

CENTRO UNIVERSITÁRIO FEI
EDUARDO CHRISTO SALTORATTO

Determinação de micro e mesotextura e de tamanho de grão
recristalizado por análise de EBSD

São Bernardo do Campo
2016

EDUARDO CHRISTO SALTORATTO

Determinação de micro e mesotextura e de tamanho de grão
recristalizado por análise de EBSD

Projeto de Iniciação Científica submetido ao Centro Universitário FEI, como parte dos requisitos necessários para obtenção de bolsa de iniciação científica e condução do projeto. Orientado pelo professor Júlio César Dutra.

Coordenador do projeto: Prof. Dr. Júlio César Dutra

Centro: Departamento de Materiais

Equipe Executora: Eduardo Christo Saltoratto

M. Eng. Victor Caso Moreira (Escola Politécnica da USP)

Júlio César Dutra

Prof. Dr. André Paulo Tschiptschin (Escola Politécnica da USP)

Financiador do projeto: Centro Universitário da FEI

Data de início: 15 de maio de 2016

Data de provável conclusão: 15 de maio de 2017

São Bernardo do Campo
2016

RESUMO

A liga Cu-30%Zn, conhecida como latão 70/30, possui diversas aplicações comerciais, tais como cartuchos para munição e conectores elétricos. Na produção de chapas e barras dessa liga no formato e nas propriedades almejadas para a aplicação final, comumente utiliza-se de tratamento térmico para restauração das propriedades mecânicas, chamados de recozimento. Em particular, o efeito de solutos em solução sólida é um fator determinante para o comportamento de ligas metálicas durante o recozimento e deve ganhar importância com a tendência industrial de utilização de matéria-prima reciclada, gerando adições inadvertidas de elementos químicos que estarão presentes como solutos em solução sólida. Este projeto pretende levantar dados referentes a alterações no comportamento do latão 70/30 diante do tratamento de recozimento causados por teores residuais de ferro. O projeto se insere em um contexto de exploração de resultados obtidos em dissertação de mestrado da Escola Politécnica da USP. Nesta dissertação, propôs-se a metodologia de tratamentos interrompidos em dilatômetro para o estudo do recozimento de três materiais: CuZn-1Fe (0,0126%Fe), CuZn-4Fe (0,0417%Fe) e CuZn-6Fe (0,0599%Fe). Duas taxas de aquecimento foram utilizadas: 10°C/min e 1000°C/min. Observou-se que o teor residual de ferro não causa alterações neste comportamento. A análise das amostras recozidas isotermicamente a 500°C e a 600°C mostram uma tendência à formação de uma microestrutura heterogênea, possivelmente pela evolução da microestrutura de recristalização, que dá origem a grãos grosseiros em sua etapa final. A amostra com 599 ppm de Fe não apresentou evolução do tamanho de grão a 500°C. Resultados de MET não mostraram a formação de partículas dispersas, enquanto análises dilatometria apontaram a formação de um pico exotérmico inesperado durante a recristalização, possivelmente devido à formação de tamanho de grão recristalizado nanométrico. Neste projeto, pretende-se realizar análises por EBSD para determinação de tamanho de grão recristalizado, e medições de micro e mesotextura durante os processos de recristalização e crescimento de grão, permitindo a verificação das hipóteses levantadas naquele trabalho.

Palavras-chave: Latão, Recristalização, Ferro, EBSD

ABSTRACT

Cu-30%Zn alloy, known as 70/30 brass, has many commercial applications like ammunition cartridge and electronic connectors. To properly produce strips and bars of this material, it is necessary to anneal them, which recovers their mechanical properties. The effect of solute atoms plays an important role to determine the material behaviour during annealing. This issue is even more important for industrial applications due to an increasing recycling of waste products. These wastes often contaminate molten metal with foreign elements which may be in solid solution after solidification. This project aims to assess changes on the behaviour of 70/30 brass during annealing due to iron atoms in residual content. The project is linked to a Master degree monography from Escola Politécnica da USP. In this monography, it was proposed a methodology which takes advantages of interrupted annealing in dilatometry and isothermal annealing for three different iron residual contents: CuZn-1Fe (0.0126%Fe), CuZn-4Fe (0.0417%Fe) and CuZn-6Fe (0.0599%Fe). Two heating rates were used: 10°C/min and 1000°C/min. No evidence of changing on the behaviour of brass on annealing with the residual iron content was found. The isothermal annealed samples demonstrated a tendency for the formation of a heterogeneous microstructure at 500°C and 600°C, which might be due to the recrystallization microstructure evolution. In the final stage, bigger recrystallized grains are formed inside cold worked grains. Moreover, the alloy with 599 ppm Fe did not change its grain size when annealed at 500°C. TEM results did not demonstrate the occurrence of dispersed iron particles. Dilatometry results pointed out an unexpected expansion peak during recrystallization, thanks to the formation of nanosized recrystallized grains. The activities planned in this project includes the recrystallized grain size determination and both micro and mesotexture measurements by electron backscattered diffraction (EBSD) analysis. It is expected that the forthcoming results will contribute to verify the hypothesis made on that monography.

Keywords: Brass, Recrystallization, Iron, EBSD.

Sumário

RESUMO	3
ABSTRACT	4
1. INTRODUÇÃO	6
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
2.1. RECOZIMENTO	9
2.2. INFLUÊNCIA DE SOLUTOS NO RECOZIMENTO	16
3. MATERIAIS E MÉTODOS	24
4. OBJETIVOS	26
A. OBJETIVO GERAL	26
B. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	26
5. RESULTADOS ESPERADOS	27
6. PLANO DE TRABALHO DO BOLSISTA	28
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	29

1. INTRODUÇÃO

A liga Cu-30%Zn, conhecida como latão 70/30 ou ainda ASTM C26000, possui diversas aplicações comerciais, como em cartuchos para munições, radiadores automotivos, conectores elétricos, utensílios domésticos e bijuterias.

Desde sua fundição nas usinas até a aplicação final do produto, o material passa por diversos processos de conformação mecânica. As deformações necessárias para se obter o formato final desejado e/ou as características de aplicação do produto final torna imperiosa a restauração da ductilidade e das demais propriedades mecânicas e físicas do material aos níveis pré-deformação. Essa restauração é obtida por meio de um tratamento térmico, chamado de recozimento.

Os fenômenos metalúrgicos que ocorrem durante o recozimento de ligas metálicas e a relação destes com a estrutura do metal deformado vêm sendo observados e estudados há séculos. Em particular, o efeito de solutos em solução sólida é um fator determinante para o comportamento de ligas metálicas durante o recozimento.

A crescente demanda por recursos naturais cada vez mais escassos obriga as usinas metalúrgicas a procurarem a alternativa de matéria-prima proveniente de reciclagem. Dificuldades na separação do material reciclado, no entanto, fazem com que ocorram misturas de diferentes ligas metálicas, gerando adições inadvertidas de elementos químicos que estarão presentes como solutos em solução sólida, alterando, portanto, o comportamento destes materiais durante o recozimento.

Neste contexto, este projeto propõe levantar dados referentes a alterações no comportamento do latão 70/30 diante do tratamento de recozimento causados por teores residuais de ferro.

A adição de solutos em ligas metálicas afeta a recristalização e crescimento de grão do material, devido à segregação de solutos para contornos de grão, falhas de empilhamento e discordâncias. Esse fenômeno ocasiona redução da mobilidade de contornos de grão por arraste de solutos, alteração da energia de falha de empilhamento (EFE), e alteração no equilíbrio termodinâmico da liga.

Em dissertação de mestrado, Moreira (2015) utilizou a metodologia de tratamentos interrompidos para o estudo do recozimento de três amostras: CuZn-1Fe (0,0126%Fe), CuZn-4Fe (0,0417%Fe) e CuZn-6Fe (0,0599%Fe) - a composição das amostras e em todo este texto é representada em porcentagem mássica. Duas taxas de aquecimento foram utilizadas: 10°C/min e 1000°C/min. As propriedades mecânicas foram avaliadas em termos de

microdureza Vickers e a fração recristalizada calculada por metalografia quantitativa e por variação de dureza. As análises microestruturais serviram de base para a obtenção de características importantes para o processo de recozimento, como a região preferencial de nucleação da recristalização. As técnicas de dilatométrica e calorimetria diferencial (DSC) auxiliaram na determinação dos fenômenos que ocorrem durante o recozimento. Por fim, tratamentos isotérmicos foram realizados para avaliação da cinética de crescimento de grão e permitiram a observação de um tamanho de grão limite para determinadas condições de tratamento.

