalecimento do material também torna a movimentação da discordância mais complicada. (REED-HILL, 1982) (CORROSIONPEDIA, 2020)

As discordâncias são as responsáveis por explicar a grande diferença entre os valores da tensão teórica cisalhante máxima obtida pela análise de Frenkel e a tensão para iniciar a deformação plástica, sendo que o valor experimental é algumas ordens de grandeza menor. (PADILHA, 2000)

$$\tau_f = \frac{b G}{a 2\pi} \text{ (tensão de cisalhamento teórica)}$$

Onde a e b são as distâncias entre o centro de um átomo ao centro do átomo vizinho, sendo que “ a ” é a distância vertical e “ b ” é a distância horizontal, se considerarmos que $a = b$, podemos dizer que $\tau_f = G / 2\pi$.

Define-se, então, a discordância em cunha como uma fronteira entre a parte do cristal que já teve o escorregamento e a parte que ainda não teve o escorregamento. Outro conceito importante é o vetor de Burgers. Esse vetor é sempre o mesmo e independe da direção da linha de discordância. Caso a linha discordância seja perpendicular ao vetor de Burgers, diz-se que ela é uma discordância em cunha. Caso seja paralela, a discordância é chamada de discordância em hélice. Na maioria das ocasiões, a linha de discordância forma um ângulo com o vetor de Burgers, o que determina que a discordância é uma discordância mista, sendo uma mistura das duas anteriores. (PADILHA, 2000)

As imagens a seguir ilustram uma discordância em cunha (figura 2) e uma discordância em hélice (figura 3).

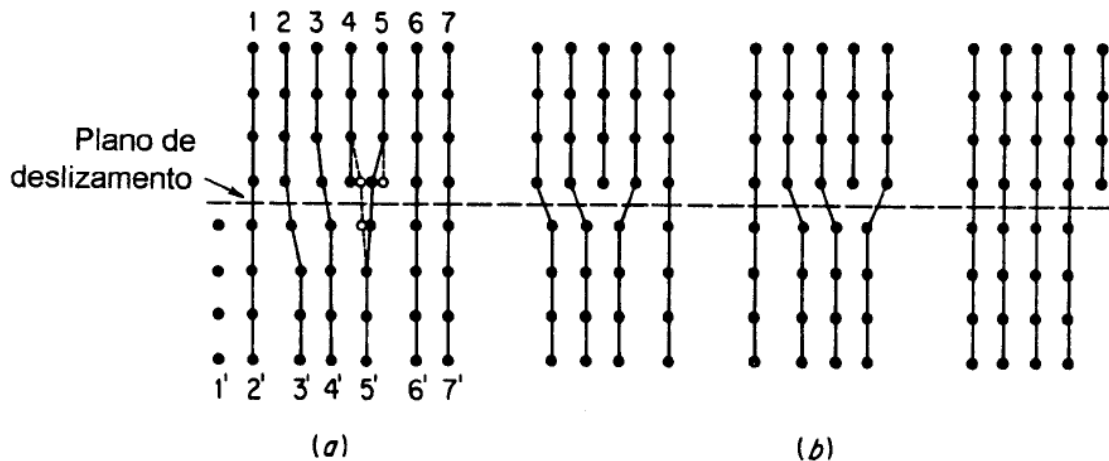


Figura 2: Representação de uma discordância em cunha. a) Movimentos em volta da discordância em cunha; b) Deslocamento da discordância

Fonte: PADILHA, Angelo Fernando. Materiais de Engenharia.

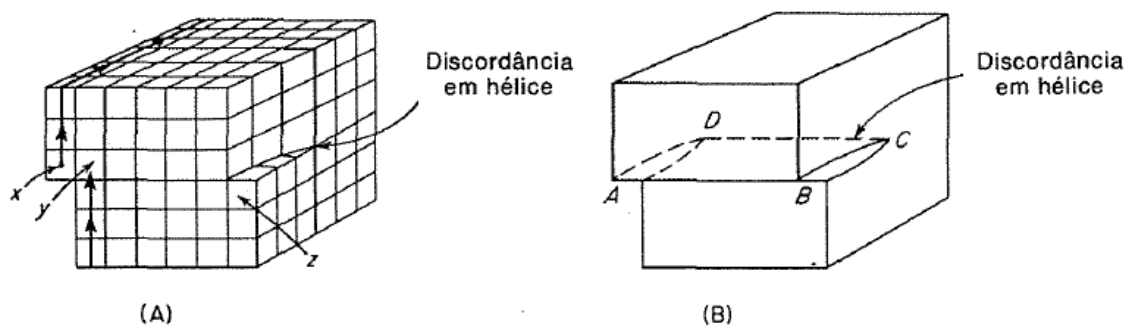


Figura 3: Representação de uma discordância em hélice

Fonte: REED-HILL. Princípios de Metalurgia Física.

Defeitos cristalinos como as discordâncias são altamente ligadas com a deformação e elas aumentam durante a deformação do material, a consequência é a instabilidade termodinâmica do material. Ao deformar o material em altas temperaturas, os processos termicamente ativados buscam remover esses defeitos de modo que a energia livre do sistema seja reduzida. A microestrutura e as propriedades do material podem voltar ao estado original através da aniquilação e rearranjo das discordâncias. (HUANG; LOGÉ, 2016)

2.5 Deformação por maclação

Além do escorregamento, os materiais metálicos também podem sofrer deformação plástica por maclação. É um mecanismo menos comum do que o

mecanismo de deformação plástica por escorregamento, podendo aparecer durante a deformação do material (maclas de deformação ou maclas mecânicas) ou durante o recozimento (maclas de recozimento).

O mecanismo ocorre quando alguma parte do cristal tem sua orientação alterada e cria uma inclinação em relação à outra parte do material, sendo que as duas partes são separadas por uma área chamada de plano de maclação que age como se fosse um “espelho”. As duas partes separadas possuem a mesma orientação, formando uma simetria. Na figura 4 há uma ilustração que facilita o entendimento sobre o plano de maclação e a simetria gerada pelo mecanismo. (BRESCIANI FILHO et al., 2011)(DIETER, 1981)

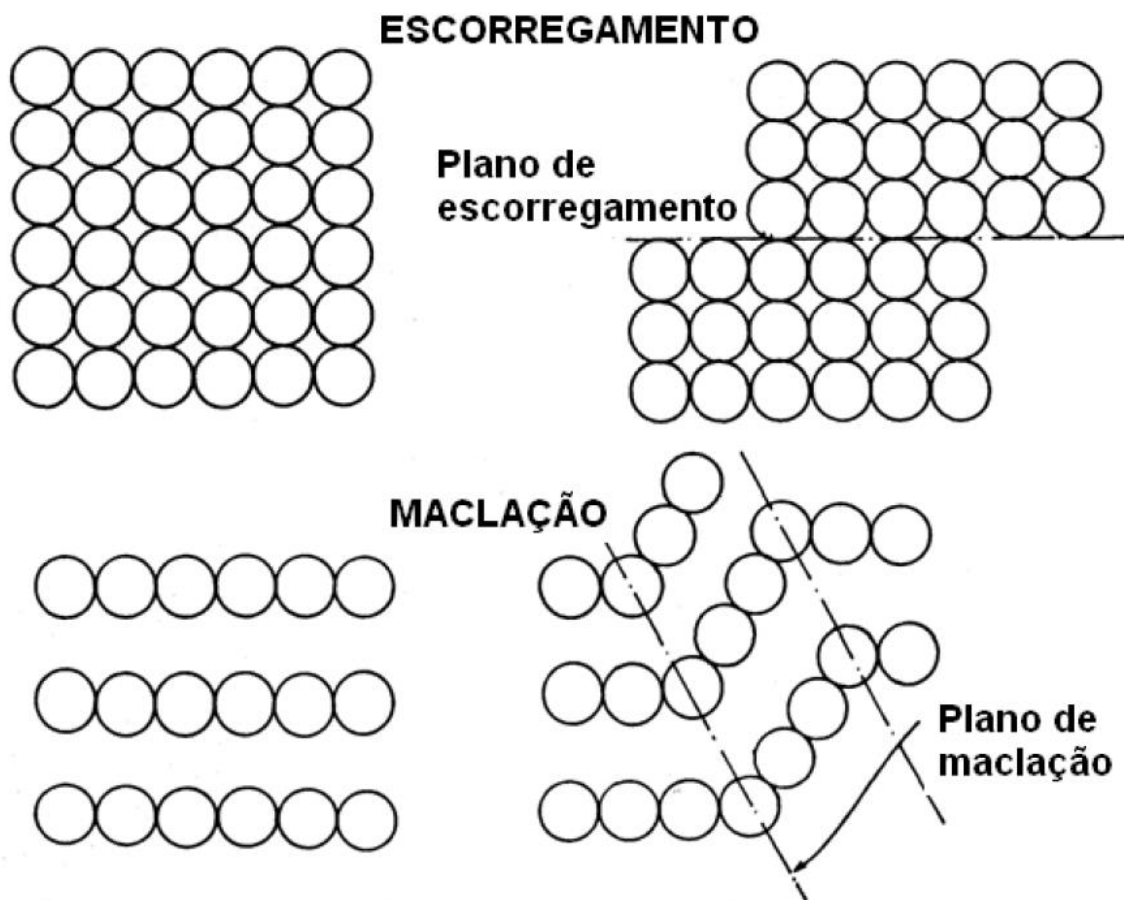


Figura 4: Mecanismos de deformação plástica: Escorregamento e Maclação

Fonte: BRESCIANI, Ettore. Conformação Plástica dos Metais.

Como dito anteriormente, as maclas podem surgir por causa da deformação mecânica do material, sendo mais comuns em materiais com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) ou hexagonal cúbica (HC). Nos materiais com estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), as maclas são formadas durante o recozimento do material, no qual os núcleos para o cresci-

mento das maclas são gerados. As maclas de recozimento tendem a ser mais largas e possuir contornos mais retos quando comparados com as maclas mecânicas. (DIETER, 1981)

2.6 Energia de falha de empilhamento (EDE)

As falhas de empilhamento são as descontinuidades nos planos de empilhamento. Quando comparada com um contorno de grão comum, a falha de empilhamento possui uma energia menor devido ao fato de que os átomos de ambos os lados da falha de empilhamento estarem em posições que não ocupariam em seu estado original. A energia de falha de empilhamento tem sua importância na determinação do tamanho de uma discordância propagada. A força repulsiva entre duas discordâncias parciais é reduzida conforme a distância entre as duas discordâncias cresce. Entretanto, o aumento da distância entre as discordâncias parciais causa um aumento na energia de superfície associada à energia de falha de empilhamento. Logo, o que acontece é que as discordâncias tendem a se repelir, mas a tensão superficial da falha de empilhamento tende a aproximá-las. A distância de separação das duas discordâncias representa, então, um equilíbrio entre a energia de repulsão das discordâncias e a energia de falha de empilhamento. (REED-HILL, 1982)

2.7 Encruamento

Encruamento é o termo utilizado para definir o fenômeno de endurecimento do material através da deformação plástica. O encruamento causa uma mudança na estrutura cristalina do metal, movimentando as discordâncias ao longo do processo de deformação plástica. É um fenômeno típico do processamento a frio de materiais metálicos. O trabalho a frio é feito abaixo da temperatura de recristalização e causa um aumento no número de discordâncias até um certo limite, onde a mobilidade das discordâncias irá ser reduzida devido a algum obstáculo ou por causa da interação das discordâncias entre si ou com outras imperfeições presentes no material. Consequentemente, a resistência do material cresce no estado encruado. Além disso, o encruamento por deformação plástica (laminação, trefilação, etc.) é um dos métodos mais importantes para endurecer metais. (CALLISTER, 2002) (BRESCIANI FILHO et al., 2011) (MEYERS; CHAWLA, 1982)

A temperatura de recristalização é a temperatura para qual o metal sofre recristalização. A recristalização ocorre no tratamento de recozimento de recozimento do material, sendo dividida, de forma didática, em 3 estágios: recrista-

lização, recuperação e crescimento de grão. Na prática, as três etapas podem ser, em geral, concomitantes. (CALLISTER, 2002)

Como dito anteriormente, o encruamento está intimamente ligado com as discordâncias presentes no material. No encruamento, os materiais se deformam através da movimentação de discordâncias. (CALLISTER, 2002)

Os fatores que podem influenciar o fenômeno de encruamento são diversos, tais como: estrutura cristalina do metal; natureza química do material; pureza do metal; orientação cristalográfica; temperatura durante a deformação; forma e dimensão do cristal metálico; condições superficiais do metal. (BRESCIANI FILHO et al., 2011)

O trabalho a frio modifica as propriedades mecânicas do material, principalmente as propriedades mecânicas. Na figura 5, há um gráfico que demonstra a variação do limite de resistência, do limite de escoamento, da estricção e do alongamento com o aumento da deformação plástica.

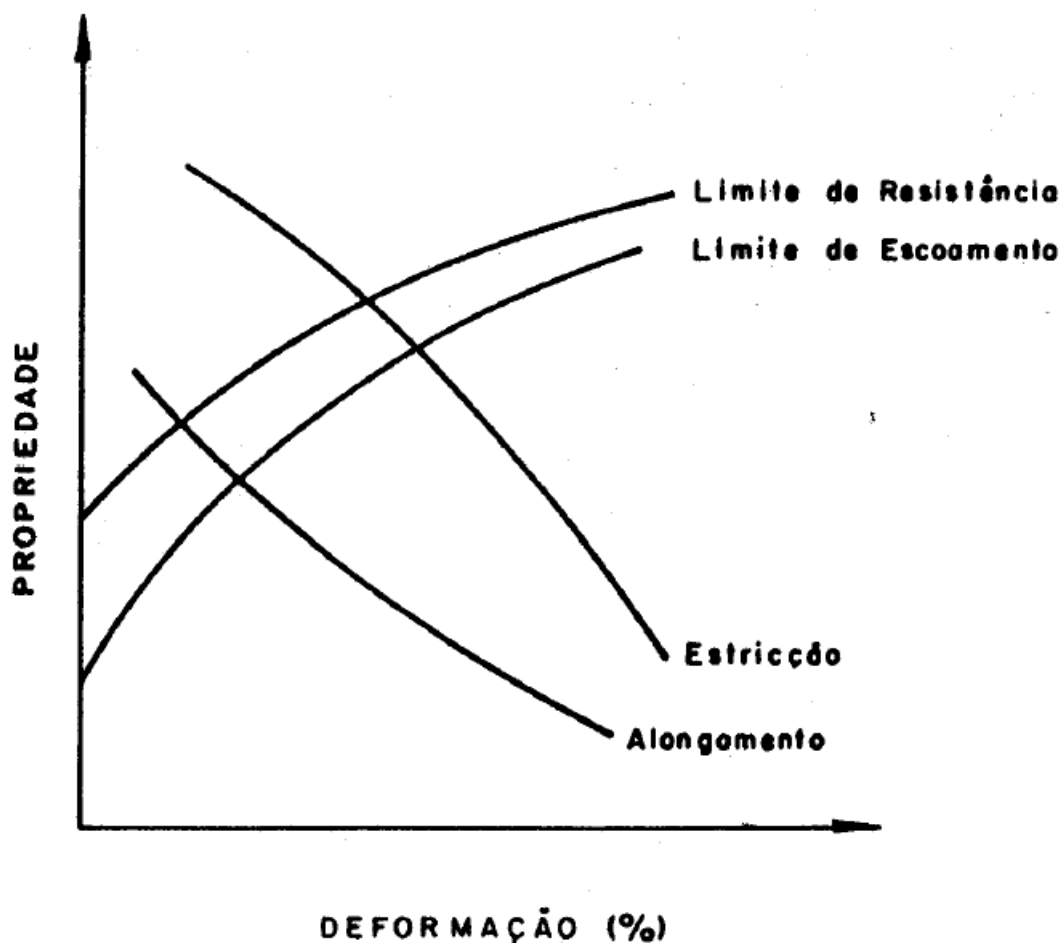


Figura 5: Alteração das propriedades mecânicas com o aumento da deformação plástica

Fonte: BRESCIANI, Ettore. Conformação Plástica dos Metais.

