

DETERMINAÇÃO DO ESTÁGIO INICIAL DA RECRISTALIZAÇÃO EM LIGAS DE ALUMÍNIO 1050 E 3003 POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Marjorie Löw, e-mail : marjorie@net.ipen.br,
Nelson Batista de Lima, e-mail : nblima@net.ipen.br e
Marilene Morelli Serna, e-mail : mmserna@net.ipen.br

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/CNEN-SP,
Departamento de Caracterização Física e Química, ME
Caixa Postal 11049, CEP: 05422-970, São Paulo, Brasil

RESUMO

Dentre as diversas técnicas utilizadas no estudo do processo de recristalização, as câmaras de difração de raios-X têm a vantagem de analisar grandes áreas da amostra, fornecendo resultados estatisticamente mais confiáveis. Neste trabalho, ligas de alumínio do tipo ASTM 1050 e 3003 foram submetidas a tratamentos térmicos em uma faixa de temperatura entre 100 e 400 °C e analisadas por difração de raios-X para se determinar o estágio inicial da recristalização nessas ligas. As técnicas utilizadas foram a câmara de transmissão e de textura. Os filmes obtidos pela câmara de transmissão para as amostras não recristalizadas apresentam padrão de linhas difusas, enquanto que para aquelas com o processo de recristalização já adiantado o padrão é de pontos discretos e definidos. As temperaturas de recristalização obtidas por essa técnicas são 240 e 260 °C para as ligas ASTM 1050 e 3003, respectivamente. Analisando-se as curvas das Funções Distribuição de Orientação (FDO), as temperaturas de recristalização obtidas estão entre 250 e 300 °C para ambas as ligas.

ABSTRACT

Among all the techniques used in the study of the recrystallization processes, the X-ray diffraction transmission chamber has the advantage to analyse large sample surface area giving statistically more reliable results. ASTM 1050 and 3003 aluminium alloys were thermally treated between 100 and 400 °C and analyzed by X-ray diffraction in order to determine the beginning of the recrystallization process. The techniques used were the texture and transmission chamber. Non-recrystallized sample films obtained by transmission chamber, showed a diffuse line pattern, and for samples of recrystallized ones the pattern showed well defined spots. ASTM 1050 and 3003 alloy recrystallization temperatures obtained by this technique were 240 and 260 °C, respectively. Orientation Distribution Functions (ODF) analysis showed recrystallization temperatures between 250 and 300 °C for both alloys.

I. INTRODUÇÃO

A evolução da microestrutura durante os processos termomecânicos, em especial durante o processo de recristalização, deve ser conhecida já que dela depende muitas das propriedades do material.

Os estágios iniciais da recristalização compreendem a formação de núcleos e seu crescimento. A nucleação da recristalização é considerada como o desenvolvimento de pequenas regiões com cristais aproximadamente perfeitos, cujo crescimento se dá pela migração de contornos de alto ângulo, em pelo menos uma direção dentro do material deformado [1]. Segundo a teoria clássica da nucleação [2], o estágio inicial da recristalização pode ser descrito segundo 3 mecanismos: crescimento de subgrãos [3], coalescimento de subgrãos [4,5] e migração de contornos preexistentes induzida por deformação [6].

O estudo da recristalização, freqüentemente exige a utilização de várias técnicas complementares, como a microscopia óptica e a eletrônica [7,8,9] e a difração de raios-X [10,11], nêutrons e elétrons. A técnica de difração de raios-X possui a vantagem de analisar grandes áreas e obter informações quanto ao grau de cristalinidade do material. Além disto o processo de recristalização é acompanhado por uma alteração na textura cristalográfica. A técnica da câmara de transmissão utilizando os raios-X permite verificar a formação de núcleos de recristalização em um material deformado, pela alteração do padrão de linhas difusas para pontos discretos em um filme fotográfico. A análise de textura, por meio de funções distribuição de Orientação (FDO), permite quantificar a transição da textura de deformação para a de recristalização [12].

Neste trabalho foi estabelecido uma metodologia para determinação dos estágios iniciais da recristalização nas ligas de alumínio das séries ASTM 1050 e 3003, utilizando a câmara de transmissão. O estudo foi acompanhado por análises de textura cristalográfica.

II. SEÇÃO EXPERIMENTAL

Utilizou-se uma câmara de transmissão de Laue uma vez que é possível aumentar a distância entre a amostra e o filme, permitindo o alargamento das raiais e conseqüentemente uma análise com mais detalhes. As condições utilizadas são apresentadas na Tabela 1.

