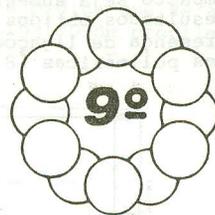




EFEITOS DE UM ELEVADO GRAU DE ENCRUAMENTO NA TRANSFORMAÇÃO ORDEM-DESORDEM E NA PRECIPITAÇÃO DA FASE γ_2 NA LIGA FeCo-2%V

A. A. COUTO
P. I. FERREIRA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA NUCLEAR, IPEN-CNEN/SP



cbecimat

SUMÁRIO

Amostras da liga FeCo-2% V, na condição encruada, foram submetidas a tratamentos térmicos isotérmicos em temperaturas pertencentes a faixa 723-873K. Os resultados mecânicos evidenciaram um endurecimento em tempos curtos de tratamento térmico devido a precipitação da fase γ_2 , que é acelerada com o aumento do grau de encruamento do material. A reação de ordenação é retardada devido ao elevado grau de encruamento das amostras e induz a uma recristalização em temperaturas onde, normalmente, esta ocorreria em tempos bem maiores (recristalização induzida pela ordenação).

INTRODUÇÃO

As ligas Fe-Co constituem uma família de materiais magnéticos cujas propriedades podem variar de magneticamente mole a magneticamente duro pela mudança de composição e/ou por tratamentos termomecânicos adequados. As ligas de interesse deste trabalho são aquelas com composições próximas à equiatômica e contendo pequenas adições de Vanádio. A caracterização das fases presentes nestas ligas foi objeto de várias investigações [1-8]. No caso específico da liga Fe-Co-2% V, em altas temperaturas (acima de aproximadamente 950°C), a fase estável tem estrutura cristalina cúbica de face centrada (cfc), denominada γ_1 . No resfriamento de equilíbrio ocorre a transformação da fase γ_1 para a fase cúbica de corpo centrado (ccc), denominada α_1 . Abaixo de 710°C (temperatura crítica de transição ordem-desordem, T_C) aproximadamente, a fase α_1 ordena-se, resultando numa fase com estrutura cristalina do tipo B2, denominada α_2 . Em temperaturas abaixo da temperatura crítica de transição ordem-desordem pode ocorrer a precipitação de uma fase não magnética, denominada α_2 .

Estudos básicos do processo de ordenação na liga FeCo pura ou dopada com Vanádio foram feitos por diversos autores. Dentre estes trabalhos pode-se citar as investigações de Buckley e outros [9-12] e Eymery e outros [13-14]. Buckley, partindo da liga desordenada e recozida, investigou a cinética e os mecanismos envolvidos na ordenação. Eymery investigou a cinética de ordenação em ligas desordenadas na condição recozida e encruadas 10 e 20%.

A precipitação da fase α_2 na liga FeCo-2% V foi também estudada por vários autores. De um modo geral, há uma concordância na literatura que a precipitação γ_2 seria o Co₃V, com o Ferro podendo substituir o Cobalto no composto. Quanto à estrutura cristalina do precipitado, alguns autores [15-16] afirmam ser a cúbica de face centrada e outros [17-18], onde se incluem os autores do presente trabalho, observaram para o mesmo uma estrutura ordenada do tipo L1₂. Dentre os estudos sobre a cinética de precipitação da fase γ_2 , podem-se destacar os trabalhos feitos por Rawlings e outros [18-20]. Estes autores investigaram a cinética e os mecanismos de precipitação da fase γ_2 em ligas FeCo-2%V desordenadas tanto na condição recozida como encruadas 25 e 50%.

Nota-se, entretanto, que são poucos os estudos da transformação ordem-desordem e da precipitação da fase γ_2 em ligas FeCo-2% V encruadas e os trabalhos disponíveis envolvem baixos graus de deformação. Tendo em vista este aspecto, o presente trabalho tem como objetivo investigar o efeito de um elevado grau de encruamento (90% de redução em área) no desenvolvimento da transformação ordem-desordem e da precipitação da fase γ_2 .