Não apenas as propriedades mecânicas são alteradas. Propriedades físicas como densidade (diminui com o aumento do encruamento), condutibilidade elétrica (diminui com o aumento do encruamento) e expansão térmica (aumenta com o aumento de encruamento). (BRESCIANI FILHO et al., 2011)

A microestrutura também é alterada. Os grãos deformados adquirem uma aparência alongada e passam a ter uma orientação cristalográfica preferencial de acordo com o processo de conformação utilizado (no caso deste trabalho é a direção de laminação). (BRESCIANI FILHO et al., 2011)

2.8 Recozimento

Para qualquer material que foi deformado plasticamente em qualquer temperatura que esteja bem abaixo de sua temperatura de fusão, dizemos que o metal foi deformado plasticamente a frio. Segundo a definição presente no livro de Robert E. Red-Hill, o limite superior para a faixa do que ser chamado de trabalho a frio é complicada de ser determinada devido ao fato de que ela pode mudar com a composição do material ou com a velocidade e grau de deformação. Neste caso, o trabalho a frio é todo trabalho realizado em uma temperatura menor que metade da temperatura de fusão em escala absoluta. Durante o trabalho a frio, a maior parte da energia que é gerada pelo trabalho de deformação a frio é dissipada na forma de calor. Uma parte, porém, é armazenada como uma energia interna no material e está associada aos defeitos cristalinos presentes no metal. A energia armazenada depende fortemente da severidade com a qual a deformação ocorreu. Como a discordância é um defeito de linha, a presença das discordâncias no material em estado encruado aumenta a energia armazenada, o que indica que um material que passa pela deformação plástica a frio tem grande quantidade de energia armazenada. (REED-HILL, 1982)

O recozimento busca reduzir a energia armazenada no material. Trata-se de um tratamento térmico onde o metal é aquecido continuamente em uma temperatura constante. Conforme o metal é aquecido, a energia armazenada é liberada e o metal tende a voltar para o seu estado original. (REED-HILL, 1982)

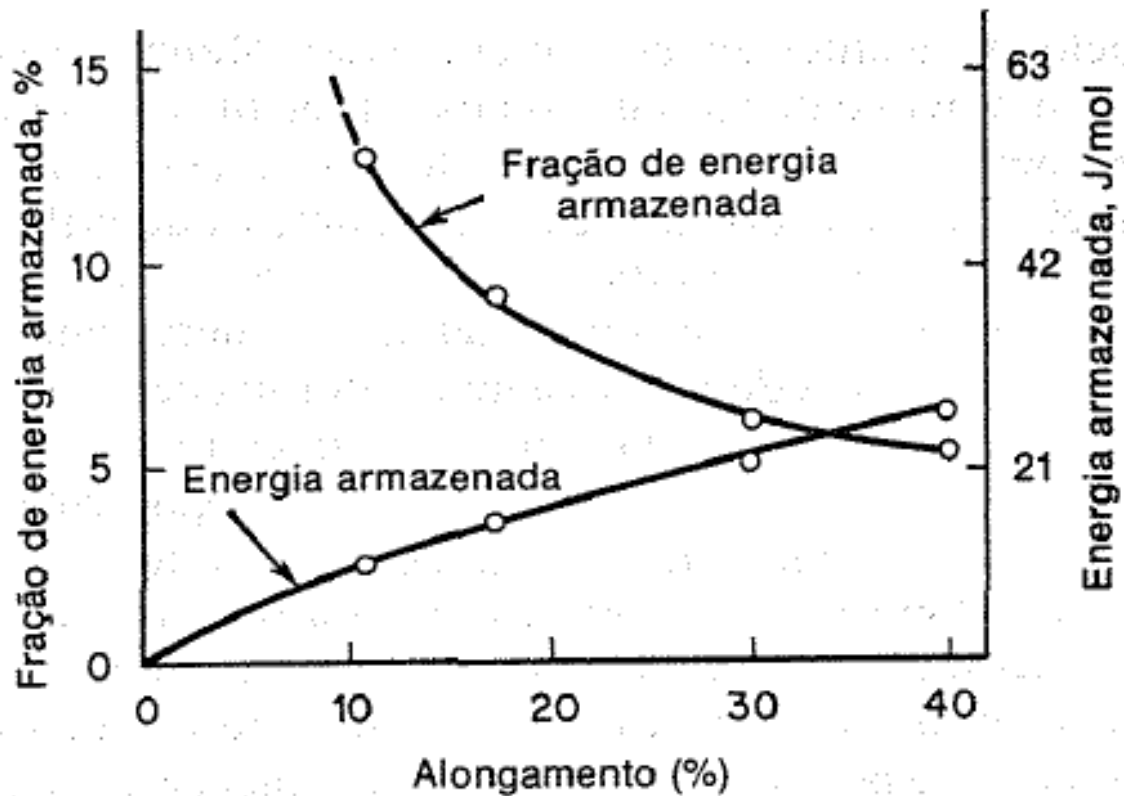


Figura 6: Energia armazenada e fração da energia total em função do alongamento

Fonte: REED-HILL. Princípios de Metalurgia Física.

Os objetivos gerais do recozimento envolvem: remover tensões (muitos processos geram tensões residuais), diminuir dureza, melhorar a ductilidade, ajustar o tamanho de grão, eliminar efeitos de outros tratamentos térmicos e mecânicos feitos anteriormente, atenuar heterogeneidades, entre outros objetivos. (CIMM, 2022a)

2.9 Recristalização

Nos projetos de materiais metálicos, uma preocupação importante é a eficiência, o desempenho e a vida útil desses materiais. Esses fatores são altamente influenciados por elementos de ligas, tratamentos térmicos e o controle da microestrutura do material, com o objetivo de alcançar as propriedades desejadas do projeto. Isso leva a uma busca pelo estudo e conhecimento de fenômenos de transformação de fases e um dos fenômenos mais importantes é a recristalização. Sua importância se deve ao fato de que ela causa grandes transformações na estrutura do material e modifica as propriedades sensíveis às mudanças estruturais (físicas, mecânicas e tecnológicas). Com isso, a recristalização torna-se importante no desenvolvimento de ligas convencionais e

ligas superelásticas, materiais termoelétricos (semicondutores), no processamento termomecânico, metalurgia do pó, entre outras aplicações. (ALANEME; OKOTETE, 2019)

Portanto, pode-se destacar a importância da recristalização por duas razões: amolecer e restaurar a ductilidade do material endurecido a baixa temperatura (abaixo de $T_h = 0,5 T_f$) e controlar a estrutura dos grãos. Alguns metais, tais como ferro, titânio e cobalto, sofrem transformações de fase ao longo do resfriamento, por isso a estrutura do grão é modificada pelo controle dessas transformações de fase. Outros metais como cobre, alumínio e níquel (ou seja, os dois materiais estudados) podem ter uma nova estrutura de grão com mudança na textura, na orientação e no tamanho do grão devido à recristalização após a deformação. (DOHERTY et al., 1997)

A primeira evidência de recristalização foi feita por Kalisher, em 1881, na Alemanha. Ao trabalhar com tiras de zinco, percebeu que a deformação plástica “destruiu a cristalinidade” do zinco, mas que o recozimento feito após a deformação plástica causou a restauração. A esse fenômeno, Kalisher deu o nome de recristalização. (RIOS et al., 2005)

Durante a deformação do material, a energia é armazenada na forma de discordâncias. A energia é liberada de três formas: recuperação, recristalização e crescimento de grãos. A recristalização pode ser definida como a formação e a movimentação dos contornos de grão de modo a reduzir a densidade de discordâncias e recuperar as propriedades originais. Utilizando essa definição, recuperação serão, então, todos os processos que liberam energia sem que haja a movimentação dos contornos de grão. Por fim, o crescimento de grão pode ocorrer de forma normal, onde os grãos menores são consumidos pelos grãos maiores na vizinhança, ou de forma anormal, onde determinado grão cresce mais do que a média. O crescimento de grãos ocorre após a recristalização. (DOHERTY et al., 1997) (KASSNER, 2008)

Em suma, os processos de recuperação envolvem a diminuição dos defeitos pontuais devido à reação entre eles, a aniquilação das discordâncias de sinais opostos, o rearranjo de discordâncias para criar arranjos de menor energia (como contornos de grão de baixo ângulo) e formação de contornos de grão de alto ângulo. Para a recristalização, as modificações que acontecem são a absorção dos defeitos pontuais e das discordâncias devido ao movimento dos contornos de grão de alto ângulo e a redução da área total do contorno de grão. (RIOS et al., 2005)

A recristalização depende tanto do tempo e da temperatura. A influência dessas duas variáveis é benéfica para a recristalização. Ou seja, ao aumentar o tempo e a temperatura, uma maior fração de recristalização acontecerá. Um conceito importante a ser citado é a temperatura de recristalização que pode ser definida como a temperatura necessária para que haja recristalização total

dentro do tempo de 1 hora. Normalmente, a temperatura de recristalização se encontra numa temperatura compreendida entre um terço e a metade da temperatura de fusão em escala absoluta (isso para ligas, a temperatura relativa é ainda menor para metais puros). Alguns fatores podem alterar a temperatura de recristalização, tais como a quantidade de trabalho a frio e a presença de impurezas na liga. Uma maior quantidade de trabalho a frio melhora a taxa de recristalização, o que faz com que a temperatura de recristalização seja reduzida até atingir um valor limite. Em relação às impurezas, a recristalização ocorre de forma mais rápida em metais puros do que em ligas. Assim, a presença de impurezas causa o efeito de aumentar a temperatura de recristalização. (CALLISTER, 2002)

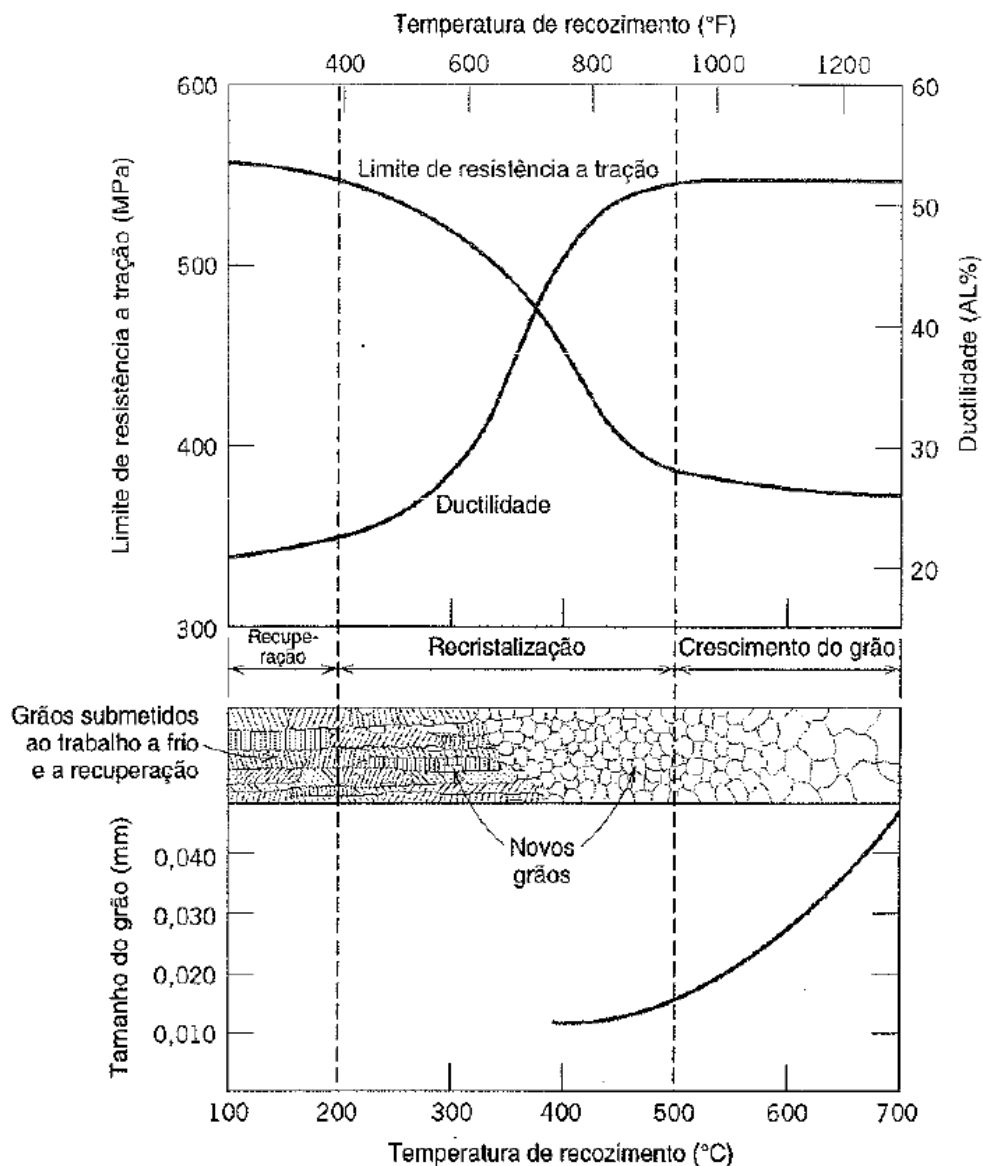


Figura 7: Influência da temperatura de recozimento no limite de resistência e na ductilidade

Fonte: CALLISTER, William D. Ciência e Engenharia dos Materiais – Uma Introdução.

A figura acima ilustra a influência da temperatura de recozimento nos processos de recuperação do material (recuperação, recristalização e crescimento de grãos) e como a resistência e a ductilidade do material se alteram ao longo do tratamento térmico.

A tabela abaixo mostra a temperatura de recristalização e a temperatura de fusão de alguns metais:

Tabela 4: Temperatura de recristalização e temperatura de fusão de alguns metais e ligas

Metal	Temperatura de recristalização (°C)	Temperatura de fusão (°C)
Chumbo	-4	327
Estanho	-4	232
Zinco	10	420
Alumínio (99,999%)	80	660
Cobre (99,999%)	120	1085
Latão (60 Cu – 40 Zn)	475	900
Níquel (99,99%)	370	1455
Ferro	450	1538
Tungstênio	1200	3410

Fonte: CALLISTER, William D. *Ciência e Engenharia dos Materiais – Uma Introdução*.