⇒⇒⇒ Tabela 1

Para as análises de textura foi utilizado um difratômetro de raios-X da Rigaku Denki Corporation, modelo RINT2000. Os parâmetros de operação desta montagem são dados na Tabela 2.

⇒⇒⇒ Tabela 2

Foram obtidas as figuras de polo incompletas (111), (200), (211) e (311) pelo método de Schulz das amostras tratadas em intervalos de 50°C. A partir destes dados, foram determinadas as Funções Distribuição de Orientação (FDO), utilizando o método de Bunge [12]. Para uma melhor avaliação das orientações foram traçadas as figuras de Fibra α ($\phi=45^\circ, \varphi_1, \varphi_2=0$) e fibra β (representação da varredura ao longo de φ_2 nos pontos de máximos de φ_1 e ϕ , no espaço de Euler).

Após um recozimento a 450°C, as amostras foram laminadas a frio com incrementos de deformação constantes (0,5mm em cada passe), até se alcançar a espessura de 0,4 mm. Obtendo-se, assim, uma deformação de cerca de 95% para ambas as amostras.

Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno resistivo tubular com cavidade cilíndrica de cerca de 30 mm de diâmetro interno, através da qual passa-se um tubo de quartzo com diâmetro aproximadamente igual ao da cavidade e comprimento de cerca de 1000 mm, sendo a faixa de operação deste forno de 50 a 1000 °C. O controle de temperatura é feito por relê de contato e Variac. A temperatura é obtida por meio de termopar de Cromel-Alumel. As amostras foram submetidas a tratamentos isócronos de uma hora, nas temperaturas nominais de 100, 150, 200, 250, 300, 350 e 400 °C. Para cada temperatura foram tratadas duas amostras simultaneamente. Após verificação dos intervalos de temperatura em que o início da recristalização ocorre para cada uma das duas amostras, por meio da análise dos resultados de difração de raios-X, as amostras da série 1050 também foram tratadas nas temperaturas nominais de 210, 220, 230 e 240 °C e as amostras da série 3003 nas temperaturas nominais de 260, 270, 280 e 290 °C.

As determinações de microdureza Vickers foram realizadas em um microdurômetro Wolpert-Werke, utilizando-se uma carga de 0,1kg para as impressões. Foram feitas, sempre, não menos que 10 impressões em cada amostra.

As ligas de alumínio ASTM 1050 e 3003 utilizadas nesse trabalho foram gentilmente cedidas pela Alcan do Brasil. As amostras encontravam-se na forma de chapas, obtidas por laminação a quente, com espessuras de 8,5mm para a liga ASTM 3003 e 6,0 mm para a ASTM 1050.

II. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores de microdureza Vickers em função dos tratamentos térmicos são apresentados na Figura 1.

⇒⇒⇒⇒ Figura 1

A curva de microdureza vs. temperatura nos mostra que a temperatura de recristalização está entre 200 e 300 °C para as duas séries de ligas de alumínio. A queda acentuada na dureza a temperaturas inferiores se deve provavelmente ao processo de recuperação.

O padrão de difração, obtido em uma câmara de transmissão, de uma amostra metálica com alto grau de deformação, são círculos concêntricos e difusos, cuja intensidade em cada ponto depende da orientação cristalográfica preferencial.

No início da recristalização formam-se pequenos núcleos (com baixa densidade de defeitos) na matriz deformada e o padrão de difração, para cada núcleo, são pontos bem definidos. O estudo da superposição desses dois padrões de difração permite determinar o início da recristalização. Portanto, as amostras sem tratamento térmico apresentaram padrão de difração compostos de linhas difusas. Estes padrões compostos apenas de linhas, não sofreram alteração para as amostras tratadas a 100, 150, 200 e 250 °C da série ASTM 3003 e a 100, 150 e 200 °C da série ASTM 1050. As amostras tratadas a 250 °C e a 300 °C das séries ASTM 1050 e 3003, respectivamente, apresentaram padrões de difração compostos por pontos e linhas difusas simultaneamente. Quando tratadas a 350 °C, as amostras de ambas as séries apresentaram padrões compostos quase que exclusivamente por pontos.

Estes resultados evidenciaram que até a temperatura de 250 °C para a série ASTM 3003 e até 200 °C para a série ASTM 1050, o processo de recristalização ainda não é detectável por difração de raios-X. A 250 °C para a série ASTM 1050 e a 300 °C para a série ASTM 3003 o processo de recristalização é detectável.