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O material utilizado é a liga FeCo-2%V, com composição nominal de 49% de Ferro, 49% de Cobalto e 2% de Vanádio. O material como recebido está na forma de chapas finas com espessura de 0,1mm, altamente encruada (90% r.a.) e desordenada. Os tratamentos térmicos foram feitos num forno tubular de laboratório, em atmosfera de Argônio. As medidas de microdureza foram feitas num aparelho Otto-Wolpert, com penetrador Vickers, força aplicada de 100gf e tempo de aplicação da força de 15s.

As lâminas finas para observação em microscópio eletrônico de transmissão foram preparadas utilizando-se a técnica da janela. As réplicas de extração de precipitados foram feitas com uma deposição de filme de Carbono na superfície atacada da amostra. As lâminas finas e as réplicas de extração foram examinadas em um microscópio eletrônico de transmissão, marca JEOL, modelo 200C, operando em 200 KV.

O grau de ordem a longa distância, S, foi determinado a partir de difratogramas obtidos com o uso de um difratômetro de raios-X da marca Rigaku e radiação $K\alpha$ do Cobalto. A determinação do grau de ordem a longa distância é feita comparando-se o pico de difração da raia de superestrutura (100) com o pico de difração da raia fundamental (200). Maiores detalhes da técnica podem ser obtidos na referência 17.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foram executados tratamentos térmicos isotérmicos nas temperaturas de 450, 500, 550 e 600°C e tempos de tratamento variando de 10s a 20h (7,2x10 s). Os resultados de medidas de microdureza realizadas nas amostras tratadas são apresentadas na figura 1, evidenciando um endurecimento mecânico para tempos curtos de tratamento térmico em todas as temperaturas analisadas, em decorrência da precipitação da fase γ_2 , [16-18]. Em tempos de tratamento tér-

mico mais longos, há um decréscimo acentuado de microdureza para a temperatura de 600C, de vido, provavelmente, à ação conjugada da recuperação, recristalização, ordenação e coalescimento dos precipitados. Em temperaturas de tratamento térmico de 450, 500 e 550C, o decréscimo de microdureza é mais brando para tempos mais longos de tratamento.

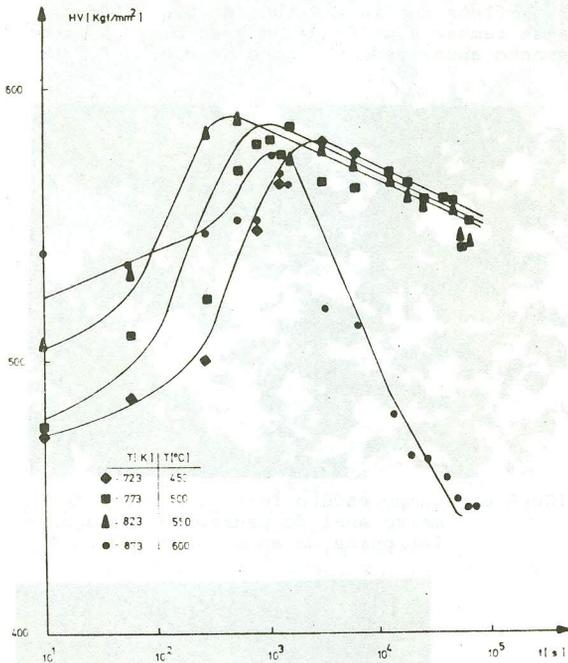


FIGURA 1 - Variação das medidas de microdureza em função do tempo de tratamento térmico nas temperaturas de 450, 500, 550 e 600C.