2.9.1 Energia armazenada

A força motriz para a ocorrência da recristalização é a energia armazenada dentro do material metálico que surge a partir dos defeitos e imperfeições cristalinos gerados durante o processo de deformação. Alguns dos fatores que afetam essa energia são o tipo e a severidade da deformação, a temperatura da deformação, composição química do material, entre outros. (ALANEME; OKOTETE, 2019)

O recozimento de um metal que foi trabalho a frio causa mudanças microestruturais que são responsáveis por reduzir a energia armazenada devido à existência da deformação plástica, ou seja, devido ao rearranjo e aniquilação dos defeitos cristalinos. (RIOS et al., 2005)

2.9.2 Recristalização primária

É o mecanismo que tem a capacidade de eliminar quase todos os deslocamentos induzidos pela deformação do material. Para que ocorra é necessária uma quantidade de deformação que é chamada de deformação crítica, aci-

ma dessa deformação, os núcleos de recristalização nascem durante o aquecimento nas partes da rede cristalina que sofreram maior desorientação e distorção. Estudos apontam que a recristalização se inicia em áreas com alta densidade de discordâncias e deformação não homogênea. Este processo também é chamado de recristalização estática e ocorre devido ao recozimento após o trabalho a frio. Os fatores que influenciam a energia armazenada de deformação e, por consequência, a recristalização primária são a temperatura, a extensão e complexidade da deformação, o tamanho do grão, o ponto de fusão, pureza dos materiais metálicos, presença de outros átomos e partículas de segunda fase, energia de falha de empilhamento e textura cristalográfica. (ALANEME; OKOTETE, 2019)

2.9.3 Recristalização dinâmica

No processo de deformação plástica a quente, dois fenômenos concorrentes acontecem em paralelo: encruamento e amolecimento. O primeiro acontece por causa do aumento da densidade de discordâncias pela ação de forças externas e pela interação das discordâncias que formam empilhamentos de discordâncias. O resultado é o aumento da dureza do material. O segundo visa diminuir a densidade de discordâncias e redistribuí-las até chegar a um estado mais estável energeticamente. A redistribuição de discordâncias é favorecida pelo aumento de lacunas, da formação e crescimento dos núcleos de recristalização. Quando esses dois processos ocorrem durante a deformação plástica do material em temperaturas elevadas, as estruturas finais do material são formadas pela recristalização dinâmica. Este mecanismo é dependente da temperatura, da quantidade e taxa de deformação, da energia de falha de empilhamento e da composição das fases. (ALANEME; OKOTETE, 2019)

2.9.4 Nucleação

A recuperação causa uma pequena diminuição na densidade de discordâncias e não altera a estrutura de grãos. Para causar uma mudança maior, a recristalização, torna-se necessário que nasçam e cresçam novos grãos. Como dito anteriormente, a nucleação de novos grãos ocorre em regiões com alta densidade de discordâncias. Isso acontece pelo curvamento de grãos ou por recristalização estimulada por partículas, sendo que partículas maiores são mais efetivas por causa de uma maior variação de deformação ao seu redor. (BHADESHIA, [s.d.]

Normalmente, mudanças estruturais em metais ocorrem devido à nucleação e crescimento de grãos, ocorrendo em situações de mudança de fase, mudança de estado ou rearranjo estrutural de alguma fase. O caso mais simples e geral de nucleação é a formação de gotas de líquido dentro da fase vapor. Então, pode-se definir a nucleação como um evento em que ocorre a formação de uma nova fase dentro de uma existente. Num cristal, o crescimento de um núcleo cristalino é bem mais complicado e complexo, com a energia superficial sendo uma função da orientação superficial e com os átomos tendo que se ajustar ao reticulado cristalino. (REED-HILL, 1982)

Em recristalização, a nucleação é o estágio inicial e chamamos de nucleação da recristalização a formação de uma região de baixa densidade de discordâncias que está associada a um contorno de grão de alto ângulo e com muita mobilidade, sendo que a região foi formada a partir de mecanismos de rearranjo das discordâncias. Esta região tem a capacidade de se mover de forma rápida sobre a matriz encruada. Ao contrário da nucleação que ocorre em reações de solidificação ou em casos de precipitação no estado sólido, a nucleação da recristalização possui baixa força motriz, indicando que a nucleação homogênea não pode ser aplicada a este caso específico. Logo, o início da recristalização ocorre de forma heterogênea. Em relação à quantidade de núcleos que são formados, o número é menor se comparado com a solidificação. Depois de passado o estágio inicial da nucleação, o único processo que ocorre é o crescimento. (RIOS et al., 2005)

2.10 Recuperação

Como foi mencionado na seção 2.5, recuperação é qualquer processo que diminua a energia armazenada nas discordâncias sem que haja uma movimentação dos contornos de grão.

A recuperação causa alterações microestruturais que causam apenas uma restauração parcial das propriedades iniciais do material. Além disso, causa poucas alterações na microestrutura do material. (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

Em questão de energia, a energia interna de deformação que está armazenada no material é liberada graças ao movimento de discordâncias que é facilitado pelo aumento da temperatura que favorece a difusão. (CALLISTER, 2002)

Conforme o material é deformado em alta temperatura, cresce o número de defeitos cristalinos. As discordâncias passam a se organizar em uma estrutura de subgrãos devido à ativação térmica. Em uma temperatura elevada, o

número de defeitos gerados e o número de defeitos eliminados passam a ser praticamente iguais, de modo que o número de defeitos permanece constante. Passa a haver migrações de curto alcance dos contornos de grão graças ao potencial termodinâmico que é fornecido pelas discordâncias dos subcontornos. Este fenômeno é chamado de recuperação dinâmica. (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

A microestrutura esperada de um material que tende a se recuperar é uma estrutura celular de subgrãos, sendo que esses subgrãos possuem pouca defasagem de orientação cristalográfica entre eles. (CIMM, 2022b)

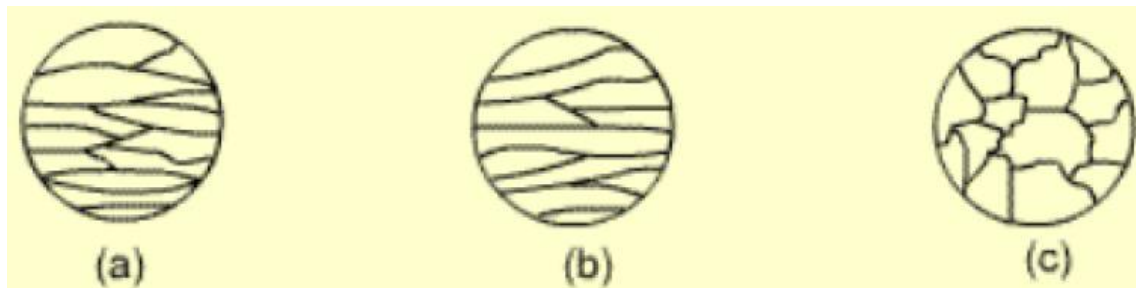


Figura 8: Mudanças na microestrutura do material durante (a) trabalho a frio, (b) recuperação e (c) recristalização (Adaptada)

Fonte: CIMM

2.11 Fatores que influenciam a competição entre recristalização e recuperação

Pode-se dizer que a recristalização e a recuperação são dois fenômenos concorrentes e que dependem de certas circunstâncias para que um se sobressaia sobre o outro e tenha uma preferência maior para ocorrer.

O que acontece é que na ocorrência do processo de recristalização, o potencial termodinâmico deste fenômeno vai diminuindo à medida que ocorre o processo de recuperação. A recristalização normalmente acontece em regiões que estejam mais deformadas, enquanto que a recuperação prefere regiões menos deformadas. (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

Alguns dos fatores que influenciam na prevalência de um processo sobre o outro estão listados nas seções a seguir.

2.11.1 Energia de falha de empilhamento

A energia de falha de empilhamento (EFE) interfere nos aspectos microestruturais de um material deformado. Isto porque a energia de falha de empi-

lhamento tem muito a ver com a distribuição de discordâncias. Para um material com energia de falha de empilhamento baixa, a mobilidade de discordâncias também é baixa, estando longes umas das outras. A consequência é que fenômenos de escorregamento ficam mais difíceis de ocorrer. A distribuição, então, é planar (homogênea). O contrário, um metal com alta energia de falha de empilhamento e, conseqüentemente, alta mobilidade de discordâncias, é uma distribuição heterogênea e se concentra em grãos encruados (nos contornos e também no interior). (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

Como dito anteriormente, mecanismos de redução e rearranjo de defeitos cristalinos, como recuperação e recristalização, diminuem a energia armazenada quando o metal é encruado.

Para metais com elevada EFE, logo com mobilidade de discordâncias maior, o processo de recuperação tem preferência nestas condições, diminuindo os defeitos cristalinos do material que são o principal potencial termodinâmico para a ocorrência da recristalização. Para metais com baixa EFE e, conseqüentemente, com baixa mobilidade de discordâncias, a recuperação pouco influencia no processo de recristalização. (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

Os comportamentos distintos descritos no parágrafo anterior serão estudados neste trabalho. O alumínio, que é um metal de elevada EFE, tende a ter recuperação quando laminado. O cobre tende a se recristalizar.

2.11.2 Grau de deformação

Grau de deformação está intimamente ligado com encruamento. Quanto maior a deformação no material, mais encruado ele está. Isto leva a uma maior formação de núcleos e potencial termodinâmico para a recristalização. O inverso, ou seja, menor encruamento favorece a recuperação. (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

Quanto maior a deformação prévia presente no material, menor será a temperatura de recristalização, o que leva a um tempo maior para a recristalização ocorrer. Uma maior deformação prévia também gera uma maior quantidade de núcleos dos quais crescerão novos grãos, diminuindo o tamanho de grão resultante. (CIMM, 2022b)

2.11.3 Temperatura de recozimento

Como a recuperação tem uma energia de ativação menor que a energia de ativação da recristalização, temperaturas de recozimento menores favorecem a recuperação. (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

2.11.4 Velocidade de aquecimento

Velocidades de aquecimento menores significam um maior intervalo de tempo em que o material será submetido a baixas temperaturas. Portanto, o processo de recuperação é favorecido nestas condições. Vale lembrar que a recuperação ocorre em uma ampla faixa de temperaturas a partir de $0,2 T_f$, enquanto que a recristalização ocorre em valores entre $0,3$ e $0,6 T_f$. (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

2.11.5 Temperatura de deformação

O grau de encruamento diminui em temperaturas mais elevadas, diminuindo o potencial termodinâmico para o início da recristalização. Logo, o aumento da temperatura de deformação favorece a recuperação. (PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F., 2005)

2.11.6 Presença de elementos de liga

Como a recristalização depende da difusão para ocorrer, a presença de elementos de liga retarda a difusão e, conseqüentemente, aumentam a temperatura de recristalização. (CJMM, 2022b)

2.12 Crescimento de grão

Após o fim da recristalização, caso o material continue a estar em alta temperatura, os grãos, agora livres de deformação, terão liberdade para crescer. O crescimento de grão pode acontecer em qualquer material policristalino, não necessitando ser metálico, e pode acontecer mesmo sem o fenômeno de recristalização ou recuperação acontecendo no material. (CALLISTER, 2002)

O crescimento de grão acontece por causa da migração dos contornos de grão. Como, obviamente, nem todos os grãos podem crescer, em média os

grãos maiores crescem enquanto os grãos menores encolhem. O que acontece no final é que os grãos menores são incorporados pelos grãos maiores. Além disso, conforme os grãos aumentam de tamanho, a área de contorno de grão diminui, o que gera uma redução na energia total. Isso define a força motriz para o crescimento de grão. Com isso, o tamanho médio do grão tende a aumentar com o tempo e também com o aumento da temperatura. (CALLISTER, 2002)

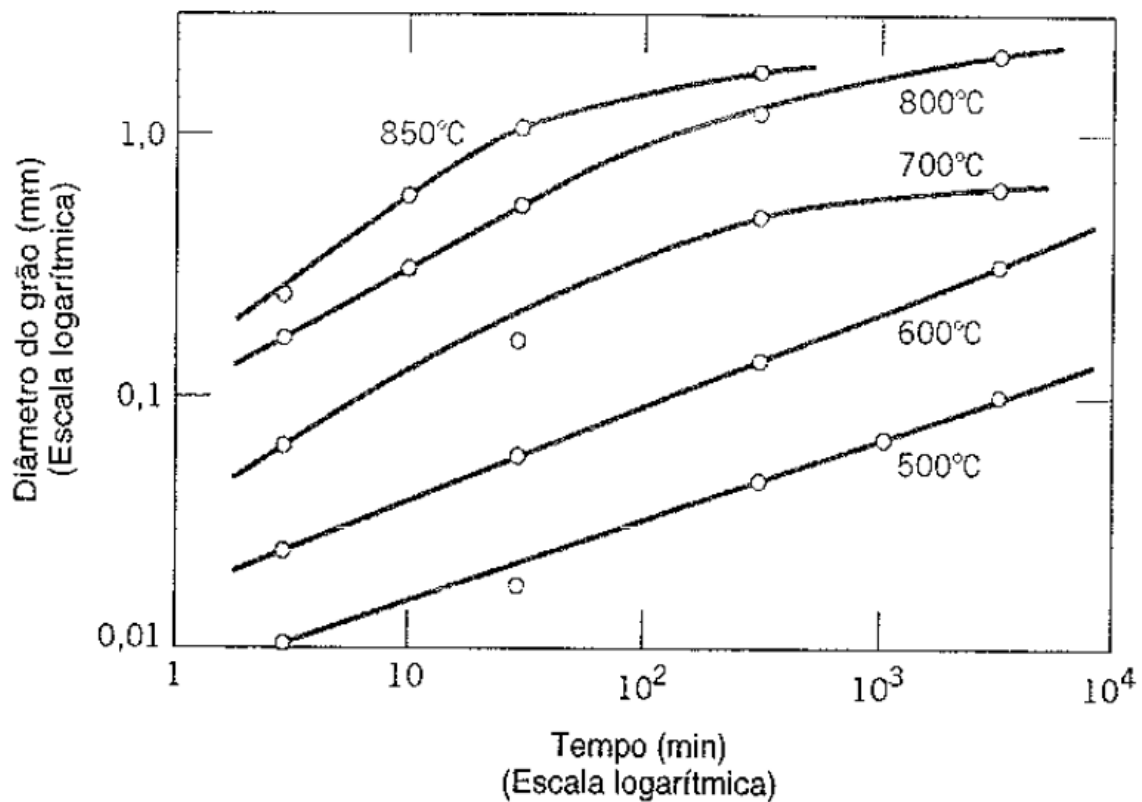


Figura 9: Evolução do tamanho de grão com o tempo em diferentes temperaturas

Fonte: CALLISTER, William D. Ciência e Engenharia dos Materiais – Uma Introdução.

2.13 Metalografia

Metalografia se refere a parte das ciências dos materiais que se dedica a estudar a morfologia e a estrutura dos materiais. A análise do objeto de estudo pode ser feita microscopicamente, utilizando um microscópio, ou, macroscopicamente, que é a análise feita a olho nu ou utilizando uma lupa. No caso deste trabalho, a análise das amostras será microscópica, utilizando um microscópio óptico para observar a microestrutura dos materiais utilizados.

2.13.1 Preparação metalográfica

Para a análise microscópica das amostras é necessário primeiramente fazer com que a amostra passe por um processo de preparação, de modo que seja mais fácil e adequado realizar as análises necessárias.