Constatado os intervalos de temperatura em que ocorre a recristalização, amostras de ambas as séries foram tratadas em temperaturas intermediárias, entre os respectivos intervalos, para se determinar com maior precisão essa temperatura. Ao final do estudo, verificou-se que essas temperaturas são 240 °C e 260 °C para as ligas ASTM 1050 e 3003, respectivamente. Nas Figuras 2 e 3 são apresentados dois padrões de difração para cada série de amostras.

O estudo das funções distribuição de orientação (FDO), obtidas a partir das figuras de polo, complementam os dados obtidos com a câmara de transmissão, pois determinam a orientação cristalográfica da matriz e dos núcleos de recristalização. As amostras apenas laminadas e as recristalizadas apresentaram FDOs típicas de deformação e de recristalização para metais cfc de alta EDE, respectivamente, onde se destacam as orientações (011) $\langle \bar{2}11 \rangle$, (121) $\langle 111 \rangle$ para as laminadas e (011) $\langle 100 \rangle$ e (100) $\langle 001 \rangle$ para as recristalizadas, Figura 4. Para as amostras tratadas termicamente entre 200 e 300 °C é possível verificar coexistência de orientações de deformação e recristalização, Figuras 5 e 6. O início deste processo é detectado entre 250 e 300°C para a série 3003 e entre 200 e 250°C para a série 1050. Estes resultados evidenciam que os núcleos de recristalização já possuem orientações cristalográficas do material totalmente recristalizado. Neste caso, o mecanismo de recristalização é o da nucleação orientada [13].

III. CONCLUSÕES

O método da câmara de transmissão é adequado para determinação do início da recristalização em metais e ligas, mas ainda é necessário determinar o tamanho médio dos núcleos de recristalização que são detectados por difração de raios-X, através da microscopia eletrônica de transmissão.

O método evidenciou o mecanismo da nucleação orientada onde os núcleos se formam com orientações cristalográficas do material recristalizado.

AGRADECIMENTOS

O suporte da Alcan do Brasil e dos Laboratórios de Metalografia, Laminação e de Gases do IPEN/CNEN-SP é gratamente reconhecido.

REFERÊNCIAS

- [1] Doherty, R. *Metal Science*, v.8, p.132-142, 1974.
- [2] Burke, J. *Prog. Metall. Phys.*, v. 31, p. 220, 1952.
- [3] Cahn, R. *Proc. Phys. Soc. London*, v. 63, n. 4A, 1950.
- [4] Hu, H. In : *Recovery and crystallization of metals*. Ed. Himmel, L., Wiley-Interscience, New York, p. 311-362, 1963.
- [5] Li, J. *J. Applied Physics*, v. 33, p. 2958-65, 1962.
- [6] Beck, P. J. *Applied Physics*, v. 21, p. 150-152, 1950.
- [7] Doherty, R. *Scripta Metallurgica*, v. 19, p. 927-930, 1985.
- [8] Blum, W., McQueen, H. *Materials Science Forum*, v. 217-222, p.31-42, 1996.

- [9] Marshall, G., . *Materials Science Forum*, v. 217-222, p.19-30, 1996.
- [10] Yamagata, H., *Acta Metall. Mater.*, v. 43, n. 2, p. 723-729, 1995.
- [11] Bowen, A., *Materials Science Technol.*, v. 6, p. 1058-1071, 1990.
- [12] Bunge, H. *Texture Analysis in Materials Science*, Butterworths & Co., Berlin, Germany, 1982.
- [13] Lee, D. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v. 32, n. 10, p. 1689-94, 1995.

Tabela 1. Condições experimentais utilizadas para as medidas com a Câmara de Transmissão.

Cátodo do tubo de raios-X	Mo
Tensão, Kv	40
Corrente, mA	20
Radiação	K α
Filtro	Zr
Colimador circular, diâmetro interno, mm	1,5
Distância amostra-filme, mm	320
Distância amostra-colimador, mm	20
Filme fotográfico para raios-x (diagnóstico) da Kodak X-OMAT K YK-1, mm	240x300
Cabeça goniométrica para fixação de amostras	
Tempo de exposição, h	~ 18

Tabela 2. Condições experimentais do difratômetro de raios-X para as análises de textura.