As conclusões daquele trabalho são as seguintes (MOREIRA, 2015):

“Os resultados obtidos confirmam a experiência industrial de diminuição do tamanho de grão final após recozimento com o aumento do teor de ferro, porém teores residuais de ferro não causam alterações nas etapas de recuperação e recristalização. A etapa de recristalização pôde ser detectada por todas as técnicas utilizadas: microdureza Vickers, metalografia, análise DSC e dilatométrica, cada técnica apresentando suas particularidades.

A análise de microdureza, conjugada à metalografia, permite avaliar estágios de recristalização com boa precisão, como o rápido início em bandas de cisalhamento e um estágio final mais lento em regiões de deformação homogênea. As faixas de temperatura de recristalização para as duas condições estudadas são de, aproximadamente: taxa de aquecimento de 10 °C/min – 295°C a 345°C; taxa de 1000 °C/min – 365°C a 445°C. Esse resultado condiz com a literatura.

A análise de DSC detectou a formação de uma atmosfera de Cottrell nas amostras previamente à recristalização. Observou-se uma possível influência do teor de ferro residual, deslocando essa formação para temperaturas mais altas.

A dilatométrica corroborou a constatação de que o teor de ferro residual não influencia a recristalização do latão 70/30. Porém, as curvas revelaram um pico inesperado de dilatação na faixa de temperatura de recristalização. As hipóteses levantadas são a formação de grãos nanométricos ao final da recristalização, transformação de fases e efeitos de difusão (redistribuição de solutos durante recristalização). O coeficiente de dilatação linear obtido é compatível com a literatura: $(1,91 \pm 0,01) \times 10^{-5} / ^\circ\text{C}$.

O teor de ferro residual foi determinante para a cinética de crescimento de grão, sendo que a amostra com maior teor de ferro encontrou o tamanho de grão médio limite a 500°C (7,5 µm). As hipóteses levantadas são a formação de clusters de ferro, atuando de maneira análoga a uma dispersão de partículas e a inibição de crescimento de grão por ação de soluto. Para os maiores tempos de recozimento, a amostra com menor teor de ferro apresentou o maior tamanho de grão nas duas condições estudadas.

Após tratamento isotérmico, apenas para o recozimento a 600°C a hipótese de distribuição log-normal pode ser rejeitada. Uma explicação para a heterogeneidade microestrutural está na evolução da recristalização, que se dá inicialmente em bandas de cisalhamento, com grãos bastante finos. Ao final da recristalização, regiões no interior de grãos deformados que não apresentam heterogeneidades de deformação dão origem a grãos mais grosseiros. Outras possibilidades estão na ação do ferro como clusters ou como soluto adsorvido em contornos de grão.”

Análises por difração de elétrons retroespalhados (EBSD, do inglês *Electron Backscatter Diffraction*) podem auxiliar a elucidação das hipóteses levantadas de diversas maneiras: determinação do tamanho de grão recristalizado, auxílio no cálculo da fração recristalizada e determinação de micro e mesotextura do material nas diferentes condições de teor de ferro residual.

Assim, esse projeto propõe o foco em análises de EBSD, como parte integrante de um projeto de pesquisa de doutorado da Escola Politécnica da USP, em parceria com o doutorando e aquela Escola. Espera-se do projeto o desenvolvimento da metodologia de preparação das amostras para esse tipo de análise e o levantamento de resultados importantes para a confirmação das hipóteses levantadas, trazendo conhecimento prático e teórico ao aluno.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. RECOZIMENTO

O recozimento de um metal encruado é um tratamento térmico realizado geralmente entre 0,5 e 0,8 TF (temperatura de fusão) que tem como objetivo final a restauração total ou parcial da tenacidade, dos limites de escoamento e de resistência, da dureza e da resistividade elétrica. Durante o recozimento, ocorrem diversas modificações microestruturais, em função das quais o processo pode ser dividido em etapas bem definidas. Contudo, deve-se ter em mente que, pelas características do metal e devido a possíveis heterogeneidades microestruturais e químicas do metal antes da deformação, e pela própria distribuição heterogênea de defeitos cristalinos, cada região do material pode passar pela sequência de alterações microestruturais em momentos diferentes, ou mesmo ter alterações suprimidas. Por isso, ressalta-se que o processo é dinâmico e contínuo, sendo a fragmentação do processo em etapas uma separação didática.

As modificações microestruturais que ocorrem durante o recozimento, segundo Padilha e Siciliano (2005), são:

“(1) reação entre defeitos puntiformes levando a uma diminuição da quantidade dos mesmos; (2) aniquilação de discordâncias de sinais opostos e encolhimento dos anéis de discordâncias; (3) rearranjo de discordâncias de modo a formar configurações de menor energia (por exemplo, contornos de baixo ângulo); (4) formação de contornos de alto ângulo; (5) absorção de defeitos puntiformes e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração; e (6) redução da área total de contornos de grão. As modificações microestruturais (1), (2), (3) e (4) são classificadas como recuperação e as modificações (5) e (6) são classificadas como recristalização e crescimento de grão, respectivamente.”

Pode-se ressaltar a diferença de potencial termodinâmico (driving force) entre as etapas de recuperação e recristalização e de crescimento de grão. A variação de energia interna devido à diferença na densidade de discordâncias entre grãos deformados e núcleos não encruados é o potencial termodinâmico para recristalização (FALLEIROS; CAMPOS, 2003), considerado o mesmo potencial para recuperação. Para o crescimento de grão e recristalização secundária, o potencial termodinâmico refere-se à energia superficial associada aos contornos de grão (PADILHA, SICILIANO JR., 2003). Para o cobre, por exemplo, segundo os cálculos de Padilha e Siciliano Jr, 2003, o potencial para recristalização é de aproximadamente 10^4 mJ/cm³ e para crescimento de grão da ordem de 10 mJ/cm³.

As três etapas do recozimento, assim didaticamente divididas, podem ser mensuradas de formas direta e indireta. Uma medida direta da recuperação pode ser feita pela visualização do material em Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), buscando-se quantificar a densidade de discordâncias e demais defeitos cristalinos, além de identificar mudanças no arranjo de discordâncias. Quanto à recristalização e crescimento de grão, a observação da microestrutura por microscopia óptica e mais recentemente por difração de elétrons retroespalhados (EBSD, do inglês *Electron Backscatter Diffraction*) (BLACK; HIGGINSON, 1999, TARASIUK et al., 2002) fornece uma medida da fração de material recristalizado.

Os fenômenos que acompanham os três estágios do recozimento causam alterações nas propriedades físicas e mecânicas dos materiais, fornecendo assim métodos indiretos de medição da evolução destas etapas. Estes métodos, porém, medem a sobreposição de todos os eventos que ocorrem no material, e deve-se ter isso em mente quando da sua utilização.

Entre os métodos indiretos, é comum a medida da variação de propriedades mecânicas, como limite de escoamento e de resistência (MIMA; OGINO; SATO, 1968) e dureza (THORNTON; CAHN, 1960-61). A resistividade elétrica (DLUBEK et al., 1979) e a calorimetria (CLAREBROUGH *apud* HUMPHREYS; HATHERLY, 2004, MIMA; OGINA; SATO, 1968, BENCHABANE et al., 2008) também são utilizadas para avaliação da evolução do recozimento, com destaque para esta última técnica, com potencial para melhor distinção entre recuperação e recristalização, além de fornecer uma medida para a energia liberada durante estas etapas.

A aniquilação de defeitos cristalinos e o rearranjo destes defeitos (recuperação e recristalização), bem como a diminuição da área de contornos de grão (crescimento de grão) são acompanhados de pequenas contrações no material. Com isto, a técnica de dilatométrica tem sido utilizada para acompanhamento do recozimento de materiais metálicos (CAHN et al., 1991, OBERDOFER et al., 2010, HAYOUNE; HAMANA, 2010, CHAUDHURY et al., 2011, OBERDOFER et al., 2011, OBERDORFER et al., 2014). Nestes trabalhos, observa-se uma variação de comprimento monotônica e irreversível associada à diminuição da quantidade de defeitos cristalinos.

O conhecimento da cinética das etapas envolvidas no recozimento como fator determinante para obtenção de propriedades físicas, mecânicas e metalúrgicas é de suma importância para processos industriais de recozimento pleno e recozimento parcial. Justifica-se, assim, o interesse na compreensão e modelamento dos fenômenos que ocorrem durante esse processo.