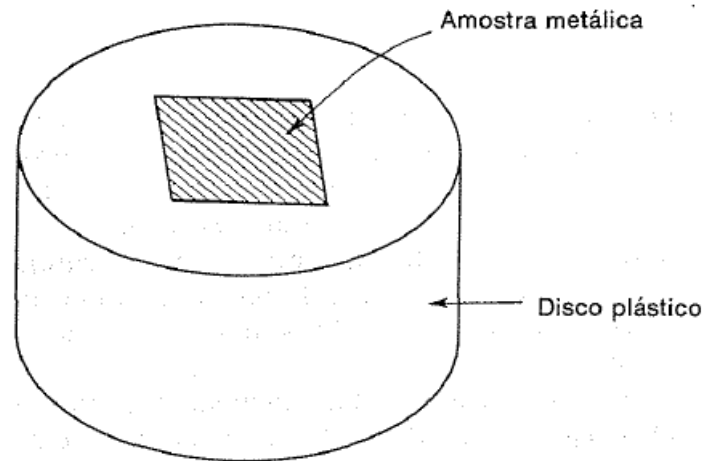


Figura 10: Ilustração de uma amostra metalográfica

Fonte: REED-HILL. Princípios de Metalurgia Física.

2.13.1.1 Corte da amostra

O primeiro passo é fazer o corte da amostra, que é realizado utilizando uma serra. O corte é feito a frio, de modo que não haja alterações na estrutura da amostra. Além disso, o corte também deve ser feito de maneira que a amostra não seja alterada pelo processo. A refrigeração é feita com água durante o processo de corte. (COLPAERT, 2008)

2.13.1.2 Embutimento metalográfico

Após o corte com serra, a amostra passa por um processo chamado embutimento metalúrgico. Pode ser feito a quente ou a frio. No processo a quente é utilizado pó de baquelite. No processo a frio, utiliza-se resina e catalisador. A amostra, então, é embutida numa resina ou num polímero de modo que o manuseio seja mais fácil nas etapas de análise e seja obtido um melhor resultado na preparação metalográfica. (COLPAERT, 2008)

2.13.1.3 Lixamento

Para o lixamento, utilizam-se discos rotativos motorizados. As lixas utilizadas são papéis de carbetto de silício (SiC). O resfriamento do processo é feito com água. A água também serve como lubrificante e para remover os resíduos gerados do lixamento. A sequência usual de lixas é 100 (ou 120 ou 180), 240, 320, 400, 600 e, por fim, 1200, mas isso depende do material analisado ou de condições que se deve evitar deformação excessiva. Quanto maior a numeração da lixa, menor é a rugosidade da mesma. (COLPAERT, 2008)

O processo experimental envolve trocar a direção de lixamento em 90° ao mudar de uma lixa para outra. Ao utilizar uma lixa, deve-se lixar até que os riscos da lixa anterior sejam eliminados. Ou seja, a cada passo o abrasivo utilizado busca eliminar a camada deformada criada pelo abrasivo anterior, substituindo a camada deformada removida por uma camada deformada com espessura menor. (REED-HILL, 1982)

2.13.1.4 Polimento

Assim como no lixamento, são utilizados discos giratórios. Entretanto, em vez da utilização de lixas abrasivas, são utilizados panos especiais colados a esses discos. Também é aplicado uma pequena quantidade de abrasivo no pano, os mais comuns são alumina, pasta de diamante e sílica coloidal. Durante a etapa de polimento, a amostra também é refrigerada. Para a refrigeração, utiliza-se álcool. O polimento deve ser feito até que não seja mais possível observar a existência de riscos na amostra durante a visualização no microscópio óptico. (COLPAERT, 2008)

2.13.1.5 Ataque químico

Nesta etapa, o material é imerso em um reagente durante um período de alguns segundos. Após a imersão, a microestrutura da amostra é revelada e facilita a observação no microscópio. O reagente utilizado depende de qual material está sendo utilizado. Após o ataque químico, a amostra é lavada com álcool, secada com algodão e submetida a um jato de ar quente. (COLPAERT, 2008)

2.13.2 Microscopia óptica

As bases do microscópio óptico podem ser traçadas desde os tempos da Antiguidade, quando povos antigos já utilizavam lupas e lentes primitivas. Já o primeiro equipamento que pode ser descrito como um “microscópio” foi criado na década de 1590 por dois fabricantes de lentes de óculos holandeses, Zacharias Jansen e Hans Jansen. O equipamento consistia em um tubo com diversas lentes e que aproximavam a imagem do objeto, mais do que uma lupa comum. As primeiras aplicações do microscópio óptico foram na área da biologia, sendo um equipamento muito importante para a observação e conhecimento de células e bactérias. Mais tarde passou a ser utilizado em outras áreas, como a ciência dos materiais. (KASVI, 2019)

O princípio de funcionamento do microscópio consiste em utilizar a luz visível para obter uma imagem ampliada do objeto em observação. Para isso, utiliza-se do fenômeno de refração da luz gerada a partir de uma série de lentes. No caso dos metais, a luz visível é, primeiramente, absorvida pelos elétrons do material e, em seguida, reemitida pelos átomos na superfície do material metálico. (FERNANDO PADILHA, 2021; MURPHY, 2001)

Um microscópio comum possui duas lentes: a lente objetiva e a lente ocular. A lente objetiva é uma lente convergente que coleta a luz difratada pela amostra e forma uma imagem maior do objeto observado, permitindo que sejam observados objetos que sejam invisíveis ou de difícil visualização a olho nu. A lente ocular também é uma lente convergente e seu objetivo é focar a luz gerada pelo iluminador em um ponto da amostra. (MURPHY, 2001; YOUNG; FREEDMAN, 2016)

3 Procedimento experimental

3.1 Laminação das amostras

O primeiro passo foi obter as amostras para a laminação. Como já explicitado anteriormente, o objetivo do trabalho é estudar a laminação do cobre e do alumínio. Por isso, as amostras iniciais foram pequenas placas desses dois materiais.

As placas de alumínio (liga 6009) e de cobre (liga C12200) foram cortadas em amostras menores e, em seguida, foram cortadas em tiras para que pudessem ser utilizadas no laminador. Essas amostras foram laminadas utilizando o laminador do Hall Tecnológico da Escola Politécnica.

A tabela abaixo mostra a composição química da liga de alumínio utilizada:

Tabela 5: Composição química da liga de alumínio 6009

Elemento químico	Mg	Si	Cu	Mn
% em massa	0,6	0,8	0,37	0,5

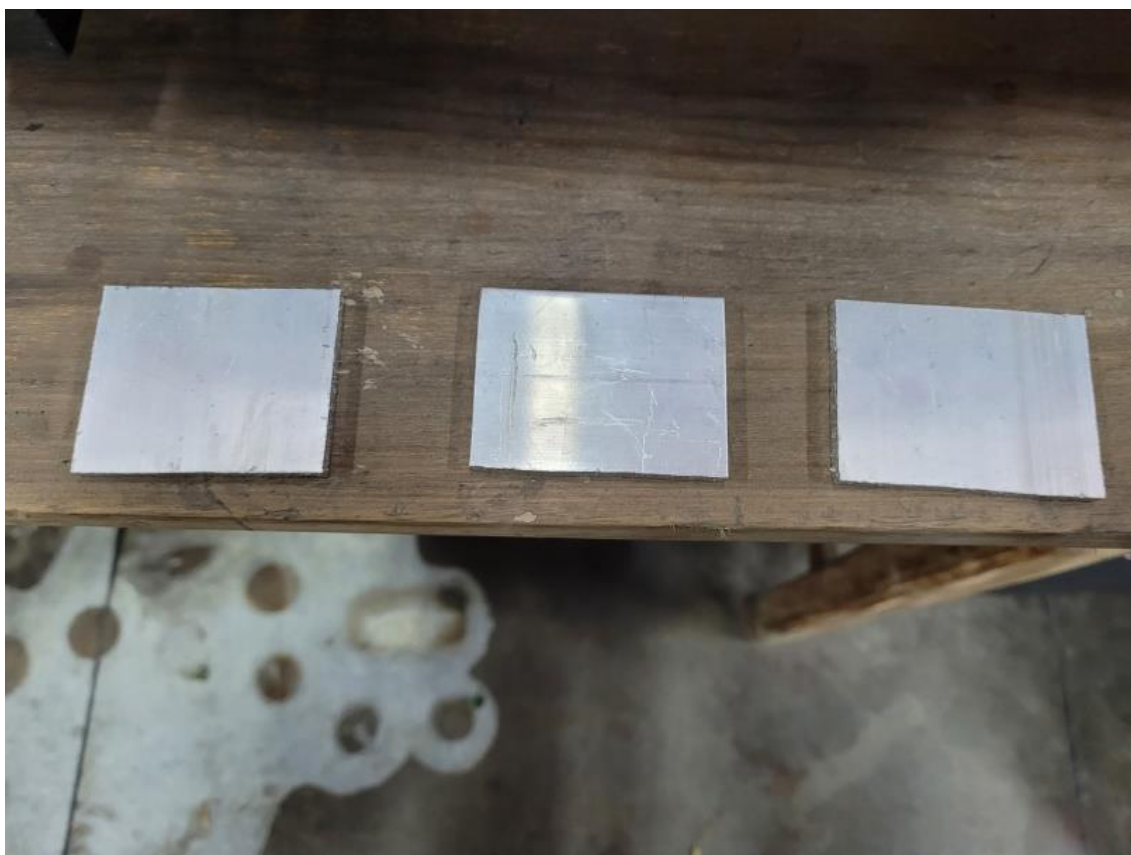


Figura 11: Placas de alumínio

A tabela abaixo mostra a composição química da liga de cobre utilizada:

Tabela 6: Composição química da liga de cobre C12200

Elemento químico	Cu	P
% em massa	99,9 (mínimo)	0,015 – 0,04



Figura 12: Placas de cobre

Com a ajuda de um paquímetro, mediu-se a largura e a espessura das amostras laminadas. A área lateral inicial (antes da laminação) e a área lateral final (após todos os passes da laminação) foram calculadas a partir do produto entre a espessura e largura, tanto no início do experimento quanto no final do experimento.

As figuras 12 e 13 mostram o laminador do Hall Tecnológico utilizado no procedimento experimental:



Figura 13: Laminador do laboratório



Figura 14: Laminador do laboratório

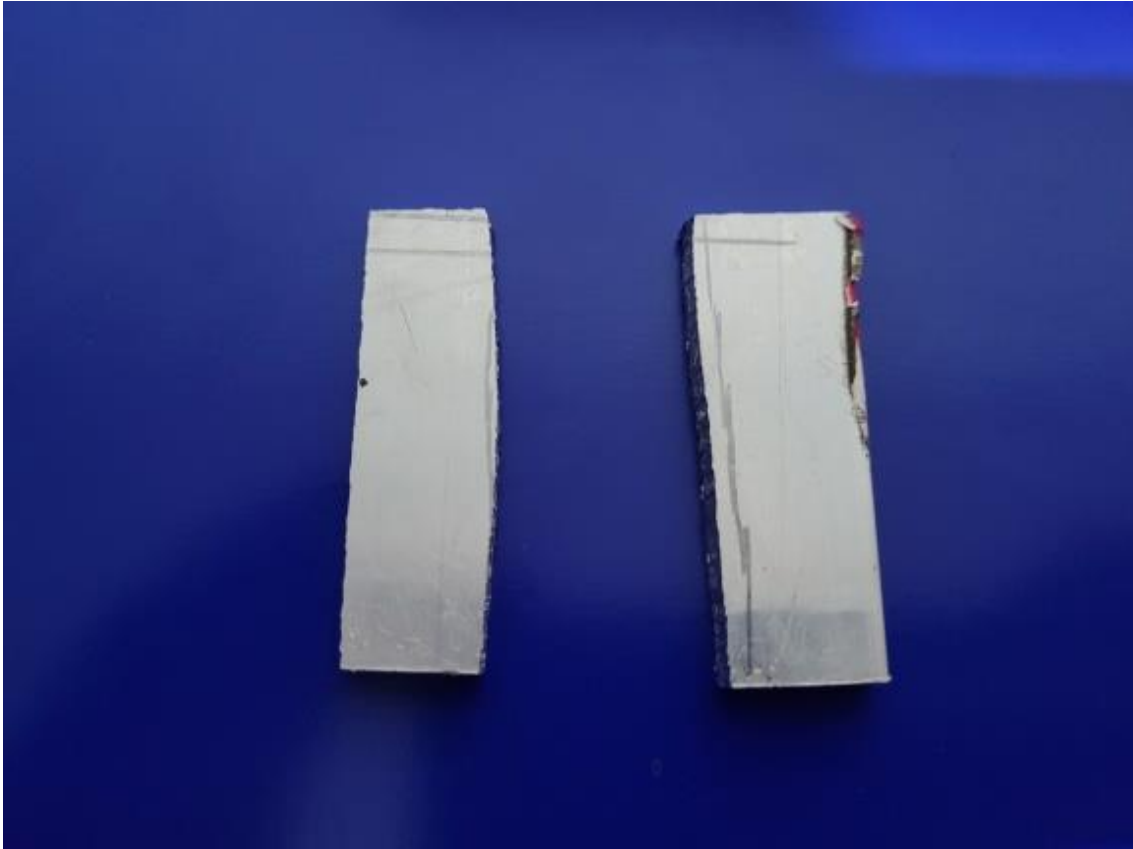


Figura 15: Tiras de alumínio após o corte da amostra

3.2 Recozimento

Após a laminação das amostras de cobre e alumínio, a peça laminada foi dividida em cinco partes. Quatro das amostras foram escolhidas para serem submetidas ao tratamento de recozimento tanto para o caso do alumínio quanto para o caso do cobre. O alumínio foi recozido a 300°C , enquanto que o cobre foi recozido a 615°C . Os tempos de recozimento foram de 15 minutos, 30 minutos, 1 hora e 2 horas, tanto para o alumínio quanto para o cobre. Uma das amostras não passou pelo processo de recozimento, de modo que se possa analisar a influência do recozimento na microestrutura e na recristalização dos materiais estudados. Para esse processo, utilizou-se os fornos do Hall Tecnológico da Escola Politécnica.



Figura 16: Forno utilizado para o recozimento das amostras



Figura 17: Amostras de alumínio recozidas



Figura 18: Amostras de cobre recozidas

3.3 Preparação metalográfica

Após a etapa de laminação e recozimento, o próximo passo foi a análise metalográfica das amostras. Os passos seguidos para a preparação metalográfica já foram discutidos anteriormente na revisão bibliográfica e foram seguidos no método experimental (corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico).

As amostras recozidas foram cortadas em um tamanho adequado para a realização do embutimento e para a posterior análise metalográfica. Durante o processo de corte, a amostra foi resfriada com água.

Após o corte da amostra, utilizou-se um embutidor metalúrgico e pó de baquelite. A amostra a ser analisada é colocada junto do pó de baquelite no embutidor metalúrgico onde é aquecida até a temperatura de 180°C e a pressão é mantida constante no intervalo de 1500 e 2000 psi. Após a finalização do embutimento, esperou-se a amostra ser resfriada com a ajuda de água.



Figura 19: Embutidor metalúrgico do Laboratório de Metalografia

O próximo passo foi realizar o lixamento das amostras embutidas. Como mencionado anteriormente, o processo envolve utilizar lixas de SiC com rugosidades cada vez menores a cada passo do processo. As lixas foram utilizadas sobre um disco giratório e o lixamento foi refrigerado com água durante todo o processo. Assim como sugerido na literatura, a cada lixa utilizada, mudou-se a direção de lixamento em 90° para que os riscos feitos pela lixa anterior fossem eliminados.