Goniômetro de alto ângulo RINT 2000	
Acessório de figura de Polo	
Filtro	Ni
Cátodo do tubo de raios-X	Cu
Tensão do tubo, kV	40
Corrente do tubo, mA	30
Detector	Contador de Cintilação
Método	Reflexão de Schulz
Variação de α	15,0° a 90,0°
Passo	5,0°
Variação de β	0,0° a 360,0°
Passo	5,0°
Oscilação γ	0 mm
Modo de Varredura	Tempo fixo
Oscilação γ	0 mm
Fendas	
Divergência	Aberta
Espalhamento	5 mm
Recebimento	4 mm
Limitador de altura	1,2 mm
Planos cristalográficos escolhidos	(111), (220), (222) e (311)
Tempo de medida de cada passo, s	2 para os picos mais intensos 4 para os picos menos intensos

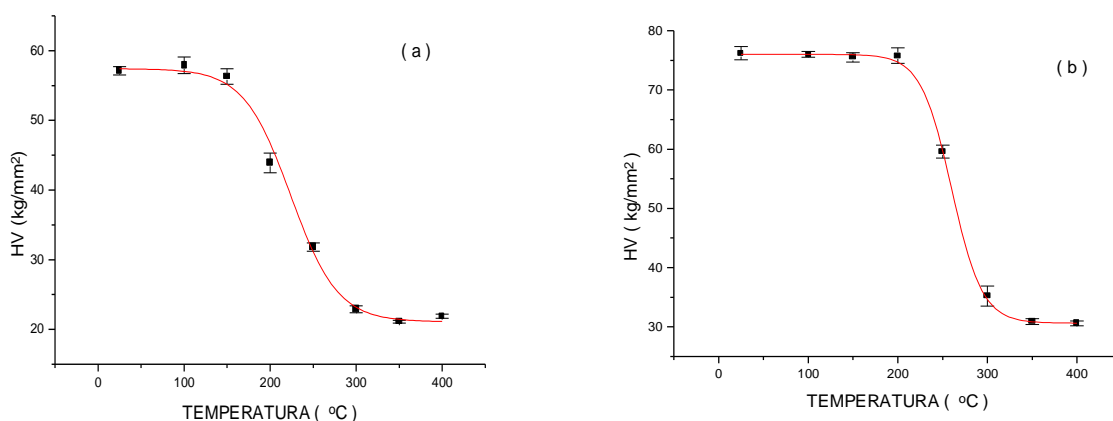
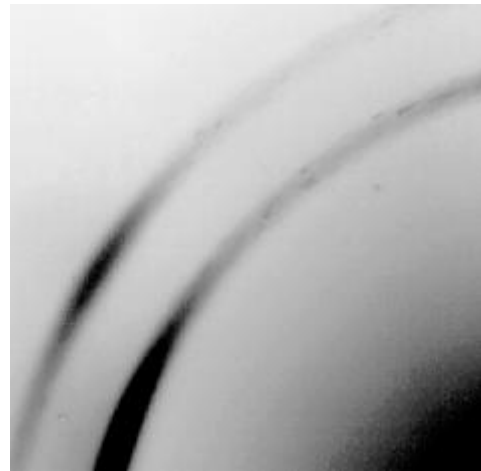


Figura 1. Variação da microdureza Vickers em função da temperatura para (a) liga de alumínio da série ASTM 1050 e (b) liga de alumínio da série ASTM 3003.

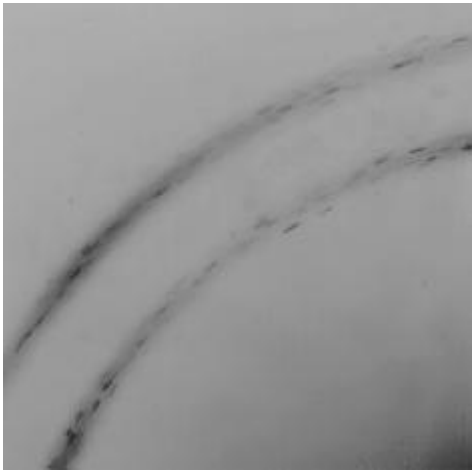


(a)

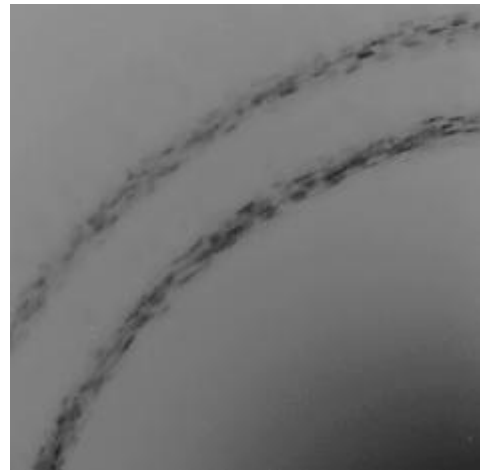


(b)