2.1.1. Recristalização

A recristalização é definida como a absorção de defeitos cristalinos por movimentação de contornos de alto ângulo. A formação desses contornos é o que se chama de “nucleação” da recristalização.

O crescimento de subgrãos pode originar contornos de alto ângulo com baixa densidade de discordâncias em seu interior. Os modelos propostos para nucleação por esse mecanismo são chamados de “nucleação por migração de contornos de baixo ângulo” e “nucleação por coalescimento de subgrão”. No primeiro mecanismo, o crescimento de subgrãos se dá de forma análoga ao crescimento de grãos, enquanto no segundo ocorre um coalescimento de subgrãos vizinhos, o que equivale a uma rotação tornando os reticulados coincidentes (PADILHA E SICILIANO JR., 2005). Conforme discutido por aqueles autores, em metais e ligas de baixa EFE, como o latão 70/30, a migração de contornos de baixo ângulo é mais provável.

As heterogeneidades de deformação, como bandas de cisalhamento e de deformação, são locais preferenciais para início de recristalização, por apresentarem deformação acentuada, com grandes diferenças de orientação concentradas em uma pequena região da microestrutura (FALLEIROS; CAMPOS, 2003, HUTCHINSON, 1992). Contornos de grão, por apresentarem encruamento maior e mais complexo que o interior dos grãos, também podem ser locais preferenciais para nucleação da recristalização, embora predominem para grau de encruamento pequeno (FALLEIROS; CAMPOS, 2003).

A cinética de recristalização é frequentemente modelada pela equação de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK). Esse modelo, que supõe geração aleatória de núcleos de recristalização pela microestrutura a uma taxa \dot{N} e uma velocidade constante de crescimento de grãos para dentro de regiões não recristalizadas (\dot{G}), assume a forma mostrada na equação 1 (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

$$Fr_x = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (1)$$

$$B = \frac{f\dot{N}\dot{G}^3}{4} \quad (2)$$

em que Fr_x é a fração recristalizada no instante t do recozimento, n é o chamado expoente de JMAK ou Avrami e f é um fator de forma que depende do formato assumido para os grãos ($f = 4\pi/3$ para uma esfera). O valor obtido para o expoente de Avrami pode ser relacionado ao comportamento da taxa de geração de núcleos e a limitações ao crescimento de grãos nas três direções possíveis.

Desvios do modelo JMAK têm sido associados à competição entre recuperação e recristalização (STÜWE et al., 2002) e à distribuição não uniforme da deformação e da geração de núcleos de recristalização (PRICE, 1989).

Quanto à competição entre recuperação e recristalização, deve-se ter em mente que as mudanças microestruturais características das duas etapas são ativadas termicamente, ou seja, favorecidas a temperaturas elevadas. Entretanto, a diferença de ordens de grandeza entre a mobilidade de contornos de alto e de baixo ângulo (VISWANATHAN; BAUER, 1973) sugere a predominância da recristalização com o aumento da temperatura. Daí a menor influência da etapa de recuperação no recozimento de metais de baixa EFE (STÜWE *apud* PADILHA E SICILIANO, 2005), uma vez que a mobilidade de discordâncias é menor nestas ligas quando comparadas a metais CCC (cúbico de corpo centrado) e CFC de alta EFE. A influência da taxa de aquecimento ocorre na medida em que taxas elevadas diminuem o tempo ao qual o metal está exposto a temperaturas de predominância de recuperação. Como discutido por Padilha e Siliciano (2005), o aumento do grau de encruamento, gerando maior número de núcleos formados, também pode contribuir para a predominância da recristalização.

Um trabalho ilustrativo dos fatores que influenciam a competição entre recuperação e recristalização foi realizado por Mehta e Krauss (1981). Esses autores estudaram o recozimento de um latão 70/30 laminado (40% de redução) em condições bem distintas: recozimento na faixa de 250 a 350°C em forno elétrico e recozimento na faixa de 525 a 670°C por aquecimento a laser com taxa de 10^6 °C/s. A fração amolecida em função da fração recristalizada apresentou um desvio positivo para recozimentos a baixas temperaturas (queda mais acentuada no início da recristalização) e desvio negativo para os recozimentos a temperaturas mais elevadas, obtidas a altas taxas de aquecimento. Esses resultados provavelmente ilustram o efeito da recuperação durante o recozimento, mostrando-se significativo para o latão 70/30 com o grau de deformação estudado (40% redução em laminação).

Harding, Homer e Baudelet (1980), trabalhando com fio trefilado de latão 70/30 (97% de redução em área), encontraram diferenças na microestrutura do material recozido em função da taxa de aquecimento utilizada. Para aquecimento de aproximadamente 10°C/min, a curva de dureza ao longo do recozimento apresentou uma forte queda inicial, seguida de uma queda mais branda e uma terceira situação de amolecimento intermediária às demais. Os autores atribuíram a esse comportamento à recristalização inicial em bandas de deformação, seguida de recristalização em regiões menos deformadas e subsequente crescimento de grão. Para taxas mais elevadas de aquecimento, aproximadamente 3300°C/min, esse tipo de comportamento não

foi observado. O tamanho de grão médio recristalizado, calculado pela relação de Hall-Petch, foi inferior para a situação de maior taxa de aquecimento (1,4 μm contra 0,8 μm).

Os resultados obtidos por Moreira (2015) corroboram a explicação de Harding, Homer e Baudelet (1980) para o comportamento das curvas de microdureza ao longo do recozimento. A queda acentuada de dureza ocorre em uma faixa de temperaturas em que se observa a recristalização preferencialmente em bandas de cisalhamento. A continuidade da recristalização se dá em contornos de grão e, em sua fase final, no interior de grãos que não apresentam heterogeneidades de deformação. A Figura 1 traz os resultados dos autores.

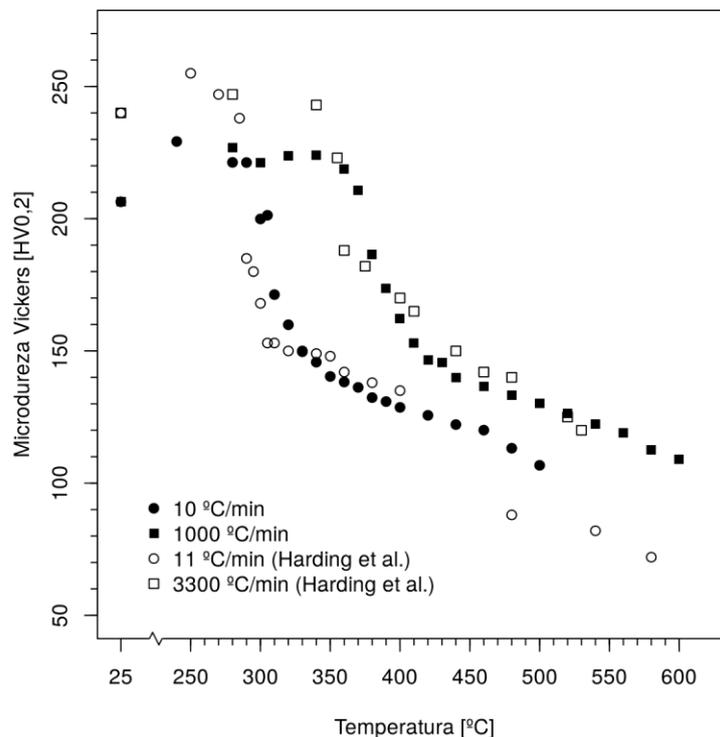


Figura 1. Comparação entre os resultados de microdureza ao longo do recozimento, dados Moreira (2015) e de Harding, Homer e Baudelet (1980). Retirado de Moreira, 2015.

2.1.2. Crescimento de grão

Após a recristalização da microestrutura ocorre o crescimento de grão, cujo potencial termodinâmico refere-se à energia superficial associada aos contornos de grão e é da ordem de 10 mJ/cm^3 para o cobre (PADILHA E SICILIANO JR., 2003).

O aumento do tamanho de grão causa uma contração no material, devido à eliminação de volume em excesso associado aos contornos de grão, $V^{E,GB}$ (o volume ocupado por um átomo no contorno de grão é maior que no reticulado regular do cristal, de forma a acomodar a

diferença de orientação entre grãos vizinhos). Essa variação é dada pela equação (3) (OBERDORFER et al., 2014):

$$\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right) = V^{E,GB} \left(\frac{1}{d} - \frac{1}{d_0}\right) \quad (3)$$

em que $\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right)$ é a variação de comprimento relativa ao comprimento inicial do material e d e d_0 são o diâmetro médio dos grãos no final e o início do processo, respectivamente. A equação assume crescimento de grão isotrópico.