Terminada a etapa de lixamento, iniciou-se a etapa de polimento para eliminar os riscos da amostra. Utilizou-se pasta de diamante como abrasivo, álcool para refrigeração e um disco giratório onde foi colocado o pano de polimento. O processo de polimento com a pasta de diamante foi realizado utilizando-se, primeiramente, uma pasta de diamante 3 μm e depois uma pasta de diamante 1 μm .

Ao longo dos passos dos processos de lixamento e polimento, utilizou-se o microscópio óptico na modalidade de campo escuro para verificar se os riscos da amostra embutida estavam em uma direção e se o resultado estava satisfatório. Estando aceitável, após todas as etapas do lixamento (utilizando diferentes lixas) e do polimento (após utilizar as pastas de diamantes de 3 e 1 μm), atacou-se as amostras com reagentes químicos de modo a revelar a mi-

croestrutura e permitir uma melhor visualização no microscópio. As amostras de cobre foram atacadas com o reagente Nital 5% (reagente com 5% de ácido nítrico (HNO_3) e 95% de álcool etílico ($\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$)) durante um tempo entre 10 e 15 segundos até revelar a microestrutura. As amostras de alumínio foram atacadas inicialmente com uma solução de hidróxido de sódio (NaOH), aproximadamente 20 g de hidróxido, em água (entre 100 e 150 mL). Entretanto, esse ataque químico não demonstrou bons resultados em revelar a microestrutura do material. Utilizou-se então o reagente Kroll, que é uma mistura de 10 mL de ácido fluorídrico (HF), 5 mL de ácido nítrico (HNO_3) e 100 mL de água (H_2O), deixando a amostra imersa no reagente por aproximadamente 30 segundos. Esse reagente demonstrou melhores resultados e permitiu uma boa visualização no microscópio.

3.4 Observação no microscópio

Com as amostras atacadas pelos reagentes, foi possível observar a microestrutura das amostras estudadas no microscópio. Utilizando o software TSVIEW instalado no computador do laboratório foi possível observar e salvar as micrografias. Para tirar as fotos das microestruturas das amostras utilizou-se a modalidade de campo claro no microscópio óptico. É importante lembrar que o aumento total do microscópio é uma combinação do aumento da lente objetiva com o aumento da lente ocular.

3.5 Avaliação da microestrutura e do tamanho de grão

Para avaliar o tamanho de grão de cada uma das amostras, foram utilizados os métodos expostos na norma ASTM E112 e o software ImageJ. Os métodos utilizados foram o método do diâmetro equivalente e o método do intercepto médio.

O método do diâmetro equivalente consiste em utilizar uma área circular na imagem e contar a quantidade de grãos dentro da área selecionada. O recomendado pela norma é que haja pelo menos 50 grãos dentro da circunferência. Os grãos são divididos entre aqueles que estão totalmente dentro do círculo (N_d) e aqueles que são cortados pelo círculo (N_c). Após a contagem, obtêm-se os dois parâmetros para o cálculo de N_a que é necessário para conseguir o resultado do tamanho de grão médio, conforme as equações a seguir. (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2012)

$$N_a = \frac{\left(N_d + \frac{N_c}{2}\right)}{\text{Área}}$$

$$d_{eq} = \sqrt{\frac{1}{N_a}}$$

No método de intercepto linear, o procedimento consiste em traçar linhas paralelas com comprimento conhecido dentro de uma circunferência com o perímetro também conhecido. A partir disso, conta-se o número de interceptos da linha traçada. Existem algumas regras na contagem dos interceptos: para cada contorno de grão que é atravessado pela reta, o intercepto vale 1; para os pontos triplos (regiões onde se encontram 3 contornos de grão), o intercepto vale 1,5; se a linha tangenciar o contorno de grão, o intercepto vale 0,5; se a extremidade da reta penetrar o contorno de grão, o intercepto vale 0,5; se a reta terminar no meio do grão, atribui-se valor nulo. Por fim, utiliza-se a equação abaixo para calcular o tamanho de grão médio. (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2012)

$$L = \frac{C}{N}$$

Na própria norma há tabelas que relacionam o comprimento do intercepto médio com o diâmetro equivalente. Para obter os valores que serão mostrados no item de discussão de resultados, utiliza-se interpolação linear:

$$y = y_0 + (y_1 - y_0) \times \left(\frac{x - x_0}{x_1 - x_0}\right)$$

Onde y é o valor que desejamos obter (no caso, o valor do diâmetro equivalente), y_0 e y_1 são os valores (inferior e superior, respectivamente) da tabela para o diâmetro equivalente, x é a medida do comprimento do intercepto médio feita e, por fim, x_0 e x_1 são os valores do comprimento do intercepto médio na tabela (valor inferior e superior, respectivamente).

Para ambos os métodos, foram realizadas cinco medidas e feita uma média aritmética entre elas.

O desvio padrão definido pela norma ASTM E-112 é dado pela equação abaixo:

$$s = \sqrt{\left(\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n - 1}\right)}$$

Onde:

X_i = medida realizada

\bar{X} = média das medidas

n = número de medidas

s = desvio padrão

Ainda na norma da ASTM, sugere-se a equação abaixo para o cálculo do tamanho médio de grão com um intervalo de confiança de 95%:

$$95\% IC = \frac{t \times s}{\sqrt{n}}$$

O parâmetro t é um parâmetro que varia com n, ou seja, com o número de medidas realizadas. Na tabela abaixo, está apresentada os valores de t em função de n:

Tabela 7: Multiplicadores do intervalo de confiança

Número de medidas (n)	t	Número de medidas (n)	t
5	2,776	13	2,179
6	2,571	14	2,160
7	2,447	15	2,145
8	2,365	16	2,131
9	2,306	17	2,120
10	2,262	18	2,110
11	2,228	19	2,101
12	2,201	20	2,093

Fonte:ASTM E-112

Para o cálculo do valor médio do tamanho de grão das amostras estudadas neste trabalho, será utilizada a média entre os dois métodos.

O software ImageJ foi utilizado para facilitar a utilização dos dois métodos. O primeiro passo é abrir o software e definir as escalas. Para isso, deve-se utilizar micrografias com escalas, o que foi feito com a ajuda do software TView, já mencionado anteriormente, onde é possível editar as fotos tiradas pelo software e adicionar escala a partir da calibração, bastando saber apenas o aumento total que está sendo utilizado.

Abrindo o software e depois a imagem, utiliza-se a ferramenta para criar uma linha e é traçada uma linha em cima da escala da fotografia. Após isso, seleciona-se as opções *Analyze* e depois *Set Scale* na interface superior do software. O software abre, então, uma nova janela onde é possível associar o número de pixels com a unidade micron. Feito isso, é possível agora criar figuras geométricas e o software faz a relação automática entre pixels e micron. No método do diâmetro equivalente, é preciso criar uma circunferência. Isso pode ser feito selecionando a ferramenta que cria uma circunferência na interface superior. Clicando com o mouse direito e selecionando a opção *Measure*, é

possível ver o tamanho da circunferência (no caso, a área da circunferência). Após isso, basta utilizar a ferramenta *Multi-point Tool*, onde é possível colocar vários pontos na imagem e realizar a contagem, sendo que o software adiciona uma numeração acima de cada ponto adicionado na imagem, o que facilita a contagem dos pontos. Os processos estão ilustrados nas imagens a seguir.

Na imagem abaixo mostra a tela inicial do software e a opção de *Set Scale* que vai ser a responsável por fazer a relação entre pixel e micron:

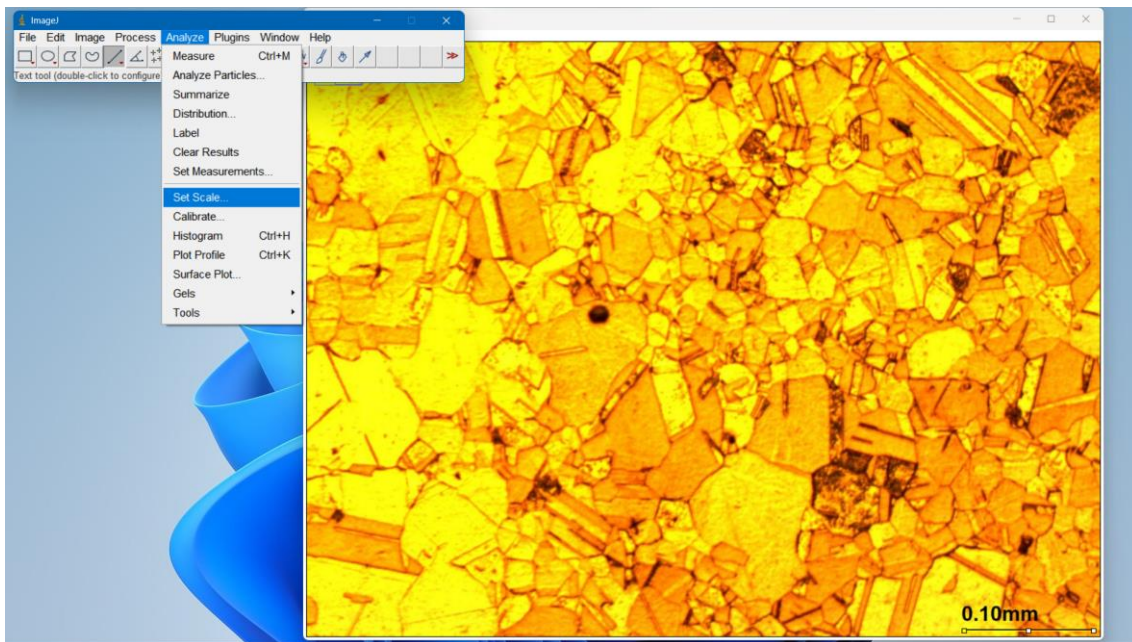


Figura 20: Utilização da ferramenta *Set Scale* do ImageJ

Na imagem 18, mostra a definição da escala, podendo definir a relação pixels/micron.

Na imagem 19, uma circunferência foi traçada e depois foi selecionada a opção *Measure* ao clicar com o botão direito do mouse dentro da área da circunferência. No mesmo menu existe a opção *Add to Overlay* que permite que a circunferência seja “desenhada” na imagem de forma permanente.

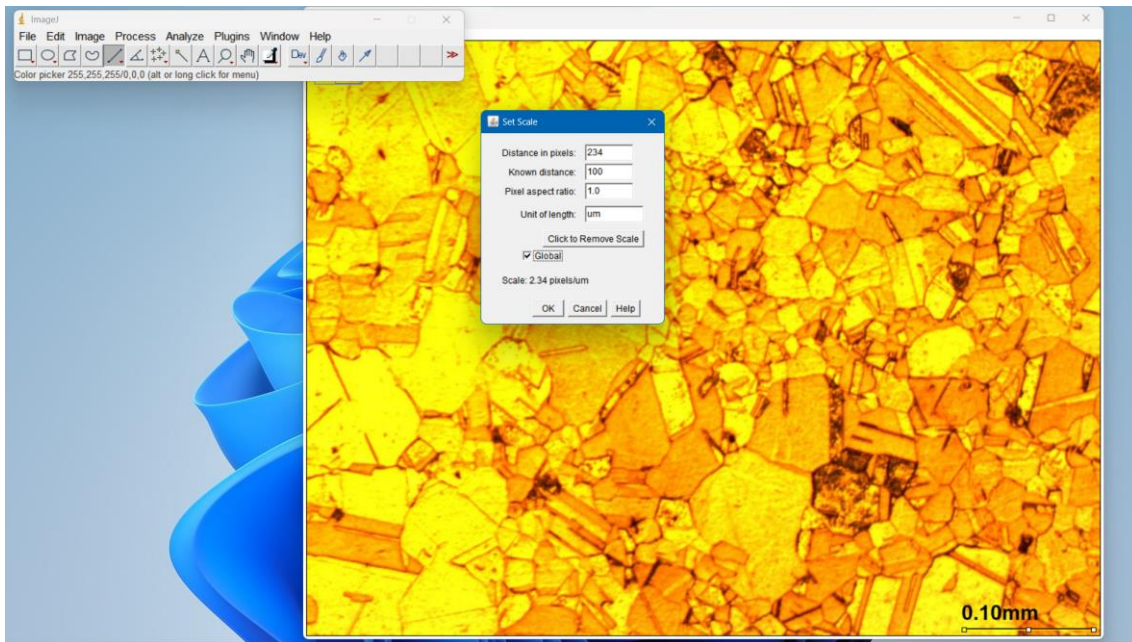


Figura 21: Definição da escala no software ImageJ



Figura 22: Utilização da ferramenta *Measure* no ImageJ

Na imagem 20, é mostrado o menu que é aberto ao selecionar a ferramenta *Measure*. Essa ferramenta pode ser utilizada não apenas para circunferências, mas para qualquer forma geométrica que for criada com algumas das ferramentas do software.

Na imagem 21, é mostrado onde fica a ferramenta *Multi-point Tool*.