Os tempos envolvidos para se atingir os máximos valores de microdureza, obtidos neste trabalho, podem ser usados na construção de um diagrama TTT para a precipitação da fase γ_2 , como apresentado na figura 2. Neste diagrama estão também incluídas as curvas obtidas por Rawlings e outros [18], representando o início da precipitação intragranular para o material recozido e desordenado, e para o material encruado 25 e 50%. As curvas apresentadas por Rawlings foram obtidas a partir do acompanhamento da precipitação por meio de observações da microestrutura por Microscopia Eletrônica de Transmissão. A figura ilustra claramente que as curvas TTT do material encruado têm forma similar à do material recozido e desordenado, mas deslocadas para tempos menores.

Comparando-se as curvas da figura 2, fica evidente que quanto maior o grau de deformação a que foi submetido o material, mais rápida será a cinética de precipitação. O fato das curvas correspondentes a 25 e 50% de encruamento, obtidas por Rawlings, estarem pouco espaçadas com relação à curva obtida neste trabalho para o grau de encruamento de 90%, poderia ser atribuído a precisão da técnica utilizada na construção das curvas. A experiência adquirida neste trabalho evidenciam que quanto maior o grau de deformação sofrido pelo material, maior será a dificuldade de se observar os precipitados devido à elevada densidade de discordâncias presente e ao magnetismo da amostra. É bem possível que a precipitação de γ_2 esteja ocorrendo em tempos menores do que os indicados pela curva TTT de Rawlings. Neste aspecto,

acompanhamento da precipitação a partir de uma propriedade que é sensível à transformação, neste caso a microdureza, conjugada com observações da microestrutura por Microscopia Eletrônica de Transmissão, usando tanto lâminas finas como réplicas de extração, é um procedimento mais seguro no que diz respeito à existência ou não do precipitado.

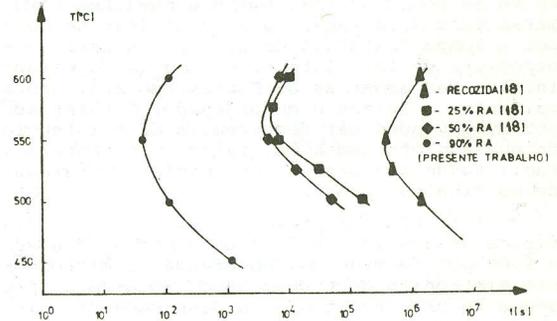


FIGURA 2 - Curvas TTT para a precipitação da fase γ_2 na liga FeCo-2%V recozida e encruada.

Na figura 3 são apresentados os dados obtidos para a razão, S/S_{max} , entre o parâmetro de ordem medido após um tratamento térmico de duração t e o valor máximo observado, na mesma temperatura. Nesta figura também estão incluídos os dados obtidos para uma liga FeCo-2,5%V, inicialmente desordenada e recozida, tratada a 550 e 600C, publicados por Clegg e Buckley [9].

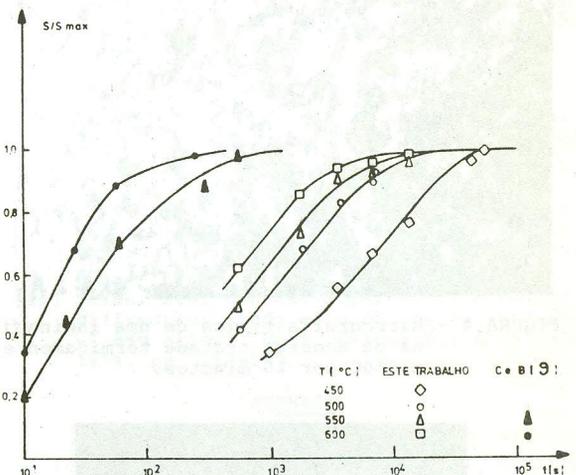


FIGURA 3 - Valores da fração transformada (ordenada) S/S_{max} em função do tempo de tratamento térmico para as temperaturas de 450, 500, 550 e 600C.