A cinética de crescimento de grão em ligas monofásicas obtida empiricamente é dada pela equação (4) (PADILHA E SICILIANO JR., 2005):

$$d^{1/n} - d_0^{1/n} = C \cdot t \quad (4)$$

em que t corresponde a um dado instante do tratamento térmico de crescimento de grão e C e n são parâmetros dependentes do material e da temperatura. O valor de n é idealmente 0,5 e é afetado pelo efeito de solutos em solução sólida e partículas de segunda fase, ou ainda por textura cristalográfica (PADILHA E SICILIANO JR., 2005).

Feltham (1957), apresenta outra abordagem sobre o crescimento de grão, considerando questões geométricas e fenomenológicas. Essa abordagem é sintetizada nas equações (5) e (6) para metais puros:

$$d^{*2} - d_0^{*2} = K_0 t \exp\left(\frac{-H_0}{kT}\right) \quad (5)$$

$$K_0 = \frac{A\Omega a\gamma}{h} \quad (6)$$

em que d^* e d_0^* são os tamanhos de grão mais prováveis no instante t e no início do processo, respectivamente, H_0 é a energia de ativação para a autodifusão, em contornos de grão, k é a constante de Boltzmann, A é uma constante próxima de 1, Ω é o volume atômico, a é o parâmetro de rede, γ é a energia do contorno de grão e h é a constante de Plank.

Feltham e Copley (1958), adaptam a equação (8) para os latões- α , adicionando o termo $\exp\{c_{Zn}H[1 - (T/T_s)]/kT\}$, em que c_{Zn} é a concentração de zinco na liga, H é uma energia de ativação e T_s é numericamente igual à temperatura *solidus* de um latão 70/30. Ghauri, Butt e Raza, 1990, também trabalhando com latões- α , adaptam a equação (6) embutindo os termos K_0 e H_0 em funções da concentração de zinco, $K = K_0 \exp(-K^* c_{Zn})$ e $H = H_0 + H^* c_{Zn}$, encontrando os valores de $K^* = 10,7$ e $H^* = 1,1$.

A Figura 2 traz uma comparação entre os resultados da literatura para o recozimento a 500°C. Pode ser observado que os dados retirados do trabalho de French (1944), apresentam tamanho de grão médio bastante superior ao medido por Moreira (2015). As amostras estudadas

por French tinham 70 ppm de ferro e os resultados mostrados são do segundo recozimento, sendo que o histórico termomecânico das amostras foi: laminação a quente (tamanho de grão 125 μm), 44% de redução em laminação, recozimento para tamanho de grão 53 μm e 75% de redução por laminação. Dois fatores que podem ter contribuído para o maior tamanho de grão final das amostras de French são o menor teor de ferro residual e maior tamanho de grão inicial.

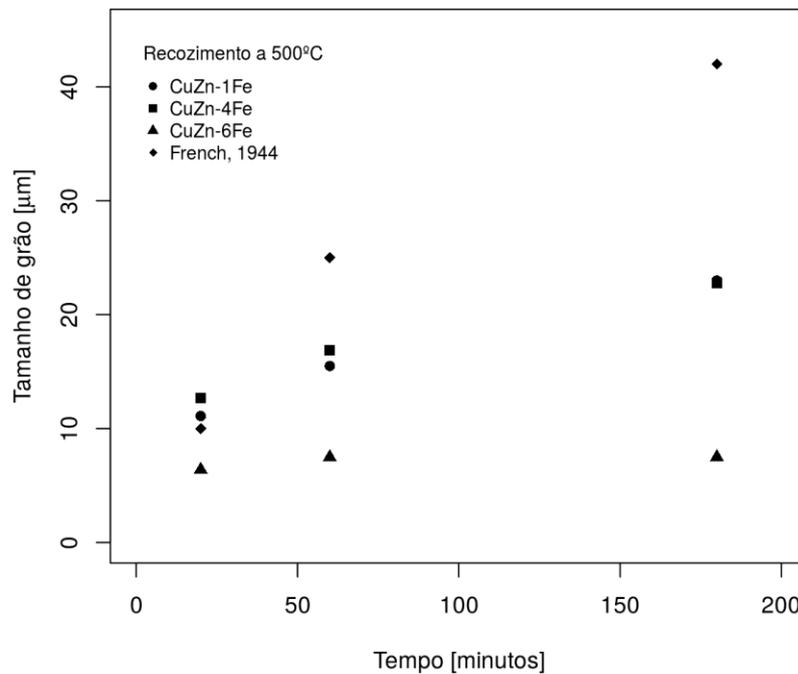


Figura 2. Comparação entre resultados de cinética de crescimento de grão para o recozimento a 500°C. Retirado de Moreira, 2015.

A comparação dos resultados para o recozimento a 600°C é mostrado na Figura 3. A amostra CuZn-1Fe apresenta boa correspondência com os resultados de Ghauri e colaboradores (1990) e Feltham e Copley (1958), embora os resultados desta amostra após 90 minutos de tratamento sejam um pouco inferiores. Ghauri e colaboradores trabalharam com arames de latão 70/30 com teor residual de ferro inferior a 10 ppm e redução não informada. Feltham e Copley trabalharam também com arames, com teor residual de 40 ppm de ferro e redução não informada. Chama atenção os teores inferiores de ferro residual, que podem ser responsáveis pelo maior tamanho de grão, além do modo e grau de deformação das amostras.

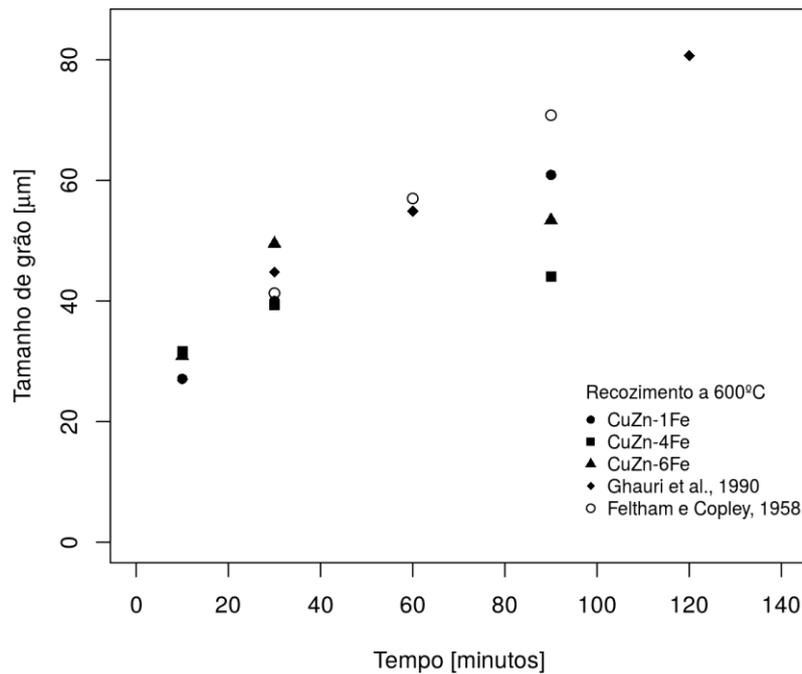


Figura 3. Comparação entre resultados de cinética de crescimento de grão para o recozimento a 600°C. Retirado de Moreira, 2015.

2.2. INFLUÊNCIA DE SOLUTOS NO RECOZIMENTO

2.2.1. Solutos e contornos de grão em movimento

Motivados por resultados que demonstravam o aumento da temperatura de recristalização de metais puros com a adição de solutos em concentrações de poucas partes por milhão, Lücke e Detert (1957) teorizaram o efeito de um soluto no recozimento de um metal puro com base na interação de contornos de grão com esses átomos. Primeiramente, os autores consideram que devido ao campo de tensões elásticas no entorno de átomos em solução e dos contornos de grão, deve haver uma tendência à concentração de solutos nessa região do cristal, resultando em diminuição das tensões elásticas (redução de energia). As equações 7a e 7b são aproximações para essa interação, contrária à movimentação dos contornos de grão. Na primeira aproximação, considera-se o ganho energético no contorno de grão, enquanto a segunda aproximação considera o alívio das tensões elásticas no entorno do átomo de soluto.

$$U = \frac{4}{3}r^3G \frac{1+\nu}{1-\nu} \left| \frac{r-r_s}{r} \right| \quad (7a)$$

$$U = 8\pi r^3 G \cdot \left| \frac{r-r_s}{r} \right|^2 \quad (7b)$$

em que U é a energia de interação entre o soluto e o contorno de grão, G , r e ν são o módulo de cisalhamento, o raio atômico e o coeficiente de Poisson do metal da matriz, e r_s é o raio atômico do soluto.