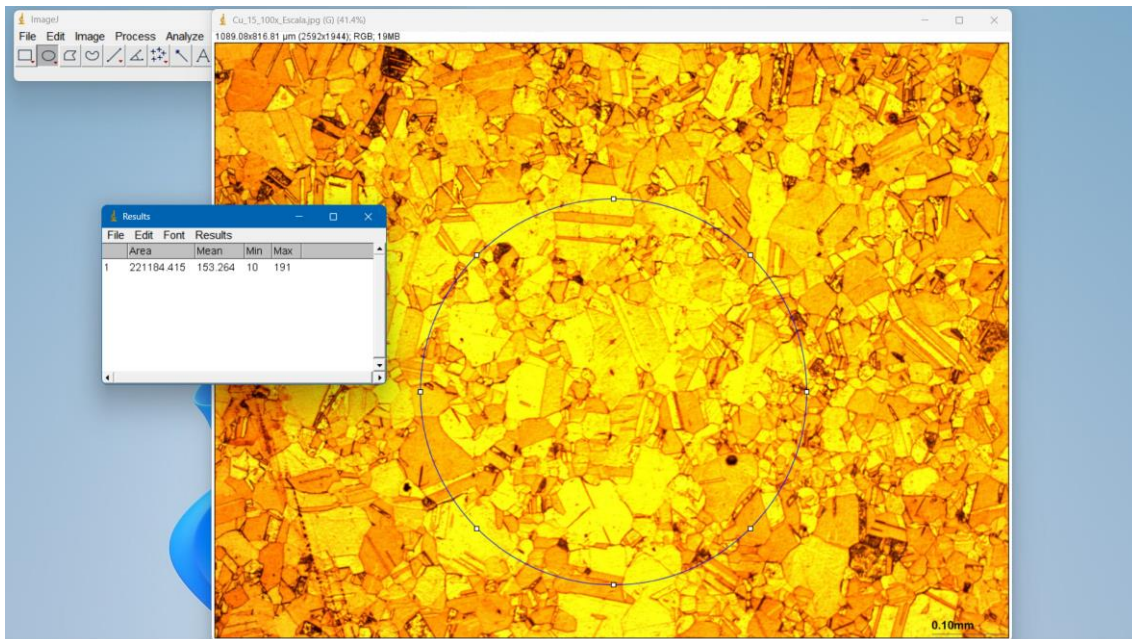


Figura 23: Dimensões das figuras criadas no ImageJ

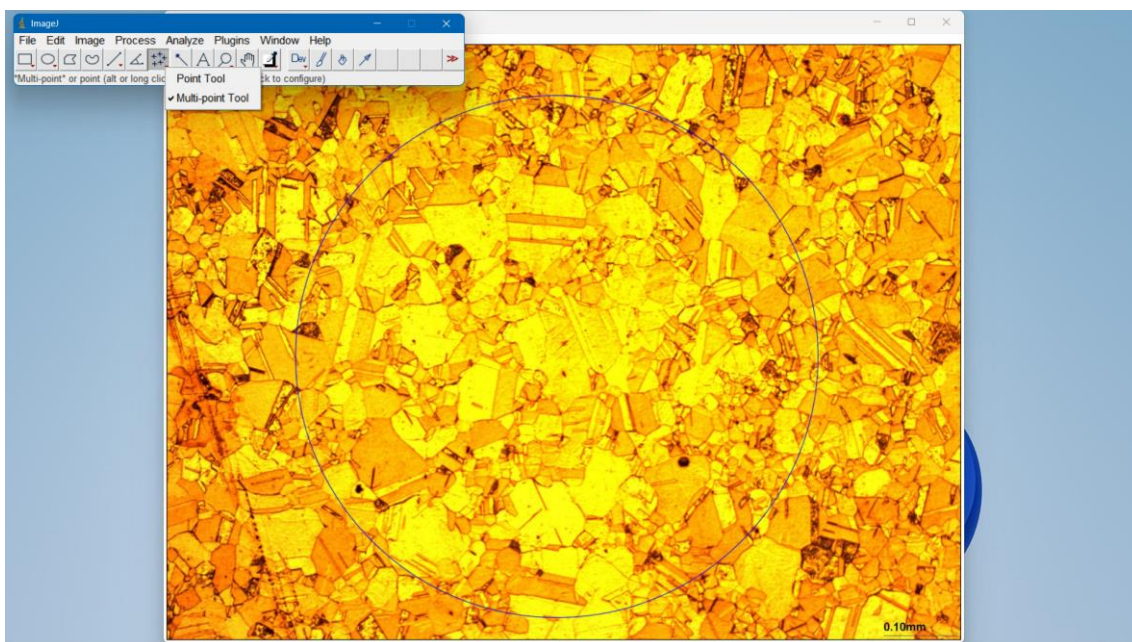


Figura 24: Utilização da ferramenta *Multi-point Tool*

No método do intercepto médio é preciso desenhar uma circunferência e traçar linhas paralelas dentro dela. Depois pode-se usar a ferramenta *Multi-point Tool* para contar os interceptos.

4 Resultados e discussão

Os dados de largura, espessura e área da amostra de cobre e da amostra de alumínio tanto no momento inicial (antes do começo da laminação) quanto no momento final (após todos os passes da laminação) podem ser observados na tabela abaixo:

Tabela 8: Dimensões das amostras antes e depois da laminação

Amostra	Cobre			Alumínio		
	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)	Espessura (mm)	Largura (mm)	Área (mm ²)
Inicial	2,95	23,55	69,47	5,35	15,00	80,25
Final	0,95	24,00	22,80	1,05	16,60	17,43

Em questão de redução de largura, não houve grandes diferenças de valores nas amostras, tanto do alumínio quanto do cobre, entre o momento inicial (antes de laminar) e o momento final (após a laminação).

Em questão de redução de espessura e área, o alumínio teve reduções maiores que o cobre em ambos. Isso pode ser explicado devido ao fato de que o alumínio é um material mais fácil de ser conformado, logo mais fácil de ser laminado também, do que o cobre, resultando em maiores reduções de área e espessura. A maior facilidade com que o alumínio é laminado também pode ser percebida durante o procedimento experimental, onde é possível realizar um maior número de passes e causar uma maior deformação para cada passe na amostra de alumínio.

É possível calcular a deformação sofrida pelo material em relação a sua área e também pela sua espessura. O cálculo da deformação pode ser feito através das equações abaixo:

$$\varepsilon_{\text{esp}} = \ln\left(\frac{e_i}{e_f}\right)$$

$$\varepsilon_{\text{área}} = \ln\left(\frac{A_i}{A_f}\right)$$

Utilizando essas equações e substituindo os valores obtidos experimentalmente (apresentados na tabela 4), chega-se aos valores de deformação que estão na tabela abaixo:

Tabela 9: Grau de deformação das amostras em função da área e da espessura

Deformação	Cobre	Alumínio
Área	1,11	1,53
Espessura	1,13	1,63

A partir dos dados da tabela, pode-se perceber que a deformação total da área da amostra de cobre foi igual a 1,11, a do alumínio foi igual a 1,53. Em relação a espessura, a deformação total do cobre foi igual a 1,13 e a do alumínio foi de 1,63. Como mencionado anteriormente, o alumínio é mais maleável e, portanto, mais fácil de ser laminado do que o cobre, o que permite um maior grau de deformação.

A laminação pode causar alguns defeitos na peça ao longo do processo. Como pode ser visto nas imagens abaixo, as amostras de alumínio e de cobre estão com um desvio lateral na superfície após a laminação, sendo mais proeminente no alumínio. Estas curvaturas da amostra apareceram após o material sofrer algumas reduções e é completamente normal considerando as condições em que o experimento foi feito. Esse defeito é chamado de empenamento.

O empenamento é um defeito de laminação, ocorrendo durante a laminação do material. Pode ser causado por diversos motivos, entre eles: assimetria na posição dos cilindros de laminação; diferença na velocidade de cada um dos cilindros de laminação; diferença da deformação plástica causada pelo cilindro superior e pelo cilindro inferior.



Figura 25: Amostra de alumínio após a laminação



Figura 26: Amostra de cobre após a laminação

Terminadas as etapas de recozimento, preparação metalográfica e observação no microscópio óptico, salvou-se as micrografias no computador para cada tempo de recozimento e para cada tipo de material (cobre e alumínio). Foram utilizados diferentes aumentos para o cobre e para o alumínio. As amostras de cobre tiveram uma melhor visualização de suas microestruturas tanto no microscópio quanto no software para salvar as imagens, com os contornos de grão podendo ser observados em aumentos menores. Por outro lado, as amostras de alumínio tiveram uma visualização mais complicada, sendo necessário a utilização de aumentos maiores e mesmo assim a visualização dos contornos de grão foi sutil.

A seguir, da figura 22 até a 26, estão apresentadas as micrografias de cobre. Em sequência, estão as amostras sem recozimento, com 15 minutos de recozimento, 30 minutos de recozimento, 1 hora de recozimento e 2 horas de recozimento. As fotos das amostras que sofreram recozimento possuem uma escala no lado inferior direito da imagem. A amostra sem recozimento teve a foto tirada com aumento de 200x, enquanto que as demais fotos estão com aumento de 100x.

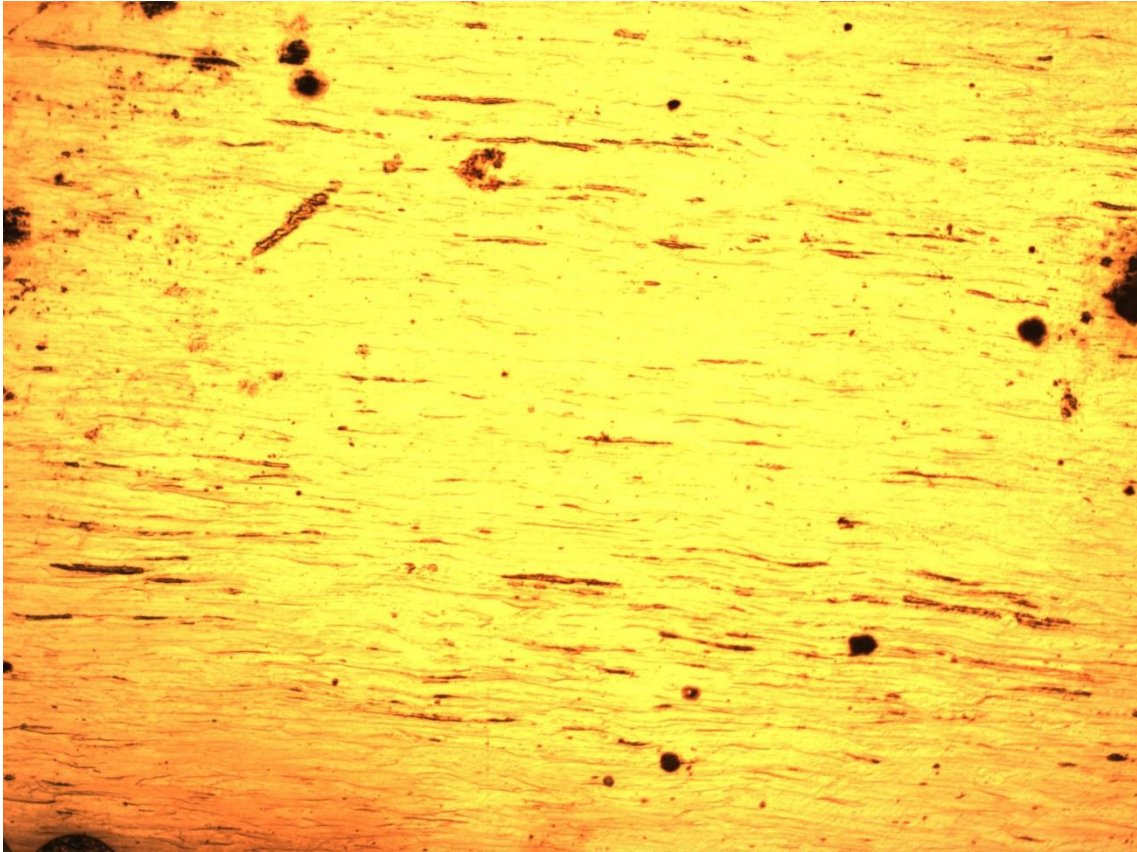


Figura 27: Amostra de cobre sem recozimento (aumento de 200x)



Figura 28: Amostra de cobre com 15 minutos de recozimento (aumento de 100x)

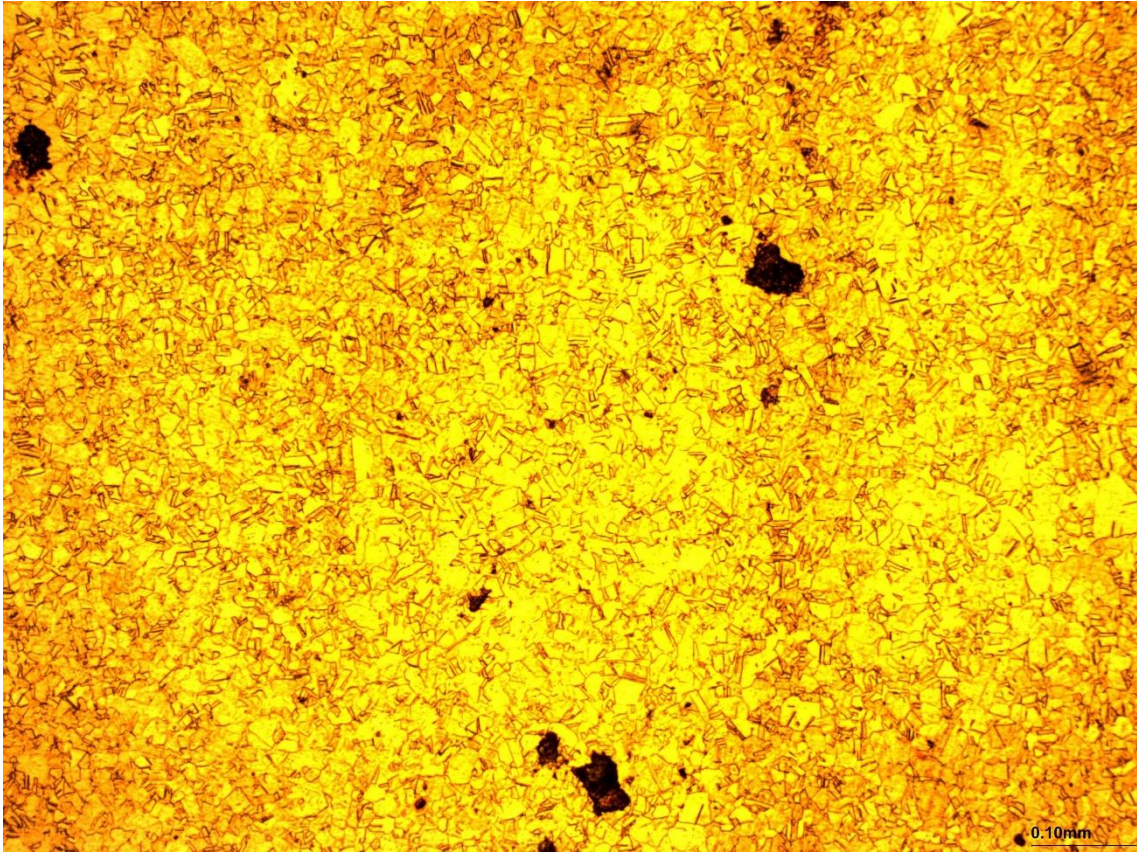


Figura 29: Amostra de cobre com 30 minutos de recozimento (aumento de 100x)



Figura 30: Amostra de cobre com 1 hora de recozimento (aumento de 100x)

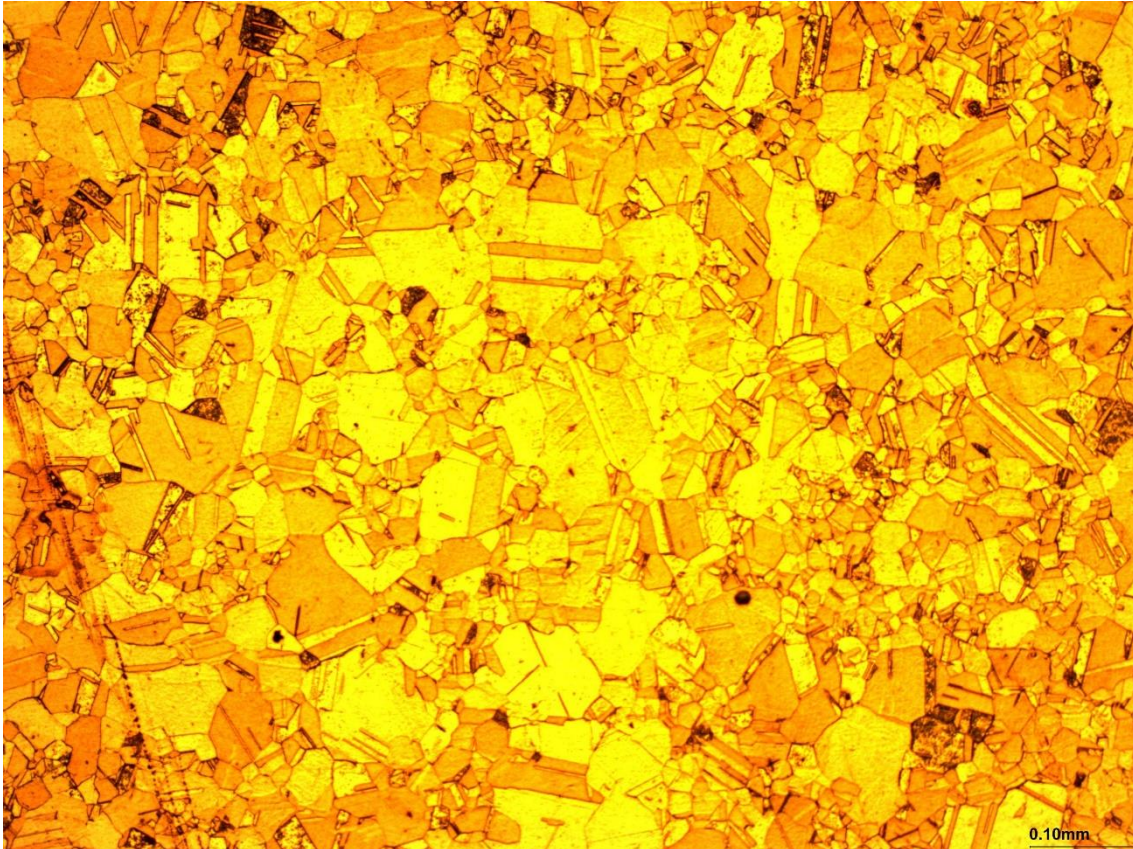


Figura 31: Amostra de cobre com 2 horas de recozimento (aumento de 100x)

Como mencionado anteriormente, as amostras de cobre tiveram fácil visualização de seus grãos e contornos de grãos. É possível perceber, assim como já era esperado inicialmente e visto na literatura, que os grãos aumentam de tamanho conforme o tempo de recozimento aumenta. Isso se deve ao fato de quanto mais tempo a amostra for exposta ao tratamento térmico, mais tempo existe para a nucleação e, posteriormente, para o crescimento de grão ocorrerem. Isso gera uma tendência de os grãos menores desaparecerem e os grãos maiores passarem a crescer mais enquanto passam a incorporar os grãos menores vizinhos. Também pode ser visto que a microestrutura foi bastante modificada, o que é uma característica da recristalização. Outro fato a ser mencionado é a presença de maclas na microestrutura, principalmente nas amostras com maior tempo de recozimento.