Figura 2 : Padrões de difração das amostras da série ASTM 1050 tratadas termicamente a (a) 200 °C e (b) 250 °C



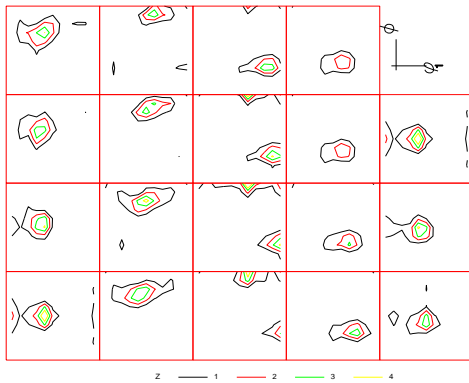
(a)



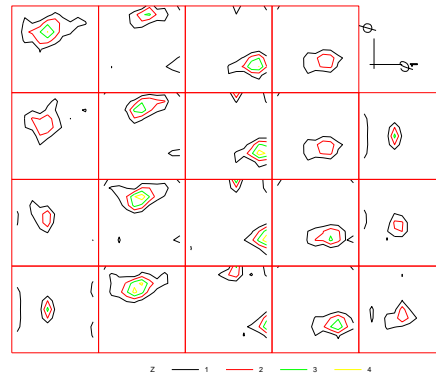
(b)

Figura 3 : Padrões de difração das amostras da série ASTM 3003 tratadas termicamente a (a) 270 °C e (b) 400 °C.

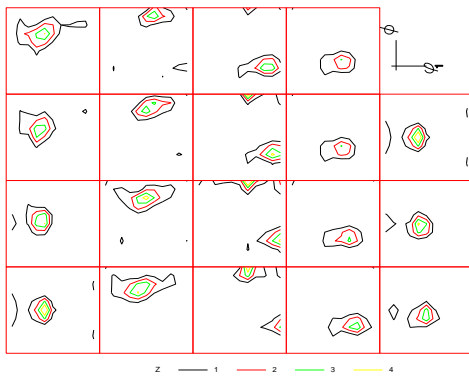
Al 1050 – apenas laminado



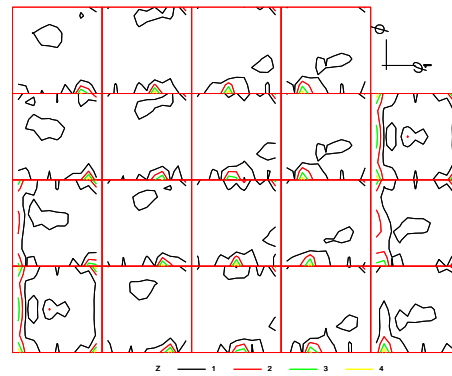
Al 3003 – 250 °C/1 h



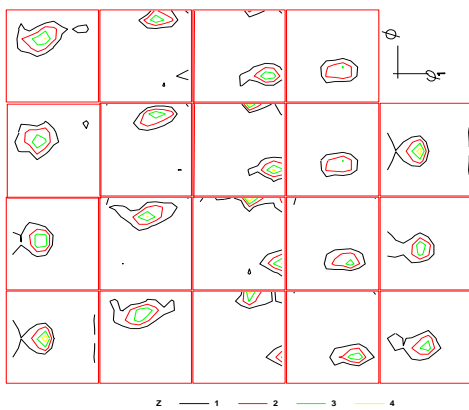
Al 1050 – 200 °C/1 h



Al 3003 – 300 °C/1 h



Al 1050 – 250 °C/1 h



Al 3003 – 400 °C/1 h

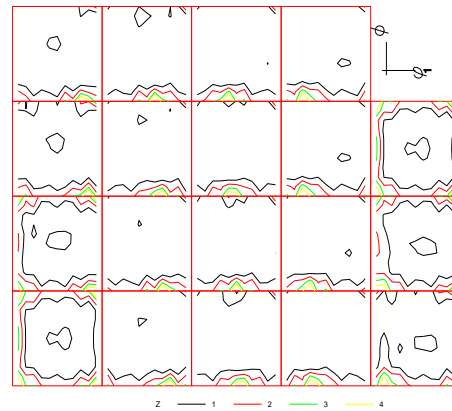


Figura 4. Funções Distribuição de Orientação para as amostras das séries 1050 e 3003.