A diferença de energia interna do material entre regiões deformadas e núcleos não deformados é o potencial termodinâmico que motiva a movimentação de contornos de grão. Lücke e Detert avaliam que pode haver um equilíbrio entre estas duas forças, que dependerá da interação do soluto com os contornos de grão e do grau de encruamento do material (equação 8). Nesta situação de equilíbrio, a velocidade dos contornos é constante e limitada pela difusão do soluto do interior do grão para o contorno, acompanhando sua movimentação. A Figura 4 ilustra essa situação.

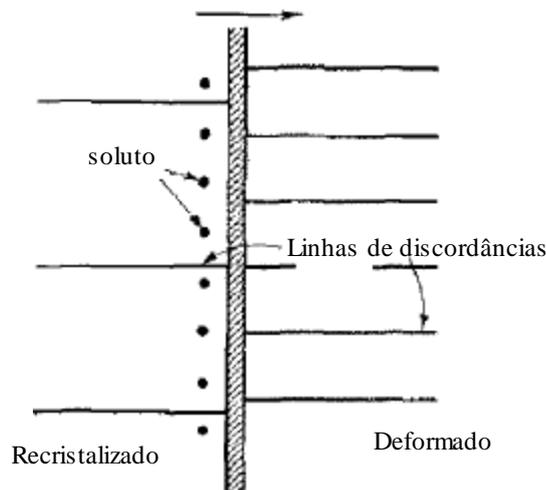


Figura 4. Ilustração do efeito de solutos sobre a movimentação de contornos de grão. A seta indica o sentido de movimentação do contorno. Adaptada de Lücke e Detert (1957).

$$(\rho - \rho_0)Gb^2 = \frac{U}{2r} \quad (8)$$

em que ρ e ρ_0 são as densidades de discordâncias nos estados encruado e recozido, e b é o módulo do vetor de Burgers da matriz. O lado esquerdo da equação representa o potencial termodinâmico para movimentação dos contornos, enquanto o lado direito representa a força retardadora do soluto.

A análise quantitativa feita por Lücke e Detert fornece aproximações para a concentração mínima de soluto capaz de equilibrar o potencial termodinâmico da recristalização e para a velocidade máxima do contorno de grão nesta situação:

$$c_{min} = P \cdot \frac{a^2}{4\sqrt{2}} \frac{2r}{U} e^{-U/kT} \quad (9)$$

$$v_{max} = \frac{U}{2r} \frac{D_0}{kT} e^{-Q_D/kT} \quad (10)$$

em que c_{min} é a concentração mínima de soluto capaz de equilibrar o potencial termodinâmico de recristalização P , a é o parâmetro de rede da matriz, v_{max} é a velocidade máxima do contorno de grão no equilíbrio, k é a constante de Boltzmann, D_0 é a constante de proporcionalidade de difusão e Q_D é a energia de ativação de difusão do soluto na matriz.

As equações desenvolvidas por Lücke e Detert evidenciam algumas simplificações adotadas nessa análise: consideram-se apenas tensões elásticas na interação entre soluto e contornos de grão, desprezando-se interações eletrônicas; desconsidera-se o efeito da velocidade dos contornos e da textura sobre a distribuição de solutos entre matriz e contornos de grão, e; assume-se o contorno de grão como uma região definida por duas camadas atômicas de interação com solutos limitada a uma distância de poucos átomos.

John Cahn (1962) modificou algumas simplificações da teoria proposta por Lücke e Detert, propondo que a interação de solutos com os contornos de grão se daria ao longo de uma distância superior a poucos átomos e que seria função da velocidade dos contornos. Com o desenvolvimento matemático dessas novas considerações, o autor obteve conclusões capazes de explicar resultados que foram interpretados por Cahn como contrários à teoria de Lücke e Detert, como o trabalho de Rutter e Aust (1960). John Cahn analisa os casos de alta e baixa velocidade de movimentação dos contornos de grãos, relacionando-os ao potencial termodinâmico para crescimento do grão e ao perfil de distribuição de solutos. Pode-se sumarizar algumas das conclusões obtidas pelo autor:

- A baixa velocidade de movimentação de contornos, esta é proporcional ao potencial termodinâmico e à difusividade do soluto;
- A alta velocidade de movimentação de contornos, esta não apresenta proporcionalidade estrita com o potencial termodinâmico e é inversamente proporcional à difusividade do soluto.

Lücke e Stüwe, (1971) também refinaram a teoria inicial de Lücke e Detert. Com considerações similares às de Cahn e especial atenção para a transição entre os regimes de velocidade alta e baixa de movimentação dos contornos de grão, os autores demonstraram que a transição entre os regimes pode ser bastante complexa, com pontos de inflexão e reversão entre eles. A variação da temperatura também pode causar a transição entre os regimes.

Nos modelos teóricos citados, foi considerado um único soluto com comportamento de solução ideal nos contornos de grão. Com o aumento da concentração do soluto nos contornos, no entanto, torna-se mais adequado o modelamento de uma solução regular nessa região. A própria estrutura do contorno de grão pode apresentar sítios preferenciais para a adsorção do soluto, como sugerido por Gottstein e Shvindlerman (1999), e sua saturação pode levar a interações entre os átomos do próprio soluto. Outra situação provável é a interação com átomos de outros solutos presentes no metal ou liga. Nesse caso, devem-se considerar os coeficientes de interação entre os componentes. Somando-se essas observações, as equações que modelam o efeito de impurezas na migração de contornos de grão assumem a seguinte forma (GOTTSTEIN; SHVINDLERMAN, 1999):

$$c^b = \frac{B \cdot c \cdot e^{\left(\frac{z\varepsilon(2c^b-1)}{kT}\right)}}{1 + B \cdot c \cdot e^{\left(\frac{z\varepsilon(2c^b-1)}{kT}\right)}} \quad (11)$$

$$B = b_0 \cdot e^{\left(\frac{U}{kT}\right)} \quad (12)$$

$$v_b = m_b \cdot P \cong \frac{D_0}{kT} e^{-Q_D/kT} \cdot \frac{1}{c^b} \cdot P \quad (13)$$

em que c^b e c são a concentração do soluto no contorno de grão e na liga, respectivamente, ε é o calor de mistura entre os solutos no contorno de grão, z é o número de coordenação, b_0 é uma constante e m_b é a mobilidade do contorno.

Como pode ser visto nas equações 11 e 13, a mobilidade de contornos de grãos torna-se dependente da interação entre os solutos, e, assim, da concentração de cada impureza ou elemento de liga no metal.

Uma importante consideração para o modelo é a influência da estrutura dos contornos de grão na segregação de solutos. Estudos dedicados a diferentes sistemas demonstram essa importância e sua influência sobre a mobilidade de contornos (THOMAS; CHALMERS, 1955, GOTTSTEIN; SHVINDLERMAN, 1992, MOLODOV et al., 1998). Uma revisão abrangente dos resultados é feita por Gottstein e Shvindlerman (1999). Os trabalhos mostram que contornos de grão especiais, que apresentam CSL (do inglês, *coincidence site lattice*), possuem maior mobilidade e menor concentração de solutos e estão de acordo com a teoria da redução de mobilidade por solutos. Considera-se que esses contornos especiais apresentam menor segregação por conta de sua estrutura mais compacta, que confere menor ganho energético pela adsorção de solutos (menor alívio do campo de tensões elásticas).

O efeito da orientação de contornos de grão pode ser considerado no modelo da equação 11 por meio da alteração da energia de interação entre soluto e contorno de grão. De

fato, os trabalhos anteriormente citados demonstram diferentes entalpias para mobilidade de contornos de grão em função das orientações que apresentam. Nesses estudos, no entanto, a variação na mobilidade dos contornos pôde ser observada para uma faixa pequena de concentração de soluto, da ordem de 0,1 a 10 ppm. Abaixo ou acima desses valores, todos os contornos apresentaram a mesma mobilidade. A explicação proposta por Gottstein e Shvindlerman (1999), é a de que abaixo desses valores, a segregação aos contornos, embora presente, não seja suficiente para equilibrar o potencial termodinâmico para sua movimentação, enquanto que, acima daquela faixa, todos os contornos já apresentam concentração de soluto suficiente para o equilíbrio.