Os resultados de cinética de ordenação, encontrados neste trabalho na faixa de temperaturas de 450 a 600C, quando comparados com os publicados por Clegg e Buckley, indicam um sensível retardamento do processo de ordenação no caso de amostras altamente encruadas. Um retardamento da cinética de ordenação foi também observado por Smith e Rawlings [21] em amostras previamente deformadas, com graus de encruamento de 25 e 50%. Eymerly e outros [14], entretanto, verificaram que um trabalho a frio de 10 e

20% acelera a cinética de ordenação no seu estágio inicial e retarda o processo para tempos próximos de seu final ($S/S_{max} > 0,8$). O efeito do trabalho a frio sobre a cinética de ordenação, observado por Eymery, pode ser explicado em função destes autores trabalharem com amostras de lmm de espessura. Segundo o observado por Clegg e Buckley, amostras com espessuras superiores a 0,7mm não poderiam ser completamente desordenadas por meio de temperatura em salmoura gelada. Smith e Rawlings confirmaram esta observação obtendo um grau de ordem a longa distância de 0,3 para amostras com espessura de lmm. Isto significa que o estado inicial das amostras de Eymery não era, prova velmente, totalmente desordenado. O observado por Eymery pode ser decorrência da existência de núcleos ordenados inicialmente no material, facilitando a ordenação no início e retardando no final do processo.

A figura 4 representa uma micrografia típica de uma lâmina fina da amostra tratada a 550C por 10 minutos, observada no microscópio eletrônico de transmissão. Nota-se a presença de uma área com alta densidade de discordâncias, com pequenas células livres de discordâncias começando a se desenvolver. O padrão de difração eletrônica da figura 4 é apresentado na figura 5. A micrografia em campo escuro feita com parte do primeiro anel do padrão de difração da figura 5 é mostrada na figura 6, evidenciando a presença de bandas de cisalhamento onde ocorre a nucleação de novos grãos.

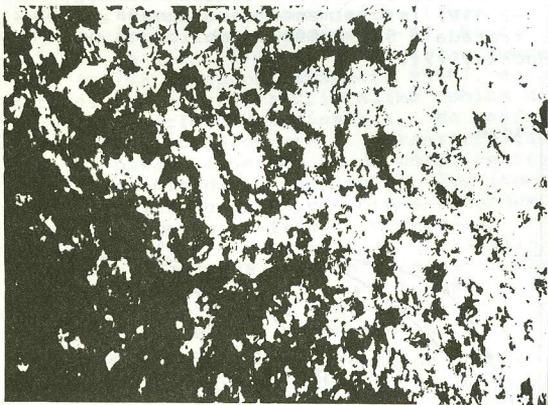


FIGURA 4 - Micrografia típica de uma lâmina fina da amostra tratada termicamente a 550C por 10 minutos.

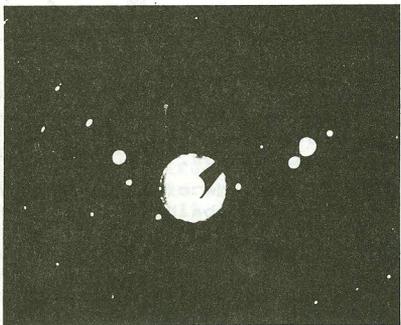


FIGURA 5 - Padrão de difração eletrônica da amostra tratada termicamente a 550C por 10 minutos.

Em um destes núcleos visíveis em campo escuro foi feito um padrão de difração que é apresentado na figura 7(A). A indexação deste padrão de difração, mostrada na figura 7(B), indica que estes núcleos são regiões com estrutura ordenada do tipo B2. Na figura 8 observa-se a microestrutura da amostra tratada a 550 C por 20 horas. A recristalização se sobrepõe à recuperação, ocorrendo o surgimento de novos grãos finos recristalizados de 0,6 a 0,8 μ m. Nota-se também a presença de precipitados com tamanho aproximado variando de 0,03 a 0,12 μ m.