Posteriormente será avaliado, conforme a norma, o tamanho de grão das amostras em cada tempo de recozimento.

Entre as figuras 27 e 31, estão apresentadas as micrografias das amostras de alumínio. A sequência das imagens é a mesma seguida do caso das amostras de cobre. Todas as imagens possuem aumento de 200x.



Figura 32: Amostra de alumínio sem recozimento (200x de aumento)

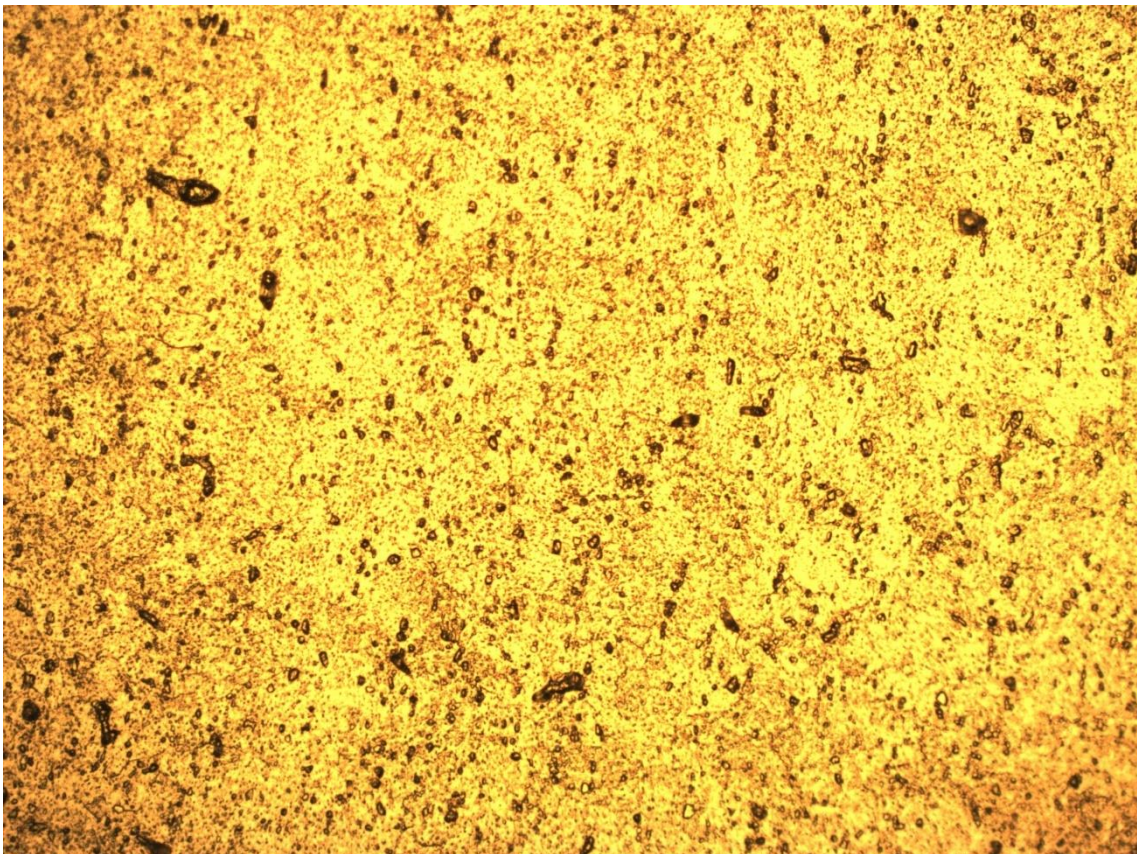


Figura 33: Amostra de alumínio com 15 minutos de recozimento (aumento de 200x)

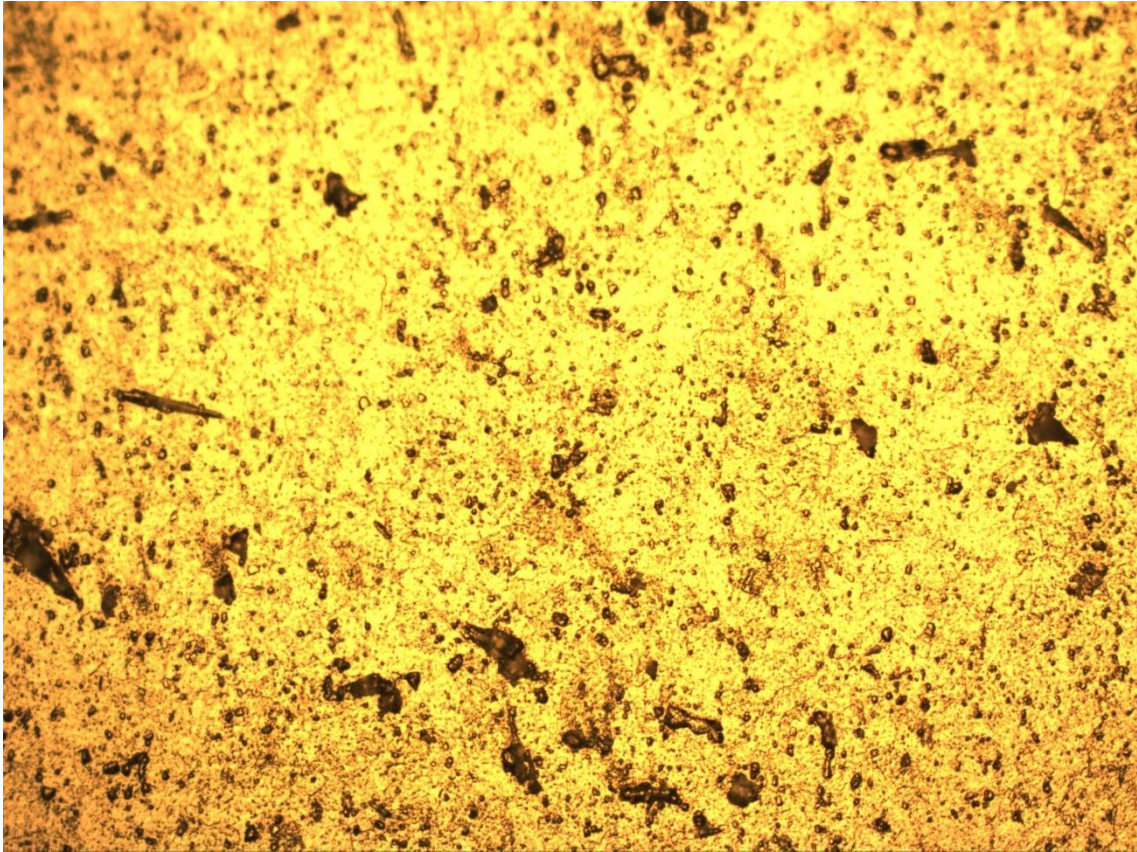


Figura 34: Amostra de alumínio com 30 minutos de recozimento (aumento de 200x)

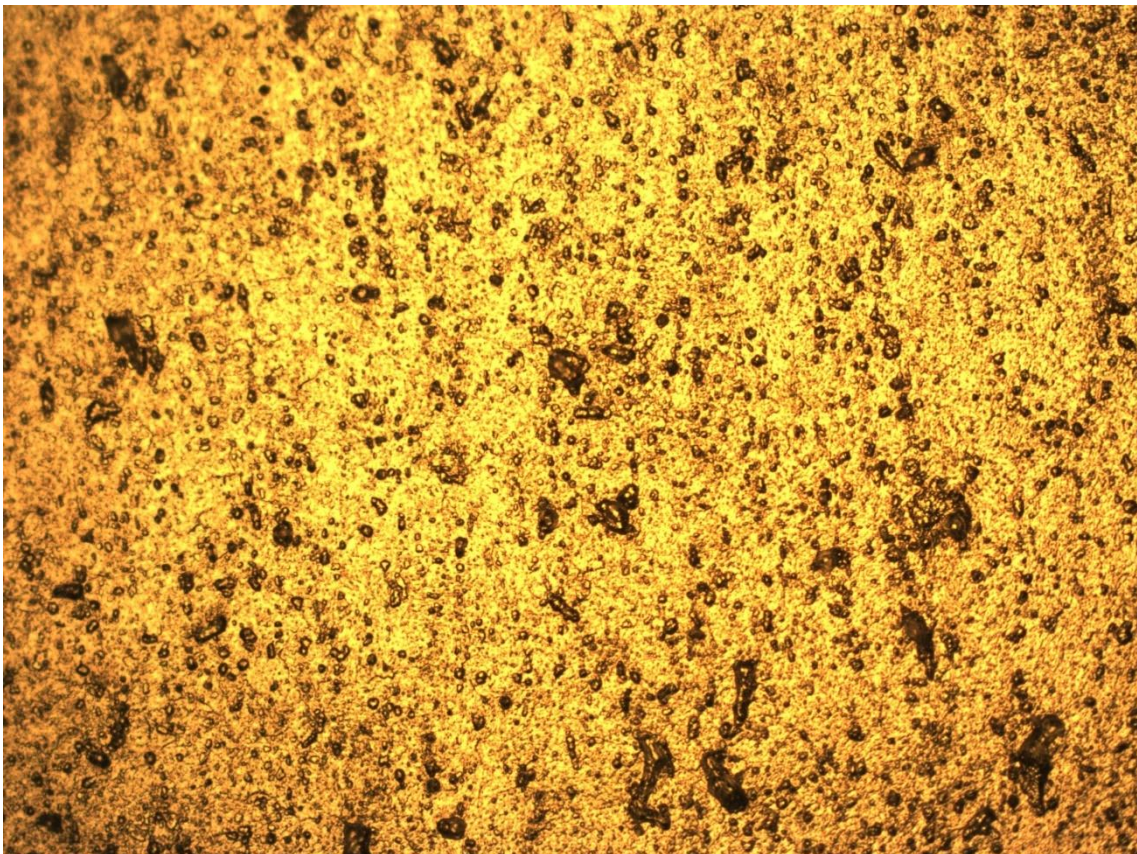


Figura 35: Amostra de alumínio com 1 hora de recozimento (aumento de 200x)

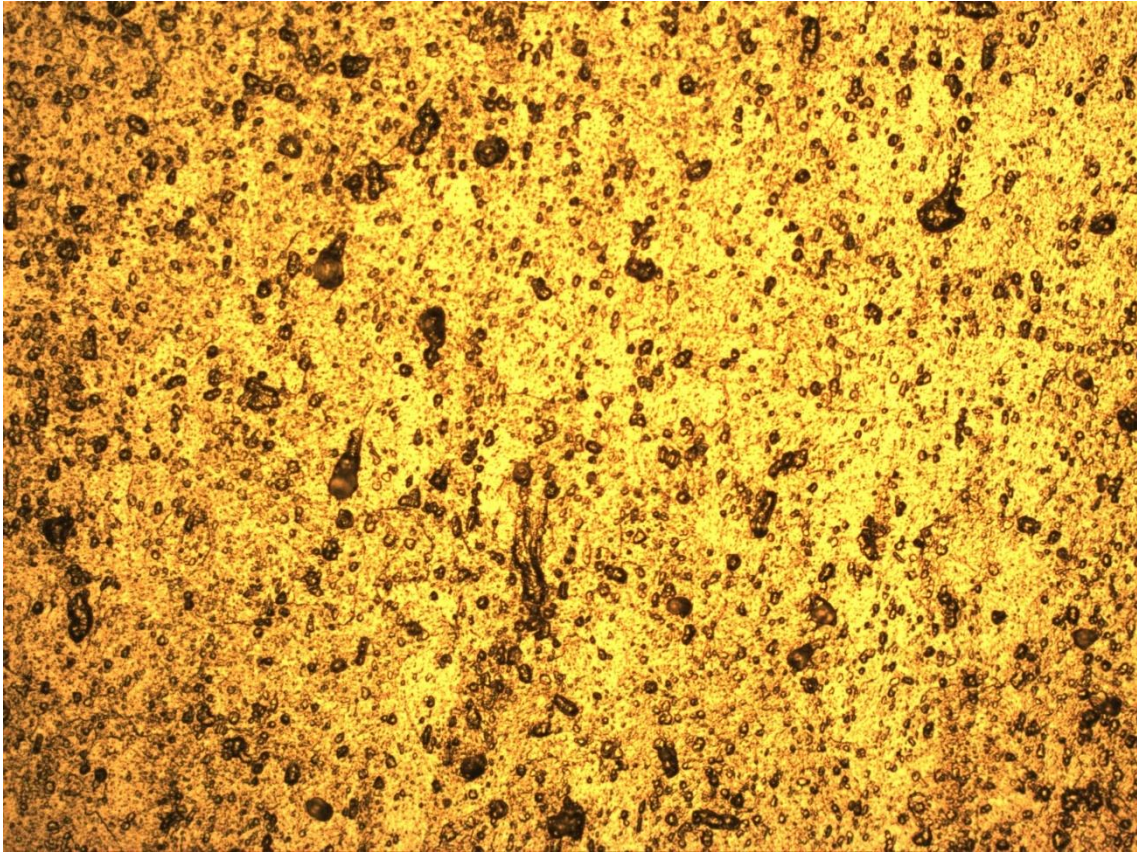


Figura 36: Amostra de alumínio com 2 horas de recozimento (aumento de 200x)

Ao contrário das micrografias do cobre, nas micrografias do alumínio é mais difícil observar os grãos e os contornos de grão, mesmo com aumentos maiores. Além disso, a presença de partículas na microestrutura do alumínio é mais comum quando comparada com as amostras de cobre, o que pode dificultar a determinação do tamanho de grão.