Em outros sistemas, como em trabalhos com as ligas W-25%Re (HU; SEIDMAN, 1992) e Fe-3,5%Si (FURTKAMP et al., 1998, LEJČEK et al., 1991), os resultados mostram que a faixa de concentração de soluto em que se observam variações na segregação e na mobilidade de contornos pode ser muito mais extensa. Lacjek, Adámek e Hoffman (1991), observaram segregação seletiva de silício, carbono e fósforo a orientações especiais de contornos, sendo as concentrações destes elementos na liga de 3,55%, 140 ppm (0,014%) e 89 ppm (0,0089%), respectivamente. Os autores observaram que a intensidade da segregação não é a mesma para os três elementos, ou seja, eles não se distribuem na mesma proporção entre as diferentes orientações dos contornos. Esse resultado salienta a importância da interação entre os diferentes solutos na região dos contornos de grão. Outro resultado importante foi a observação da proporcionalidade inversa entre segregação e solubilidade do elemento na matriz. Assim, mesmo a concentração global dos três elementos sendo bastante diversa, a composição dos contornos de grão apresentou estes três solutos na mesma ordem de grandeza, inclusive com inversão na predominância entre eles.

A interação entre soluto e contornos de grão pode causar diferenças na textura de recristalização, conforme observado pela adição de ferro ao alumínio (ITO et al., 1983) e teores residuais de impureza em cobre eletrolítico (JAKANI et al., 2007). Nesse caso, sugere-se que contornos aos quais as impurezas segregam preferencialmente apresentam mobilidade reduzida, limitando sua capacidade de crescimento.

2.2.2. Solutos e o tamanho de grão limite

As curvas de cinética de crescimento de grão podem apresentar um comportamento assintótico, indicando a existência de um tamanho de grão médio limite para determinada

temperatura de recozimento, ou seja, o aumento do tempo de exposição do material à temperatura em questão não resulta em crescimento do tamanho de grão médio.

Com uma abordagem termodinâmica, Weissmüller (1993), considera que o tamanho de grão médio atingirá seu limite quando a energia do contorno de grão γ for nula. Kirchheim (2002), deu sequência à análise de Weissmüller, considerando variações da entropia configuracional do sistema e derivando uma equação para o tamanho de grão limite e de sua variação com a temperatura (linear com o recíproco de $\ln T$). Segundo essa abordagem, a segregação de solutos para os contornos de grão diminui a energia do sistema, pelo alívio de tensões elásticas e de natureza elétrica pela presença de um átomo no reticulado cristalino diferente ao metal base. O aumento do tamanho de grão, no entanto, é acompanhado de uma diminuição da área dos contornos, reduzindo assim o número de sítios livres para segregação do soluto. Em caso de saturação dos contornos, isso significa dissolver solutos novamente na matriz, situação acompanhada pelo aumento da energia livre do sistema. O equilíbrio entre a redução de energia por eliminação de contornos de grão e o aumento causado pela dissolução de solutos na matriz determina o tamanho de grão de equilíbrio. A abordagem termodinâmica tem sido utilizada para tratar da estabilidade de microestruturas nanométricas.

Grey e Higgins (1978), sob a perspectiva da mobilidade de contornos de grão, avaliam que esta pode ser dividida entre uma fração intrínseca ao material (metal ou liga pura) e outra intrínseca ao efeito de solutos. Sob esta segunda fração reside a ocorrência de um tamanho de grão limite. Os autores sugerem que o fenômeno físico responsável por cessar o crescimento de grão é similar ao proposto por Zener para uma dispersão de partículas, porém neste caso sendo determinado por um agregado de soluto (*cluster*).

Em ambas abordagens, nota-se que o tamanho de grão limite será tanto menor quanto maiores forem a concentração do soluto e sua entalpia de segregação para contornos de grão, e quanto menor for a temperatura do sistema.

2.2.3. O Ferro como soluto nos latões

É difundido pela indústria do cobre que o recozimento de latões é influenciado pelo teor de ferro presente na liga, mesmo que residuais. Contudo, os trabalhos encontrados na literatura que visam investigar este efeito utilizam-se de adições de ferro em maior quantidade que o habitualmente encontrado em condições industriais.

Khafri e Jouibari (2006) mostram que adições de ferro na faixa de 0,20% e 0,35% ao latão 70/30 causam uma redução do tamanho de grão final após recozimento. Os limites de escoamento e de tração sofrem um aumento, enquanto a ductilidade é reduzida. No entanto, na faixa de concentração do trabalho, encontram-se finos precipitados intermetálicos ricos em ferro dispersos na matriz.

Roshanghias, Abbaszadeh e Akbari (2010), investigaram a influência de adições de ferro (0,30%) sobre a cinética de recristalização do latão 70/30. Os autores observaram que nessas amostras a recristalização ocorreu de forma muito mais lenta, como mostrado na Figura 5. Embora não se tenha investigado a formação de intermetálicos, ela deve ocorrer para as amostras em questão, uma vez que o trabalho de Khafri e Jouibari (2006) mostrou sua formação mesmo para teores menores (0,20%).

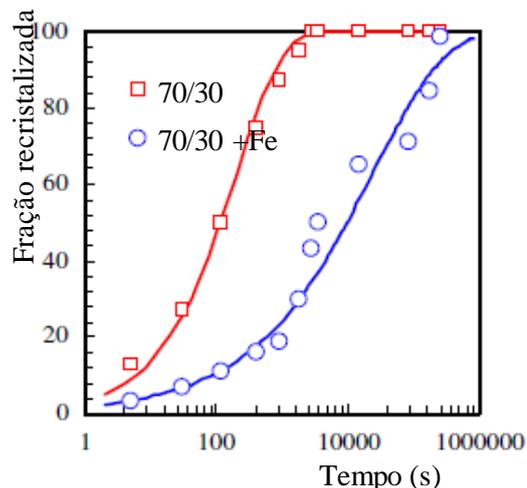


Figura 5. Comparação da fração recristalizada em função do tempo para amostras de latão 70/30 com e sem adição de 0,30% de ferro. Recozimento a 500°C. Adaptada de Roshanghias, Abbaszadeh e Akbari (2010).

Lloyd e Oxlee (1966), trabalhando com uma liga Cu-20Mn-10Zn avaliaram a adição de ferro em teores entre 0,12% e 0,36% de Fe. Os autores encontraram um aumento do limite de escoamento e de resistência do material, mas não avaliaram o tamanho de grão final de recozimento. No entanto, os autores observam nas amostras com adições acima de 0,2% de ferro a velocidade de amolecimento foi muito reduzida.

Os estudos citados foram realizados em condições de adição intencional de ferro em teores muito acima dos residuais encontrados industrialmente e alvos deste projeto. Como mostrado por Khafri e Jouibari (2006), aqueles trabalhos provavelmente avaliaram a influência

de partículas finas dispersas na matriz, o que não é comprovado até o momento para teores residuais de ferro.

Moreira (2015) realizou estudos com o latão 70/30 na faixa de teores residuais encontrados industrialmente. Como demonstrado pelo autor, nenhuma alteração foi observada na cinética de recristalização. Durante esta etapa, no entanto, foi observado nos ensaios de dilatométrica um pico de expansão não esperado, uma vez que a eliminação de defeitos cristalinos está ocorrendo no material. Uma das possíveis causas para este resultado está na formação de grãos nanocristalinos (MOREIRA; TSCHIPTSCHIN, 2016). Esta hipótese pode ser verificada pela medição do tamanho de grão recristalizado, pela técnica de EBSD. Por outro lado, notou-se forte influência do teor residual de ferro na etapa de crescimento de grão. Pôde ser observada a formação de um tamanho de grão limite para a amostra com teor residual de 600 ppm, recozida a 500°C, além de heterogeneidade microestrutural. Esta última, por sua vez, pode ter origem na textura do material, ou na segregação preferencial de soluto para determinados contornos de grão. Ambas as hipóteses podem ser verificadas por análises de EBSD.

Como discutido pelo autor, a existência de um tamanho de grão limite afetado pela concentração de soluto é provavelmente explicada pela hipótese de Grey e Higgins (1978) de formação de *clusters* de solutos que atuam como partículas dispersas dificultando a movimentação de contornos de grão. Embora a hipótese de equilíbrio termodinâmico - em que o aumento do tamanho de grão causa redissolução de ferro na matriz de latão causando aumento da energia livre do material - não possa ser a princípio descartada, esta é uma hipótese pouco provável, uma vez que observada principalmente para materiais com grãos nanométricos. Dado que a razão área/volume de um grão considerado aproximadamente esférico varia na proporção inversa de seu raio, a influência da redução da área de contornos é certamente mais significativa quanto menor o tamanho de grão, como o caso de materiais com microestrutura nanométrica.

