



**"ORIENTAÇÕES PREFERENCIAIS EM NÍOBIO
DETERMINADAS POR DIFRAÇÃO DE NÊUTRONS"**

Silvia Irene Nunes Ueno

**DISSERTAÇÃO E TESE - IEA 098
IEA - DT - 098**

FEVEREIRO/1979

CONSELHO DELIBERATIVO

MEMBROS

Klaus Reinach – Presidente
Roberto D'Utra Vaz
Helcio Modesto da Costa
Ivano Humbert Marchesi
Admar Cervellini

PARTICIPANTES

Regina Elisabete Azevedo Beretta
Flávio Gori

SUPERINTENDENTE

Rômulo Ribeiro Pieroni

**"ORIENTAÇÕES PREFERENCIAIS EM NIÓBIO
DETERMINADAS POR DIFRAÇÃO DE NÉUTRONS**

Silvia Irene Nunes Ueno

**Dissertação para obtenção do Título de "Mestre em
Ciências" – Orientador Dr. Shiguo Watanabe.
Apresentada e defendida em 28 de novembro de 1977,
no Instituto de Física da Universidade de São Paulo.**

Série DISSERTAÇÃO E TESE IEA

INIS Categories and Descriptors

A13

Neutron diffraction

Niobium

Grain orientation

Texture

Nota: A redação, ortografia e conceitos são de responsabilidade dos autores.

ÍNDICE GERAL

Página

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO	1
1.1 – Comentários Gerais sobre Textura	1
1.2 – A Importância do Estudo de Texturas	3
1.3 – Considerações Gerais sobre Difração de Raios-x e de Nêutrons no Estudo de Texturas ...	3
1.4 – O Nióbio e suas Características	4
1.5 – Objetivos	6

CAPÍTULO II

TEORIAS SOBRE FORMAÇÃO DE TEXTURAS	6
2.1 – Texturas de Deformação	6
2.2 – Texturas de Recozimento	6

CAPÍTULO III

TÉCNICAS EXPERIMENTAIS	9
3.1 – Projeção Estereográfica e Figuras de Polos	9
3.1.1 – Projeção Estereográfica	10
3.1.2 – Figuras de Polos Diretas	10
3.1.3 – Figuras de Polos Inversas	12
3.1.4 – Método Matemático de Descrição de Texturas	12
3.2 – Difractometria no Estudo de Texturas de Placas Laminadas	16
3.2.1 – Método de Transmissão	16
3.2.2 – Método de Reflexão	19
3.2.3 – Unidade Absoluta de Densidade de Polos	19

CAPÍTULO IV

MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	22
4.1 – Preparação das Amostras	22

4.1.1 – Laminação	22
4.1.2 – Recozimento	22
4.1.3 – Superposição de Placas	22
4.1.4 – Análise Química	22
4.1.5 – Microdureza	22
4.1.6 – Microestrutura	26
4.1.7 – Testes de Tração	26
4.1.8 – Polimentos e Ataques Químicos Usados	31
4.2 – Procedimentos Experimentais	31
4.2.1 – Colocação da Amostra no Difratormetro	31
4.2.2 – Normalização entre Transmissão e Reflexão	34
4.2.3 – Calibração do Ângulo de Bragg	36
4.3 – Correções Usadas	38
4.3.1 – Radiação de Fundo	38
4.3.2 – Correções Geométricas	38
4.3.2.1 – Fatores de Correção na Transmissão	38
4.3.2.2 – Fatores de Correção na Reflexão	38
4.3.3 – Correções por Absorção e por Extinção Secundária	38
 CAPÍTULO V	
RESULTADOS EXPERIMENTAIS	43
 CAPÍTULO VI	
INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES	50
6.1 – Interpretação dos Resultados	50
6.1.1 – Texturas de Laminação	50
6.1.2 – Texturas de Recozimento	56
6.2 – Discussões	56
6.2.1 – Texturas de Laminação	56
6.2.2 – Texturas de Recozimento	63
 CAPÍTULO VII	
CONCLUSÕES E SUGESTÕES	66
7.1 – Conclusões	66
7.2 – Sugestões	66

APÊNDICE I

CÁLCULO DA UNIDADE ABSOLUTA	66
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	67

"ORIENTAÇÕES PREFERENCIAIS EM NIÓBIO DETERMINADAS POR DIFRAÇÃO DE NÉUTRONS"

Silvia Irene Nunes Ueno

RESUMO

Difração de nêutrons foi utilizada no estudo de texturas desenvolvidas em Nióbio, laminado a frio de 60%, 80% e 95% de redução em espessura, e em Nióbio laminado a frio de 95% e recozido durante 15, 30, 60 e 120 minutos a 800°C com vácuo de 10⁻⁴ TORR.