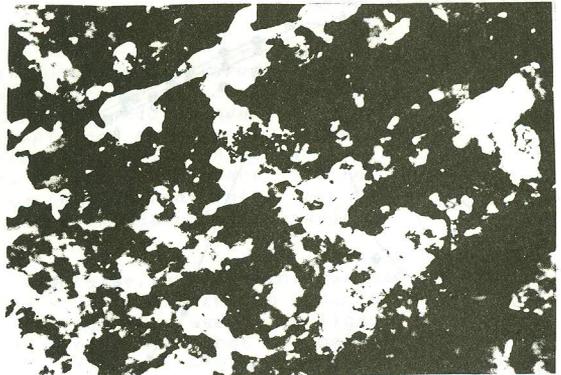
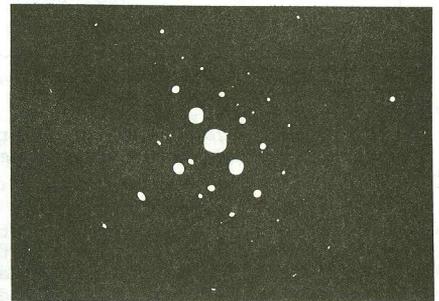
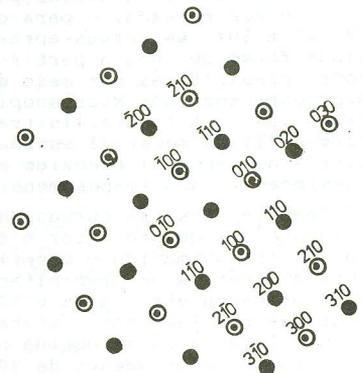


FIGURA 6 - Campo escuro feito com parte do primeiro anel do padrão de difração eletrônica da amostra da figura 4.



(A)



⊙ - REFLEXÕES DE SUPERRÊDE
● - REFLEXÕES CCC

(B)

FIGURA 7 - (A) Padrão de difração eletrônica de um núcleo ordenado da amostra da figura 6. (B) Indexação deste padrão de difração, mostrando as raiais da estrutura ordenada B2.



FIGURA 8 - Micrografia típica da amostra tratada termicamente a 550C por 20h.

O surgimento destes novos grãos, livres de deformação e ordenados, é essencialmente o resultado de um processo de recristalização que se desenvolve em temperaturas inferiores às observadas na recristalização convencional. Trata-se, isto sim, de uma recristalização induzida pela ordenação do material encruado. A recristalização induzida pela ordenação de um material encruado já foi observada, na liga FeCo-0,4%Cr, por Buckley [11]. O material estudado por estes autores tinha um grau de encruamento de 50% e a recristalização induzida pela ordenação ocorria na faixa de temperaturas entre 250 à 475C. Entretanto, este tipo de fenômeno não tinha sido observado, até o presente, na liga FeCo-2%V.

CONCLUSÕES

1. A precipitação de fase γ_2 ocorre em tempos de tratamento térmico mais curtos com o aumento do grau de encruamento da liga.
2. O elevado grau de encruamento presente na liga leva a um sensível retardamento da cinética de ordenação.
3. A transformação ordem-desordem tem caráter descontínuo, com nucleação preferencial em bandas de cisalhamento e no seu desenvolvimento induz a uma recristalização em temperaturas onde a recristalização convencional ocorreria em tempos excessivamente longos.

REFERÊNCIAS

[1] Martin, D.L. and Geisler, A.H.; Trans. Am. Soc. Metals, 44, 1961, pp.461, apud ref. 4.

[2] Köster, V.W. and Schmidt, H.; Arch. Eisenhütt, 26, 1955, pp.345, apud ref. 4.

[3] Köster, V.W. and Schmidt, H.; Arch. Eisenhütt; 26, 1955, pp.421, apud ref. 4.

[4] Chen, C.W.; "Soft magnetic materials-metalurgy magnetic properties of an Fe-Co-V alloy". J. Appl. Phys., 32,1961,pp.348S - 355S.