Considerando o cálculo de tamanho de grão limite proposto por Zener (HUTCHINSON; HATERLY, 2004) e tomando como fração volumétrica dos *clusters* a fração volumétrica de ferro na liga, por aproximação, encontra-se para o caso do recozimento da amostra CuZn-6Fe a 500°C (7,5 µm de tamanho de grão limite):

$$r_p = \frac{3F_V d_{Zener}}{4} \cong 3,67 \text{ nm}$$

em que r_p é o raio da partícula, F_V é sua fração volumétrica e d_{Zener} é o tamanho de grão limite. A formação de *clusters* pode ser confirmada por uma análise mais apurada em MET ou por *atom probe tomography* (APT).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Para este trabalho foram utilizadas amostras de três chapas laminadas de latão 70/30 (composição nominal) com diferentes níveis de impureza, retiradas de uma linha de produção industrial. Em especial, o teor de ferro residual variou de 0,0126% a 0,0599%.

A Tabela 1 Tabela traz a composição química das amostras, determinada por fluorescência de raios-X (equipamento Philips PW2400 – teor de zinco determinado por diferença). Como pode ser observado, a concentração das demais impurezas presentes em solução sólida na matriz de latão (Sn e Cr) mantém-se aproximadamente constante. Embora possa se notar uma variação na relação Cu/Zn entre a amostra com maior teor de ferro e as demais, a prática industrial mostra que essa variação não acarreta alterações significativas do comportamento no recozimento dessas ligas, na faixa de composição em questão.

Tabela 1. Composição química das amostras, determinada por fluorescência de raios-X.

Amostra	Composição química, em % mássica						
	Cu	Fe	Sn	Cr	Pb	Cd	Zn
CuZn-1Fe	69,33	0,0126	0,0191	0,0011	0,0065	0,0024	30,63
CuZn-4Fe	69,06	0,0417	0,0182	0,0015	0,0070	0,0021	30,87
CuZn-6Fe	72,00	0,0599	0,0163	0,0026	0,0000	0,0006	27,92

As chapas laminadas foram inicialmente fundidas em placas de 160 mm de espessura por fundição semi-contínua, processo seguido por laminação a quente até a espessura de 14 mm (91% de redução de espessura ou ϵ_e , deformação de engenharia, e deformação real, $\epsilon_r = -2,44$ — se considerado que não há variação de largura da chapa). O tamanho de grão médio do material laminado a quente varia tipicamente entre 15-25 μm . As placas laminadas a quente foram fresadas para remoção de óxidos, processo do qual resultaram chapas grossas de 12,6 mm de espessura. Os materiais foram então laminados a frio até a espessura final de 2,50 mm (80% de redução de espessura, ϵ_e , ou $\epsilon_r = -1,66$). Todas as amostras foram retiradas da região central das chapas, no sentido de laminação.

Para a produção dos corpos de prova para os tratamentos térmicos, as amostras foram cortadas em pedaços menores utilizando guilhotina, e em seguida cortados para a dimensão próxima à final por disco rotativo ou por eletroerosão. O acabamento foi realizado por limagem seguida de lixamento, objetivando corpos de prova com dimensão final de 10 mm de comprimento, 4 mm de largura e 2,5 mm de espessura e livres de deformações provenientes do processo de corte.

As curvas de recristalização foram investigadas por meio de recozimentos interrompidos em dilatômetro, sob taxas de aquecimento constantes. Duas taxas de aquecimento (T_1'), 10 °C/min e 1000 °C/min foram utilizadas, aproximando-se, respectivamente, de duas situações industriais distintas: recozimento em forno caixa (ou sino) e em forno de recozimento contínuo. Visando a otimização de recursos, duas taxas de resfriamento (T_2') foram utilizadas: 50 °C/min e 100 °C/min, empregadas nas situações de aquecimento mais lento e mais rápido, respectivamente. Os tratamentos térmicos com objetivo de avaliar a microestrutura final de recozimento foram realizados em forno tipo poço com banho de sal fundido, em dois conjuntos temperatura x tempo mostrados na Tabela 2.

Os tratamentos térmicos para avaliação da recristalização foram realizados em Dilatômetro Bähr DIL805A sob vácuo e resfriamento em atmosfera de gás hélio. Os dados de dilatação em função da temperatura foram registrados pelo *software* do equipamento a uma taxa de 5 aquisições por grau Kelvin. Quando realizados tratamentos acima de 300°C, as amostras foram previamente niqueladas por eletrodeposição, a fim de criar uma fina barreira física à dezincificação, incapaz de influenciar os resultados.

As análises de EBSD serão realizadas em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) com canhão de efeito de campo – FEG – Inspect F50, no Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Força Atômica (LabMicro) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP. A preparação das amostras será realizada nos laboratórios da FEI, por técnicas de polimento mecânico.

Tabela 2. Parâmetros utilizados para tratamentos térmicos em forno tipo poço, para avaliação da microestrutura final de recozimento isotérmico.

Temperatura [°C]	Tempo de recozimento [minutos]		
	t_1	t_2	t_3
500	20	60	180
600	10	30	90

4. OBJETIVOS

O presente projeto tem diversos objetivos, classificados como geral e específicos, descritos a seguir. Em ambos os casos, o aluno terá oportunidade de desenvolver um trabalho mais aprofundado de investigação na técnica de análise por EBSD.

a. OBJETIVO GERAL

O presente projeto tem como objetivo geral o desenvolvimento da metodologia de preparação de amostras e análise de resultados obtidos por EBSD, tanto em micro como mesotextura.

b. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos deste projeto estão ligados à parceria com o trabalho de doutorado desenvolvido na EPUSP, sejam eles:

- Determinação de tamanho de grão recristalizado e fração recristalizada em amostras de latão 70/30, bem como a avaliação do efeito de ferro residual nesta liga.
- Observar a evolução da micro e mesotextura do material durante a recristalização e crescimento de grão, bem como o efeito de ferro residual nestes parâmetros.
- Desenvolver as competências requeridas em trabalhos de nível acadêmico e de caráter científico com foco em resultados a serem divulgados para a comunidade acadêmica brasileira, em congressos ou simpósios de iniciação científica.

5. RESULTADOS ESPERADOS

Os resultados esperados com este trabalho são a formulação de uma metodologia de preparação de amostras e análises de resultados obtidos por análise de EBSD, além da obtenção de dados de micro e mesotextura e determinação de tamanho de grão por análise das imagens obtidas.

6. PLANO DE TRABALHO DO BOLSISTA

Candidato: Eduardo Christo Saltoratto

As atividades descritas anteriormente estão resumidas no cronograma mostrado na Tabela 3, a seguir.

Tabela 3 – Cronograma de atividades a serem desenvolvidas pelo candidato à bolsa de iniciação científica do Centro Universitário da FEI.

Atividade	Mês											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	■											
2	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
3	■	■	■									
4		■	■									
5	■	■	■	■	■							
6			■	■	■	■	■	■	■	■		
7							■	■				
8									■	■	■	
9											■	■

Fonte: Autor (2016).

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGHAIE-KAHFRI, M.; MOHEBATI-JOUIBARI, A. Thermomechanical treatment of 70/30 brass containing iron impurity. **Journal of Materials Science**, vol.41, p.7585-7589, 2006.

BENCHABANE, G.; BOUMERZOU, Z.; THIBON, I.; GLORANT, T. Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness. **Materials Characterization**, vol. 59, p.1425-1428, 2008.

BLACK, M.P.; HIGGINSON, R.L. An investigation into the use of electron backscattered diffraction to measure recrystallized fraction. **Scripta Materialia**, vol.41, n.2, p.125-129, 1999.

CAHN, J.W. The impurity-drag effect in grain boundary motion. **Acta Metallurgica**, vol.10, p.789-798, 1962.

CAHN, R.W.; TAKEYAMA, M.; HORTON, J.A.; LIU, C.T. Recovery and recrystallization of the deformed, orderable alloy $(\text{Co}_{78}\text{Fe}_{22})_3\text{V}$. **Journal of Materials Research**, vol. 6, n.1, p. 57-70, 1991.

CHAUDHURY, S.K.; WARKE, V.; SHANKAR, S; APELIAN, D. Localized recrystallization in cast Al-Si-Mg alloy during solution heat treatment: dilatometric and calorimetric studies. **Metallurgical and Materials Transactions A**, vol. 42, p.3160-3169, 2011.