As texturas de laminação e de recozimento são apresentadas em termos de figuras de polos diretas.

As figuras de polos, para o material laminado e para o material recozido, foram interpretadas em termos das orientações ideais (001) $[\bar{1}10]$, (112) $[\bar{1}10]$, (112) $[\bar{1}10]$, (111) $[\bar{1}12]$, (111) $[\bar{1}10]$.

Notou-se predominância de orientação (112) $[\bar{1}10]$ nas taxas de 60% e 80% de laminação.

Após 95% de deformação a componente (001) $[\bar{1}10]$ torna-se predominante.

Durante o recozimento a componente (112) $[\bar{1}10]$ passa a ser predominante e a orientação (001) $[\bar{1}10]$ corresponde a regiões de baixa intensidade.

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

1.1 – Comentários Gerais sobre Texturas

Os materiais policristalinos são agregados que consistem de uma grande quantidade de monocristais ou grãos. Eles combinam uma alta simetria, a dos arranjos atômicos que existe nos monocristais, com orientações desordenadas desses grãos.

Quando a distribuição de orientações dos grãos não é aleatória, dizemos que o material possui uma orientação preferencial ou textura.

Quanto maior for a diferença entre a distribuição observada de orientação dos grãos e a distribuição aleatória, mais forte será a textura.

Textura seria então, uma condição na qual a distribuição de orientações não é ao acaso.

As orientações preferenciais ou textura, aparecem devido à tendência que têm os grãos, em um agregado policristalino, de sofrer rotações durante a deformação plástica ou durante o recozimento.

A natureza dessa textura depende do processo de deformação usado, da temperatura de recozimento, da distribuição característica de tensões que cada processo impõe ao metal, da estrutura cristalina, a qual determina quais sistemas de escorregamento irão atuar.

Existem vários tipos de texturas e entre eles podemos citar:

a) textura de fibra

Esse tipo de texturas encontrado em fios, é característico de processos de deformação uniaxiais, tais como trefilação, forjamento rotativo, etc, durante os quais os grãos são alongados na direção do processamento.

A característica dessa textura é que uma certa direção cristalográfica $[uvw]$ na maioria dos grãos, é paralela ou praticamente paralela ao eixo do fio, que é chamado eixo de fibra.

Materiais com texturas de fibra possuem uma simetria rotacional em torno de um eixo.

A denominação textura de fibra, é usada por se observar uma textura semelhante em fibras naturais e artificiais.

b) textura de laminação

As texturas produzidas por laminação são caracterizadas por uma direção cristalográfica específica $[uvw]$ paralela à direção de laminação e um plano de baixos índices (hkl) no plano de laminação.

É também denominada textura de placa e descrita pela notação $(hkl) [uvw]$.

Tanto em texturas de fibra, como em texturas de laminação, existe um espalhamento em torno de uma orientação ideal, que decresce com a taxa de deformação. Além disso, a maioria dos materiais apresenta uma textura de laminação com várias componentes do tipo $(hkl) [uvw]$.

A laminação cruzada em alguns casos leva ao aparecimento de texturas diferentes daquelas observadas em laminação com direção única.

A textura de materiais laminados possui menos simetria que a textura de fios.

Não existe no caso de laminados, uma direção cristalográfica comum, em torno da qual os grãos podem ter qualquer posição rotacional.

c) texturas de recozimento

Um aumento na temperatura leva ao aparecimento de texturas de recozimento.

Existem três possibilidades para a formação de uma textura de recozimento.

A primeira, apesar do amolecimento do material, a textura de deformação é conservada ou somente reforçada.

A segunda possibilidade consiste em uma variação na textura de deformação durante o recozimento, com o aparecimento de uma textura diferente da textura de deformação.