[5] Josso, E.; "Fe-Co-V alloys: A critical study of the phase diagrams in relation to magnetic properties". IEEE Trans.Magn., 10, 1974, pp. 161-164.

[6] Pinnel, M.R. and Bennett, J.E.; "The metallurgy of Remendur: Effects of processing variations". The Bell Syst. Thec.J.,52(8), 1973, pp. 1325-1340.

[7] Mahajan, S.; Pinnel, M.R. and Bennett, J.E.; "Influence of heat treatments on microstructure in an Fe-Co-V alloy". Metall. Trans., 5, 1974, pp. 1263-1272.

[8] Couto, A.A. and Ferreira, P.I.; "Phase transformations and properties of Fe-Co alloys". J.Mater.Eng., 11(1),1968, pp. 31-36.

[9] Clegg, D.W. and Buckley, R.A.; "The disorder \rightarrow order transformation in Iron-Cobalt-based alloys". Met.Sci.J., 7,1973,pp.48-54.

[10] Buckley, R.A.; "Microstructure and Kinetics of the ordering transformation in Iron-Cobalt alloys, FeCo, FeCo-0,4%Cr, FeCo-2,5%V". Met.Sci., 9,1975, pp. 243-247.

[11] Buckley, R.A.; "Ordering and recrystallization in Fe-50Co-0,4%Cr". Met.Sci., 2, 1979, pp. 67-72.

[12] Rajkovic, M. and Buckley, R.A.; "Ordering transformation in Fe-50Co based alloys". Met.Sci., 1, 1981, pp.21-29.

[13] Grosbras, P.; Eymery, J.P. and Moine, P. "Cinétiques d'établissement de l'ordre dans alliage Fe-Co-V écroui". Sci.Metall., 7, 1973, pp. 959-962.

[14] Eymery, J.P.; Grosbras, P. and Moine, P. "Ordering kinetics of various Fe-Co alloys" Phys.Status Solidi(a), 21,1974,pp.517-528.

[15] Fiedler, H.C. and Davis, A.M.; "The formation of gamma phase in an FeCo-2%V alloy" Metall. Trans., 1,1970, pp. 1036-1037.

[16] Pinnel, M.R.; Mahajan, S. and Bennett, J.E. "Influence of thermal treatments on the mechanical properties of an Fe-Co-V alloy (Remendur)". Acta Metall., 24,1976,pp.1095-1106.

[17] Couto, A.A.; "Transformações de fase e propriedades da liga FeCo-2%V". Dissertação de Mestrado do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Autarquia associada à Universidade de São Paulo, 1989.

[18] Ashby, J.A.; Flower, H.A. and Rawlings, R.D.; "Gamma phase in an FeCo-2%V alloy". Met.Sci., 11, 1977, pp. 91-96.

[19] Rogers, J.A.; Flower, H.M. and Rawlings, R.D.; "The electron metallography of antiphase domain growth in FeCo-2%V". Met.Sci., 9, 1975, pp. 32-35.

[20] Pitt, C. and Rawlings, R.D.; "Microstructure of FeCo-2%V and Fe-Co-V-Ni alloys containing 1,8-7,4wt-%Ni". Met.Sci., 15,1981, pp. 369-376.

[21] Smith, A.W. and Rawlings, R.D.; "A neutron diffraction study of ordering in an Fe-Co-1,8%V alloy". Phys. Status Solidi(a), 34, 1976, pp. 117-123.

SUMMARY

Cold worked specimens of Fe-Co-2%V alloy were isothermal heat treated at temperatures in the range 723-873K. The cold worked alloy hardens due to an intense precipitation of γ_2 phase. The precipitation of γ_2 is drastically accelerated by cold work. The ordering reaction is slowed down by the presence of a high degree of cold work and develops partially by a mechanism leading also to recrystallization (ordering induced recrystallization).