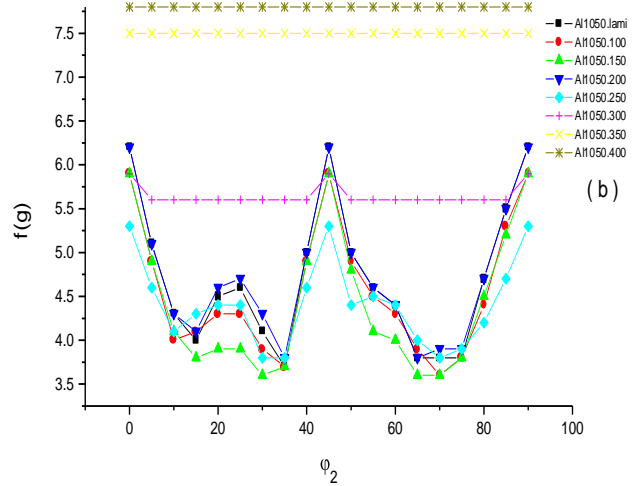
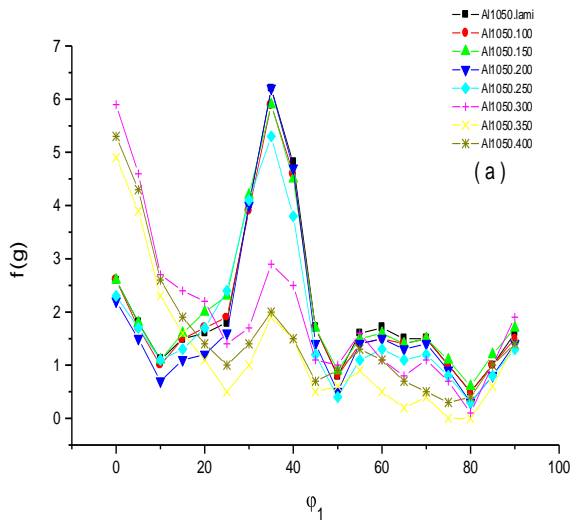


Figura 5. Fibra α (a) e fibra β (b) das amostras da série ASTM 1050

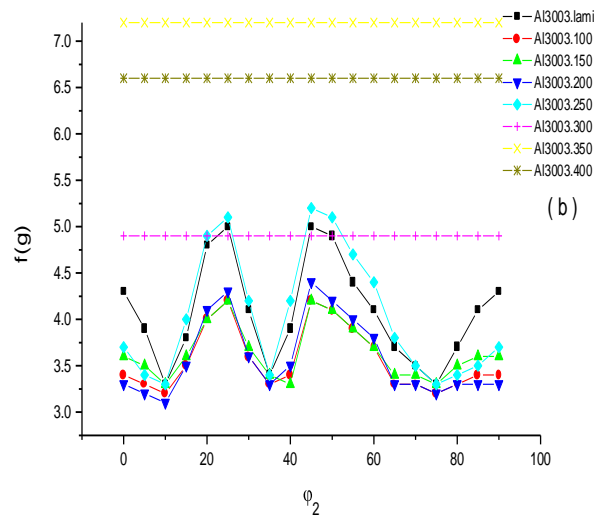
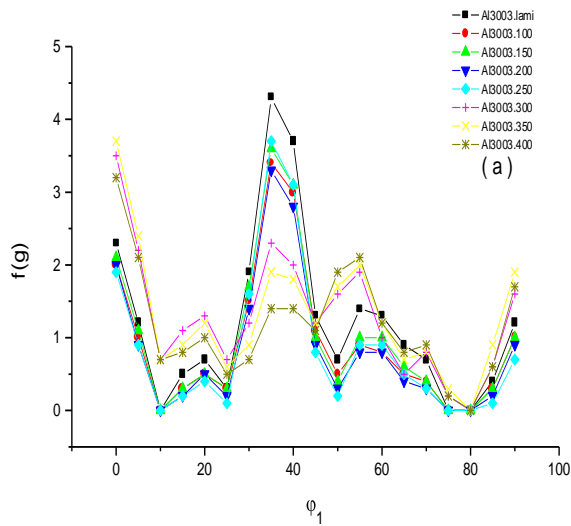


Figura 6. Fibra α (a) e fibra β (b) das amostras da série ASTM 3003.