A possibilidade final é aquela em que uma distribuição aleatória de orientações seja estabelecida durante o recozimento, o que não é muito usual; as duas primeiras ocorrem mais frequentemente.

Podemos citar ainda texturas produzidas por compressão, tração, torção, etc.

1.2 – A Importância do Estudo de Texturas

O estudo de orientações preferenciais tem recebido muita atenção, tanto teórica como experimental, porque a presença de texturas leva a uma anisotropia das propriedades físicas e mecânicas dos materiais.

Torna-se necessário entender o desenvolvimento das orientações preferenciais em um material para tornar possível o controle das propriedades tais como, estampagem profunda, anisotropia magnética, expansão térmica etc. Essas propriedades em muitos materiais de uso tecnológico são de grande importância e, em tais casos um controle da qualidade deve conter também um controle da textura.

Podemos citar como exemplos, o estudo da textura no controle da anisotropia magnética de chapas de aço^(13,29) e da anisotropia mecânica em chapas de aço⁽²³⁾ em chapas de urânio⁽⁴⁷⁾ e em eletrodos de grafite⁽⁶⁸⁾.

A textura influencia também a elasticidade⁽¹⁴⁾, a plasticidade⁽⁷³⁾, a superelasticidade⁽⁵⁵⁾, a propagação de fraturas por fadiga⁽⁵⁹⁾, as propriedades magnéticas dos materiais ferromagnéticos⁽⁵²⁾ etc.

Do ponto de vista de aplicação prática, o controle de orientações preferenciais, é muito importante para a fabricação satisfatória de metais em componentes industriais, que apresentem um bom desempenho. Torna-se especialmente importante a análise de texturas de laminação e de recozimento dos metais de uso industrial, uma vez que, a maior parte desses materiais é submetida a esses tipos de processamento durante sua preparação.

1.3 – Considerações Gerais sobre Difração de Raio-X e de Nêutrons no Estudo de Texturas

A técnica mais comumente empregada na análise quantitativa de texturas é a difração de raio-x. Os primeiros trabalhos publicados surgiram há 30-40 anos^(3,46).

A textura da maior parte dos metais c.f.c. e de grande número dos metais c.c.c. foram estudadas nas décadas de 50 e 60, com a técnica de difração de raio-x.

Uma revisão bibliográfica bastante completa sobre o assunto pode ser encontrada no livro de Barrett⁽²⁾.

Os primeiros trabalhos com difração de nêutrons no estudo de texturas datam de 1953⁽¹²⁾. Muitas outras publicações posteriores podem ser citadas como por exemplo, a determinação de texturas em fios de metais c.c.c.⁽⁶⁶⁾, em barras de urânio⁽⁴⁷⁾, em placas de cobre⁽⁴²⁾ etc.

A grande diferença entre a técnica de difração de raio-x e de nêutrons está na preparação de amostras.

Quando se utiliza difração de nêutrons a amostra não precisa de tratamentos especiais, o que evita modificações da textura original.

A amostra na difração de nêutrons, tem um volume aproximadamente 10^5 vezes maior que na difração de raio-x, o que é útil quando se tem interesse em determinar a textura média em materiais de emprego comercial.

A técnica de raio-x apresenta-se útil em estudos sobre inhomogeneidade na textura, quando então se tem interesse em examinar áreas selecionadas do material.

Uma limitação particular da técnica de nêutrons é a intensidade relativamente baixa, disponível nos reatores nucleares, o que diminui a resolução com relação aos métodos de raio-x.

As medidas com nêutrons são dificultadas também em alguns casos por problemas de extinção secundária. Por outro lado, a absorção de nêutrons, na maioria dos metais, é da ordem de 10^3 vezes menor que a de raio-x, sendo quase sempre desnecessária uma correção por absorção quando se usam nêutrons.

Estes fatos, aliados a um grande diâmetro do feixe de nêutrons tornam esta técnica extremamente favorável, quando a amostra a ser analisada possui grãos grandes.

Nestes casos, a técnica convencional de raio-x torna-se impraticável.

Além disso, uma análise pelo método de Laue torna-se imensamente tediosa, pois para se obter uma figura de polos reproduzível é necessário conhecer a orientação de, pelo menos, 10^4 grãos (critério de Haessner).