Apesar da difícil observação, pode-se ver que a microestrutura do alumínio é bastante diferente da microestrutura do cobre. Pode-se observar pequenos grãos ao longo da amostra e que o tamanho deles não se alterou de forma evidente com o tempo de recozimento como no caso do cobre.

As amostras que não passaram pelo tratamento de recozimento, tanto a amostra de cobre quanto a amostra de alumínio, possuem grãos alongados e que estão direcionados na direção de laminação. Esse é o tipo de microestrutura que se espera de um material encruado, ou seja, que foi deformado a frio.

Para se referir às amostras nos resultados a seguir, nomeou-se cada uma delas com uma sigla. As amostras de cobre recebem a sigla Cu e as amostras de alumínio recebem a sigla de Al. Cada sigla é acompanhada de um número que se refere ao tempo de recozimento. Neste caso, as amostras de cobre sem recozimento, com 15 minutos de recozimento, com 30 minutos de

recozimento, com 1 hora de recozimento e com 2 horas de recozimento são, respectivamente, Cu-0, Cu-15, Cu-30, Cu-60 e Cu-120. De forma análoga, as amostras de alumínio serão nomeadas como Al-0, Al-15, Al-30, Al-60 e Al-120.

Utilizando os métodos da norma ASTM E112 mencionados anteriormente (método do diâmetro equivalente e método do intercepto médio) foram calculados os tamanhos médios de grão para cada amostra.

Os resultados do tamanho médio de grão das amostras de cobre estão apresentados na tabela abaixo:

Tabela 10: Tamanho de grão das amostras de cobre

Método do diâmetro equivalente				
Amostras	Cu-15	Cu-30	Cu-60	Cu-120
TG (μm)	$7,8 \pm 2,2$	$9,6 \pm 0,9$	$18,1 \pm 1,1$	$20,0 \pm 2,3$
Método do intercepto médio				
Amostras	Cu-15	Cu-30	Cu-60	Cu-120
TG (μm)	$8,1 \pm 1,5$	$9,8 \pm 2,3$	$13,7 \pm 2,8$	$17,9 \pm 3,3$

Fazendo a média dos dois métodos, o tamanho de grão para as amostras Cu-15, Cu-30, Cu-60 e Cu-120 é, respectivamente, igual a $7,9 \mu\text{m}$, $9,7 \mu\text{m}$, $15,9 \mu\text{m}$ e $18,9 \mu\text{m}$. Os resultados dos métodos de avaliação do tamanho médio de grão concordaram com o que já era esperado, que o tamanho de grão aumenta com o aumento do tempo de recozimento. Quanto mais tempo o metal é aquecido, maior é o tempo pelo qual o material passa pelo processo de recristalização e de crescimento de grãos.

Em relação ao alumínio, foi complicado realizar os métodos de avaliação do tamanho de grão. Foram dois problemas que atrapalharam: a presença de diversas partículas, o que dificultou a visualização; o aparecimento sutil dos contornos de grão, o que também dificultou a visualização.

De início, tentou-se aplicar o método do intercepto médio. O método do diâmetro equivalente seria complicado de ser realizado devido a difícil visualização dos contornos de grão. O método de intercepto médio foi tentado, mas achou-se melhor não apresentar os resultados de tamanho médio de grão das amostras do alumínio para que não fossem apresentados resultados errôneos devido a aplicação razoavelmente decente do método.

Visualmente, o que se observa é que não houve grande variação no tamanho de grãos, o que sugere que o processo de recuperação normalmente é mais rápido que a recristalização, sendo realizado em menor tempo e pouco se alterando com o aumento do tempo de recozimento. Além disso, devido a menor energia de ativação quando comparado com a recristalização, menos tempo é necessário para o processo estar completo.

Um fato a ser observado, é que o tamanho de grão das amostras de alumínio teve uma variação menor com o tempo de recozimento quando comparado com a variação de tamanho de grão das amostras de cobre. Todos esses resultados são condizentes com que a literatura diz sobre os processos de recristalização e recuperação. Vale lembrar que isso foi verificado apenas visualmente.

A amostra de cobre com 15 minutos de recozimento, em média, tem grãos aproximadamente 2,4 vezes menores do que a amostra com 120 minutos de recozimento. A variação do tamanho médio de grão pode ser melhor observada no gráfico abaixo:

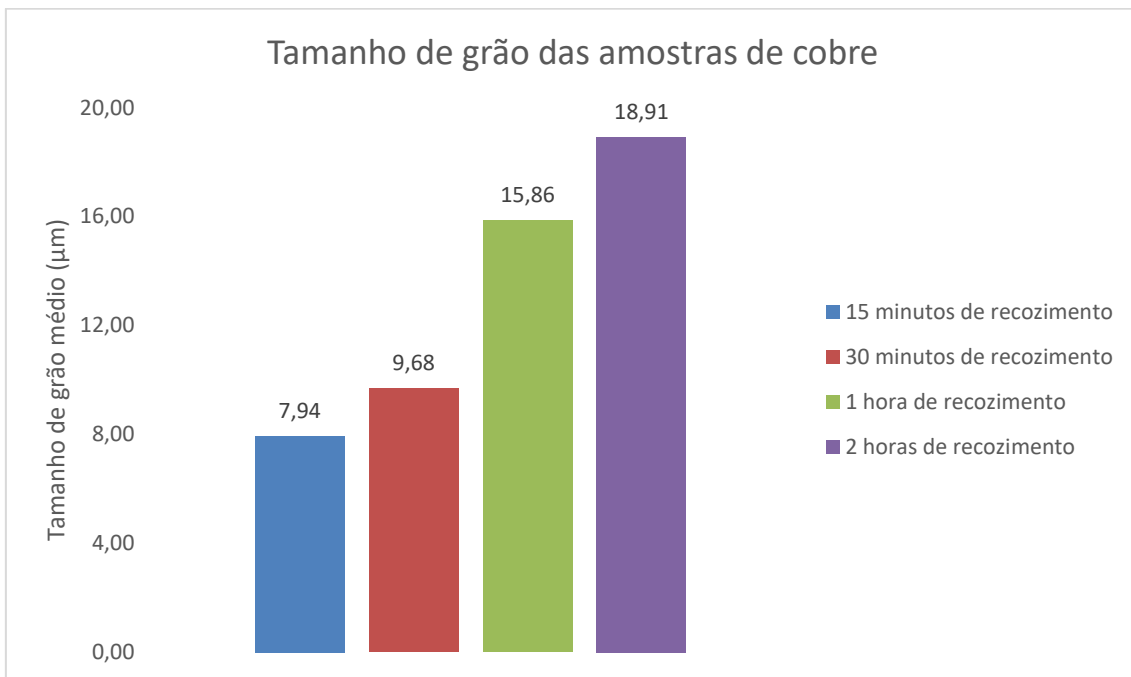


Figura 37: Variação do tamanho de grão das amostras de cobre com o tempo de recozimento

5 Conclusões

Na etapa inicial onde as amostras foram laminadas, foi possível observar um maior grau de deformação em questão de espessura e em questão de área na amostra de alumínio do que na amostra de cobre. Isso pode ser explicado pela justificativa mencionada anteriormente de que o alumínio é um material mais maleável que o cobre e, portanto, mais fácil de ser conformado. Logo, o alumínio pode alcançar maiores graus de deformação.

Nas amostras recozidas, pôde-se observar que as amostras de cobre possuíram uma visualização melhor do que as amostras de alumínio. Foi possível visualizar os grãos e os contornos de grão nas amostras de cobre de forma fácil. Nas amostras de alumínio, a visualização dos contornos de grão foi sutil até mesmo para aumentos maiores do microscópio óptico. Outro problema foi a presença de partículas na microestrutura do alumínio que dificultou tanto a visualização dos contornos de grão quanto da determinação do tamanho médio de grão. A quantidade de partículas presentes nas amostras de alumínio aumentou com o aumento do tempo de recozimento. Existem algumas técnicas para melhorar a visualização da microestrutura, mas devido ao tempo escasso, isso não foi realizado.

As amostras de cobre com 15 minutos de recozimento, 30 minutos de recozimento, 1 hora de recozimento e 2 horas de recozimento tiveram tamanho de grão médio de, respectivamente, 7,9 μm , 9,7 μm , 15,9 μm e 18,9 μm . Os resultados foram como o esperado: o tamanho de grão aumentou com o tempo de recozimento. Quanto mais tempo o material passa pelo recozimento, mais energia é fornecida e com isso os grãos ficam maiores. Assim como visto na introdução teórica e na discussão dos resultados, os grãos maiores cresceram às custas dos grãos menores.

As amostras de alumínio não tiveram o tamanho médio de grão determinado por causa da dificuldade em identificar os contornos de grão e aplicar o método do diâmetro equivalente e o método do intercepto médio.

Como visto na literatura, materiais que tendem a sofrer recuperação não alteram a microestrutura do material formada durante o trabalho a frio onde o material foi deformado. A imagem final é uma estrutura de subgrãos com pouca diferença de orientação cristalográfica entre eles. Isso foi observado nas amostras de alumínio pelo exame visual das micrografias, onde o resultado mostrou que o tamanho de grão médio foi bastante pequeno e pouco se alterou com o aumento do tempo de recozimento. Entretanto, isso não pode ser afirmado categoricamente. A utilização de microscopia eletrônica de varredura (MEV) ou microscopia eletrônica de transmissão (MET) ajudaria a chegar em uma conclusão melhor.

Já em relação ao cobre, sua microestrutura observada após os trabalhos experimentais também foi esperada e condizente com a literatura. A microestrutura obtida mostra uma estrutura formada por diversos grãos. Os resultados de tamanho médio de grão que sugerem que houve uma variação maior nas amostras de cobre do que a variação encontrada no alumínio pode ser explicada pelo fato de que a recristalização depende de tempo e energia de ativação maiores do que a recuperação para ocorrer.

6 Referências

- [1] ADROIT MARKET RESEARCH. **Top Trends of the Global Copper Industry, 2015-2025**. Disponível em: <<https://www.adroitmarketresearch.com/press-release/copper-market>>. Acesso em: 23 jun. 2022.
- [2] ALANEME, K. K.; OKOTETE, E. A. Recrystallization mechanisms and microstructure development in emerging metallic materials: A review. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, v. 4, n. 1, p. 19–33, 1 mar. 2019.
- [3] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Designation: E112 – 12 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size 1.** , 2012. Disponível em: <www.astm.org>
- [4] BHADESHIA, H. K. D. H. **Recovery, Recrystallisation & Grain Growth**. Disponível em: <<https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/abstracts/L6-8.pdf>>. Acesso em: 25 jun. 2022.
- [5] BRESCIANI FILHO, E. et al. **Conformação Plástica dos Metais**. 6ª ed. São Paulo: EPUSP, 2011.
- [6] CIMM. **Definição - O Que é Recozimento**. Disponível em: <<https://www.cimm.com.br/portal/verbetes/exibir/521-recozimento>>. Acesso em: 12 dez. 2022a.
- [7] CIMM. **Processos de Recuperação de Recristalização**. Disponível em: <https://www.cimm.com.br/portal/material_didatico/6473-processos-de-recuperacao-e-recristalizacao>. Acesso em: 10 dez. 2022b.
- [8] COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4ª ed. São Paulo: Blucher, 2008.
- [9] CORROSIONPEDIA. **Dislocation**. Disponível em: <<https://www.corrosionpedia.com/definition/402/dislocation#:~:text=In materials science%2C dislocations are,when a stress is applied.>>. Acesso em: 25 jun. 2022.
- [10] DAVIS, J. R. **Corrosion of Aluminum and Aluminum Alloys**. [s.l.] ASM International, 1999.
- [11] DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. 2ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S. A., 1981.
- [12] DOHERTY, R. D. et al. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science and Engineering: A**, v. 238, n. 2, p. 219–274, 15 nov. 1997.

- [13] ENCYCLOPEDIA BRITANNICA. **Copper**. Disponível em: <<https://www.britannica.com/science/copper>>. Acesso em: 22 jun. 2022a.
- [14] ENCYCLOPEDIA BRITANNICA. **Aluminum**. Disponível em: <<https://www.britannica.com/science/aluminum>>. Acesso em: 25 jun. 2022b.
- [15] FERNANDO PADILHA, A. **Microscopia óptica de luz polarizada para iniciantes**. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <<https://www.researchgate.net/publication/355047527>>.
- [16] HELMAN, H.; CETLIN, P. R. **Fundamentos da Conformação Mecânica dos Metais.pdf**. 2ª ed. São Paulo: Artliber Editora, 2015.
- [17] HUANG, K.; LOGÉ, R. E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. **Materials & Design**, v. 111, p. 548–574, 5 dez. 2016.
- [18] IDC ONLINE. **Deformation of Metals**. Disponível em: <http://www.idc-online.com/technical_references/pdfs/mechanical_engineering/Deformation_of_Metals.pdf>.
- [19] INVESTING NEWS. **Top Copper Production by Country**. Disponível em: <<https://investingnews.com/daily/resource-investing/base-metals-investing/copper-investing/copper-production-country/>>. Acesso em: 23 jun. 2022.
- [20] INVESTING NEWS. **Top 10 Aluminium-producing Countries (Updated 2022)**. Disponível em: <<https://investingnews.com/daily/resource-investing/industrial-metals-investing/aluminum-investing/aluminum-producing-countries/>>. Acesso em: 24 jun. 2022.
- [21] KASSNER, M. E. Recrystallization. **Fundamentals of Creep in Metals and Alloys**, p. 153–160, 1 jan. 2008.
- [22] KASVI. **Microscopia: A história e evolução dos microscópios**. Disponível em: <<https://kasvi.com.br/microscopio-microscopia-historia-evolucao/>>. Acesso em: 9 nov. 2022.
- [23] MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Princípios de Metalurgia Mecânica**. São Paulo: Edgard Blücher Ltda., 1982.
- [24] MMR. **Copper Market - Global Industry Analysis and Forecast (2022-2027) by Application and Region**. Disponível em: <<https://www.maximizemarketresearch.com/market-report/global-copper-market/29798/>>. Acesso em: 23 jun. 2022.
- [25] MURPHY, D. B. **Fundamentals of Light Microscopy and Electronic Imaging**. Nova York: Wiley-Liss, 2001.

- [26] NATIONAL MINERALS INFORMATION CENTER. **Aluminum Statistics and Information**. Disponível em: <<https://www.usgs.gov/centers/national-minerals-information-center/aluminum-statistics-and-information>>. Acesso em: 25 jun. 2022.
- [27] NEWMAN, R. E. **Properties of materials**. Oxford: Oxford University Press, 2018.
- [28] PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia**. Curitiba: Hemus, 2000.
- [29] PADILHA A.F.; SICILIANO JR. F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 3ª ed. São Paulo: ABM, 2005.
- [30] RAMERIA.COM. **Copper History**. Disponível em: <<https://web.archive.org/web/20080917214726/http://www.rameria.com/inglese/history.html>>. Acesso em: 23 jun. 2022.
- [31] REED-HILL, R. E. Princípios de metalurgia física. p. 776, 1982.
- [32] RIOS, P. R. et al. Nucleation and Growth During Recrystallization. **Materials Research**, v. 8, n. 3, p. 225–238, 2005.
- [33] CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia dos Materiais - Uma Introdução**. 5ª Ed. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002.
- [34] YOUNG, H. D.; FREEDMAN, R. A. **Física IV: Sears & Zemansky: Ótica e Física Moderna**. 14ª ed. São Paulo: Pearson, 2016.