CLAREBOROUGH, L.M.; HARGREAVES, M.E.; LORETTO, M.H. **Recovery and recrystallization of Metals** *apud* HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. 2 ed. Oxford: Elsevier, 2004. 628 p.

DLUBEK, G.; BRÜMMER, O.; ALAM, A. Recovery and recrystallization of plastically deformed α -brass – a comparison of positron annihilation, electrical resistance and microhardness results. **Solid State Communications**, vol. 29, p. 597-599, 1979.

FALLEIROS, I.G.S.; CAMPOS, M.F. de. Nucleação da recristalização. In: TSCHIPTSCHIN, A.P. et al. (Eds). **Textura e relações de orientação**. 2 ed. São Paulo: IPEN, 2003. 480 p.

FELTHAM, P. Grain growth in metals. **Acta Metallurgica**, vol. 5, n.2, p.97-105, 1957.

FELTHAM, P.; COPLEY, G.J. Grain-growth in α -brasses. **Acta Metallurgica**, vol.6, n.8, p.539-542, 1958.

FURTKAMP, M.; GOTTSTEIN, G.; MOLODOV, D.A.; SEMENOV, V.N.; SHVINDLERMAN, L.S. Grain boundary migration in Fe-3,5%Si bicrystals with [001] tilt boundaries. **Acta Materialia**, vol.46, n.12, p.4103-4110, 1998.

GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L.S. On the orientation dependence of grain boundary migration. **Scripta Metallurgica et Materialia**, vol.27, p.1515-1520, 1992.

GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L.S. **Grain boundary migration in metals: Thermodynamics, kinetics, applications**. Boca Raton: CRC Press, 1999. 385 p.

GREY, E.A.; HIGGINS, G.T. Solute limited grain boundary migration: a rationalization of grain growth. **Acta Metallurgica**, vol.21, n.4, p.309-321, 1973.

HARDING, R.A.; HOMER, C.; BAUDELET, B. Recrystallization of 70/30 brass during induction heating. **Journal of Materials Science**, vol.15, p.1804-1813, 1980.

HAYOUNE, A.; HAMANA, D.A. A dilatometric and high-temperature X-ray diffraction study of cold deformation effect on the interaction between precipitation, recovery and recrystallization reactions in Al-12 wt.% Mg alloy. **Materials Science and Engineering: A**, vol.527, n.27-28, p.7261-7264, 2010.

HU, J.; SEIDMAN, D.N. Relationship of chemical composition and structure on an atomic scale for metal/metal interfaces: the W(Re) system. **Scripta Metallurgica et Materialia**, vol.27, p.693-698, 1992.

HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. 2 ed. Oxford: Elsevier, 2004. 628 p.

HUTCHINSON, B. Nucleation of recrystallization. **Scripta Metallurgica et Materialia**, vol.27, p.1471-1475, 1992.

ITO, K.; MUSICK, R.; LÜCKE, K. The influence of iron content and annealing temperature on the recrystallization textures of high-purity aluminium-iron alloys. **Acta Metallurgica**, vol.31, n.12, p.2137-2149. 1983.

JAKANI, S.; BAUDIN, T.; NOIVON, C.H. de; MATHON, M.H. Effect of impurities on the recrystallization texture in commercially pure copper-ETP wires. **Materials Science and Engineering A**, vol. 456, p.261-269, 2007.

KIRCHHEIM, R. Grain coarsening inhibited by solute segregation. **Acta Materialia**, vol.50, n.2, p.413-419, 2002.

LEJČEK, P.; ADÁMEK, J.; HOFMANN, S. Anisotropy of grain boundary segregation in $\Sigma = 5$ bicrystals of α -iron. **Surface Science**, vol.264, p.449-454, 1992.

LÜCKE, K.; DETERT, K. A quantitative theory of grain-boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities. **Acta Metallurgica**, vol.5, p.628-637, 1957.

LÜCKE, K.; STÜWE, H.P. On the theory of impurity controlled grain boundary motion. **Acta Metallurgica**, vol.19, p.1087-1099, 1971.

LLOYD, H.K.; OXLEE, C.H. The influence of aluminium and iron additions on copper-manganese-zinc alloys. **NML Technical Journal**, vol. 9, n.1, p.39-44, 1966.

MEHTA, D.A.; KRAUSS, G. Recrystallization of 70 pct Cu-30 pct Zn brass by laser furnace irradiation and furnace heating. **Journal of Heating Treating**, vol.2, n.1, p.83-91, 1981.

MIMA, G.; OGINO, Y.; SATO, J. Annealing Spectrum of Heavily Drawn Copper Wire. **Journal of the Institute of Metals**, vol. 96, p.49-57, 1968.

MOLODOV, D.A.; CZUBAYKO, U.; GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L.S. On the effect of purity and orientation on grain boundary motion. **Acta Materialia**, vol.46, n.2, p. 553-564, 1998.

MOREIRA, V.C. **Efeito do teor residual de Fe no recozimento do latão 70/30**. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. 2015; 127 p.

MOREIRA, V.C.; TSCHIPTSCHIN, A.P. A dilatometric study of the influence of residual iron content on the annealing behavior of cartridge brass. **Materials Research**, vol.19, n.2, p.483-489, 2016.

OBERDORFER, B.; LORENZONI, B.; UNGER, K.; SPRENGEL, W.; ZEHETBAUER, M.; PIPPAN, R.; WÜRSCHUM, R. Absolute concentration of the free volume-type defects in ultrafine-grained Fe prepared by high-pressure torsion. **Scripta Materialia**, vol.63, n.4, p. 452-455, 2010.

OBERDORFER, B.; SETMAN, D.; STEYSKAL, E-M.; HOHENWARTER, A.; SPRENGEL, W.; ZEHETBAUER, M.; PIPPAN, R.; WÜRSCHUM, R. Grain boundary excess volume and defect annealing of copper after high-pressure torsion. **Acta Materialia**, vol.68, p.189-195, 2014.

OBERDORFER, B.; STEYSKAL, E-M.; SPRENGEL, W.; PIPPAN, R.; ZEHETBAUER, M.; PUFF, W.; WÜRSCHUM, R. Recrystallization kinetics of ultrafine-

grained Ni studied by dilatometry. **Journal of Alloys and Compounds**, vol.509, n.1, p.309S-311S, 2011.

PADILHA, A.F.; SICILIANO JR., F. Crescimento das regiões recristalizadas. In: TSCHIPTSCHIN, A.P. et al. (Eds). **Textura e relações de orientação**. 2 ed. São Paulo: IPEN, 2003. 480 p.

PADILHA, A.F.; SICILIANO JR., F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3 ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005. 232 p.

PRICE, C.W. Comments on the extent of simultaneous recovery during recrystallization and its effect on recrystallization kinetics. **Scripta Metallurgica**, vol.23, p.1273-1276, 1989.

RUTTER, J.W.; AUST, K.T. Kinetics of grain boundary migration in high-purity lead containing very small additions of silver and gold. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, vol.218, p.682-688, 1960.

SHAFIEI, A.; ROSHANGHIAS, A.; ABBASZADEH, H.; AKBARI, G.H. An investigation into the effect of alloying elements on the recrystallization behavior of 70/30 brass. **Journal of Materials Engineering and Performance**, vol.19, n.4, p.553-557, 2010.

STÜWE, H.P. Einführung in die werkstoffkunde. Wissenschaftsverlag, v. 2, p.115-130, 1991 *apud* PADILHA, A.F.; SICILIANO JR., F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3 ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005. 232 p.

STÜWE, H.P.; PADILHA, A.F. SICILIANO JR., F. Competition between recovery and recrystallization. **Materials Science and Engineering A**, vol.333, p.361-367, 2002.

TARASIUK, J; GERBER, PH; BACROIX, B. Estimation of recrystallized volume fraction from EBSD data. **Acta Materialia**, vol.50, p.1467-1477, 2002.

THORNTON, P.H.; CAHN, R.W. The recovery and recrystallization of copper and aluminium under stress. **Journal of the Institute of Metals**, vol. 89, p.455-463, 1960-61.

THOMAS, W.R.; CHALMERS, B. The segregation of impurities to grain boundaries. **Acta Metallurgica**, vol.3, p.17-21, 1955.

VISWANATHAN, R; BAUER, C.L. Kinetic of grain boundary migration in copper bicrystals with [001] rotation axes. **Acta Metallurgica**, vol.21, p.1099-1109, 1973.

WEISSMÜLLER, J. Alloy effects in nanostructures. **Nanostructured Materials**, vol.3, n.1-6, p.261-272, 1993.