Do ponto de vista físico, a principal diferença entre raio-x e nêutrons está no fato de que os nêutrons são espalhados pelos núcleos, enquanto que os raios-x são espalhados pelos elétrons.

As principais características dos dois métodos, no estudo de texturas, são apresentadas na Tabela I.

1.4 – O Nióbio e suas Características

O Nióbio, metal refratário de estrutura cúbica de corpo centrado, apresenta uma série de propriedades interessantes para ser usado como material nuclear estrutural para altas temperaturas, em reatores de fissão ou de fusão^(31,34).

Estudos tem sido desenvolvidos também sobre aplicação de Nióbio no campo da supercondutividade⁽²²⁾; ele é também largamente usado como componente de ligas.

O Brasil possui um dos maiores depósitos mundiais (na forma de Pirocloro) e atualmente é o maior produtor de óxido de Nióbio⁽⁴⁵⁾.

A tecnologia para produção do Nióbio de alta pureza é difícil, entretanto, bons resultados tem sido obtidos na UNICAMP, para obtenção de Nióbio de alta pureza, por fusão sob feixe eletrônico⁽⁵⁷⁾.

Para que se possa assegurar um bom desempenho de chapas de Nióbio é extremamente importante o conhecimento das texturas desenvolvidas neste material.

As texturas de laminação e de recozimento do Nióbio foram estudadas por Anders e Pollock⁽¹¹⁾ em 1958 e por Begley⁽⁶⁾ em 1960. Esses autores analisaram as texturas de placas de Nióbio com 99% de redução em espessura, por laminação e também as texturas produzidas após 1 hora de recozimento a 1100°C , usando a técnica de difração de raio-x.

R. A. Vandermeer e J. C. Ogle⁽⁷¹⁾ em 1968, determinaram as texturas do Nióbio, na superfície e no centro de placas laminadas em várias porcentagens de redução, usando também a técnica de raio-x. Esses autores notaram que a textura do Nióbio não é homogênea, apresentando orientações diferentes na superfície e no centro de amostra.

Tabela I

Características dos Métodos de Raio-X e de
Nêutrons no Estudo de Texturas

PROPRIEDADE	DIFRAÇÃO	DIFRAÇÃO
	NÊUTRONS	RAIO - X
intensidade do feixe	baixa	alta
resolução	moderada	boa
extinção	alta	baixa
absorção	baixa (exceto no Cd e em terras raras)	alta
volume da amostra (mm ³)	$\cong 10^6$	$\cong 10^{-1}$
área do feixe (mm ²)	$\cong 10^6$	$\cong 1$
preparação da amostra	fácil	difícil
uniformidade do feixe	boa	incerta
espessura da amostra	(1 - 20) mm	(10 ⁻⁴ - 10 ⁻¹) mm
possibilidade de alterações na textura durante a preparação	inexistente	existente
método recomendável para	materiais com grãos grandes, textura total da amostra.	materiais com grãos pequenos, texturas em áreas selecionadas

J. W. Sandelin e L. S. Birks⁽⁶³⁾, em 1964, determinaram as texturas de recristalização do Nióbio, após recozimento a 2000°C em vácuo de 10^{-4} TORR, usando raio-x.

De uma maneira geral, existe uma boa concordância entre os vários autores sobre a textura de laminação do Nióbio e sua evolução com a taxa de redução em espessura. No entanto, os resultados apresentados quanto às texturas de recozimento desse metal não concordam entre si. Begley e Anders e Pollock citam uma textura de recristalização do Nióbio, que não é a observada por Birks.

Nenhum desses autores analisou a evolução da textura do Nióbio com o tempo de recozimento em temperaturas < 1000°C.

1.5 – Objetivos

O presente trabalho visa contribuir para o estudo das características das texturas desenvolvidas no Nióbio.

Para tanto, procuramos determinar a evolução das texturas com a taxa de redução por laminação e com o tempo de recozimento, usando a técnica de difração de nêutrons.

CAPÍTULO II

TEORIAS SOBRE FORMAÇÃO DE TEXTURAS

2.1 – Texturas de Deformação

Durante os últimos 30-40 anos, uma grande quantidade de trabalho tem sido realizada para explicar a formação de texturas em materiais policristalinos.

Várias teorias surgiram, devidas a Wever e Schmid, Boys e Schmid, Pickus e Mathewson e Taylor, descritas em muitos livros como por exemplo de Barret⁽²⁾, Wasserman e Grewen⁽⁷³⁾, etc.

Dillamore⁽²⁷⁾ discutiu o seu trabalho as teorias de Calvan e Clews⁽²⁰⁾, Bishop^(9,10), Haessner⁽³³⁾, Wasserman⁽⁷²⁾, Lin⁽⁵³⁾ além da sua própria⁽²⁸⁾.

Calvan e Clews⁽²⁰⁾, introduziram o conceito de tensão efetiva para explicar as tensões devidas aos grãos vizinhos. A teoria dá uma explicação razoável para as orientações finais estáveis produzidas por tração, compressão e laminação em metais c.f.c., c.c.c. e hexagonais compactos.

Somente algumas previsões dessa teoria não estão em boa concordância com os resultados experimentais; por exemplo, a teoria é incapaz de explicar a ausência da componente [100] e a presença da componente [111] na textura de compressão do latão- α .

A teoria de Bishop⁽⁹⁾ supõe que cada grão está sujeito à mesma tensão de deformação que o agregado como um todo. Os sistemas de escorregamento são determinados pelo princípio do trabalho máximo. Quase todos os tipos de orientações finais estáveis em textura de metais cfc, podem ser explicados por essa teoria. Entretanto, a teoria não é capaz de explicar a textura de deformação de prata.

Dillamore e Roberts⁽²⁸⁾ em sua teoria fizeram as seguintes hipóteses:

- a) pelo menos em materiais de grãos grandes, vários sistemas de escorregamento são necessários somente em pequenas frações do volume de um grão, ao longo de seu contorno, sendo que o corpo do grão sofre rotações, aproximadamente como um monocristal de mesma orientação;
- b) a rotação é aquela esperada em um monocristal escorregando em um sistema sujeito à maior tensão de cisalhamento resolvida sob a ação de forças aplicadas normalmente à placa (compressão) e paralelamente a direção de laminação (tração), com a rotação ocorrendo até que uma posição estável seja alcançada;
- c) uma posição estável é aquela que não é meramente simétrica, mas é estável no sentido de que, se ocorrerem flutuações que tendem a tirar o grão de sua posição, ele retorna a ela, critério proposto por Tucker⁽⁷⁰⁾.
Tucker ressaltou também que é necessário em teorias de texturas, considerar as tensões como um sistema triaxial, ao invés de fazer hipóteses de que as rotações que ocorrem são aquelas que satisfazem, simultânea e independentemente, os modos de deformação de compressão e de tração como faziam as teorias mais antigas ou como fizeram Dillamore e Roberts em sua teoria, supondo um sistema de tensões biaxial. Esses autores supuseram a tensão principal ao longo da direção transversal como sendo nula.
- d) as rotações em metais cfc com alta energia de falha de empilhamento, são conseqüências não somente de escorregamentos primários e conjugados de monocristais, mas também devido ao escorregamento cruzado, o qual ocorre em maior ou menor grau dependendo do material.

Com essa hipótese, Dillamore e Roberts tentaram remover algumas das objeções às teorias mais antigas.

Existem muitas controvérsias entre todas as teorias quando se tenta explicar a diferença entre a textura de laminação do cobre e do latão.

Os resultados de um grande número de estudos quantitativos, indicam que a textura da maioria dos metais cfc (exceto a prata) é do tipo do cobre, enquanto que para a prata e a maioria das ligas cfc, a textura é do tipo observado no latão.

Diferentes teorias tem sido observadas para explicar este fato, que tem sido atribuído a deformação por Macla⁽⁷²⁾, escorregamento cruzado^(28,49), falha de empilhamento⁽³⁹⁾ e interação de discordância⁽⁵⁴⁾.

Outros tipos de teorias foram construídas por Sachs⁽²⁾ e Kochendorfer⁽⁴⁴⁾, Taylor⁽⁶⁹⁾ e de Bishop e Hill⁽⁸⁾.

Simulações por computador da formação de texturas com base nas teorias de plasticidade mencionadas são um método muito interessante para o estudo das origens da textura.

Leffers^(48,49) foi o primeiro a usar essa técnica analisando texturas em metais cfc. Ele supôs a existência tanto de mecanismos de deformação por escorregamento simples, como de uma aproximação de um mecanismo de escorregamento múltiplo.

Kallend e Davies⁽⁴³⁾ também simularam o desenvolvimento de texturas em metais cfc por escorregamentos múltiplos nos planos (111) e (110).

Existe, atualmente, um número bastante grande de teorias sobre texturas, mas nenhuma foi até agora aceita integralmente. Entretanto, torna-se cada vez mais evidente que a textura de deformação é

afetada, não somente pelo tipo de estrutura cristalina, mas também pela concentração do soluto nas ligas, pela temperatura de deformação, pela taxa de deformação e por outros fatores.

Sabe-se que existe uma relação direta entre deformação e energia de falha de empilhamento, frequência de falha de empilhamento, macia mecânica etc. Entretanto, deve ser lembrado que muitos detalhes dos mecanismos de deformação, estão para ser esclarecidos.

A deformação de agregados policristalinos é bastante complicada, e estudos adicionais sobre os sistemas de escorregamento atuantes sobre a natureza e a magnitude das deformações resultantes, as variações na forma, a microestrutura e configurações de discordâncias são ainda necessários.

Somente com base em tais observações uma teoria mais realista sobre texturas poderá ser formulada.

2.2 – Texturas de Recozimento

Quando um material policristalino é deformado e então recozido, uma parte da energia armazenada pelo trabalho a frio é liberada através de uma variedade de processos chamados processos de recuperação.

Migração de vacâncias e de discordâncias levam ao rearranjo ou à aniquilação de um certo número de defeitos.

Quando a temperatura é suficientemente alta, a energia armazenada remanescente, é liberada através da migração de contornos de alto ângulo (recristalização primária). No decorrer da recristalização primária, além da eliminação de quase todas as imperfeições, pode ocorrer também uma variação na orientação.

O crescimento de novos grãos, usualmente, se inicia, independentemente, em diferentes regiões do material deformado e um problema muito difícil é obter a evidência do início de tais grãos ou seja, do início do processo de nucleação. Isto ocorre porque os movimentos atômicos que dão origem à formação de um núcleo, acontecem em regiões tão pequenas, que é difícil observá-los com métodos experimentais diretos.

Muitos dados sobre a nucleação tem sido deduzidos de observações em estágios mais avançados do crescimento do cristalito.

Em estudos sobre as origens de texturas de recozimento a dificuldade reside em decidir se a ausência de alguma orientação no material recristalizado é devida à impossibilidade do aparecimento de núcleos naquelas orientações (mecanismo de nucleação orientada) ou à impossibilidade de que os núcleos com aquelas orientações cresçam (mecanismo do crescimento orientado).

Texturas de recozimento tem sido discutidas em vários trabalhos, como por exemplo, de Wasserman e Grewen⁽⁷³⁾, Dillamore e Roberts⁽²⁷⁾ e Beck e Hu⁽⁶⁾.

A questão central do trabalho de Beck e Hu se refere à importância relativa dos mecanismos de nucleação orientada e de crescimento orientado.

Burgers⁽¹⁸⁾ estudou as relações de orientação entre a matriz deformada e o grão recristalizado.

A teoria de nucleação orientada foi mudada e melhorada muitas vezes^(16,24), entretanto, essa teoria não é capaz de explicar o fato de que o cobre com laminação cruzada e matriz com orientação cúbica não recristaliza com orientação cúbica.

Outros argumentos contra essa teoria foram levantados por Hu^(35,37) na recristalização do ferro-silício.

Outro aperfeiçoamento na teoria da nucleação orientada foi proposto para explicar a formação de textura cúbica por Burgers e colaboradores⁽¹⁷⁾.

Li⁽⁵¹⁾ e Hu⁽³⁸⁾ desenvolveram uma teoria de nucleação baseada em observações de microscopia eletrônica. Esta teoria explica as texturas de recozimento cujas orientações componentes aparecem na textura de deformação.

As teorias de crescimento orientado, baseiam-se na dependência entre a razão de crescimento e a orientação relativa entre os grãos e a matriz.

Lucke e colaboradores^(40,41) mostraram as relações para alumínio, zinco e ferro-silício. Sua teoria confirma a teoria de Richards⁽⁶⁰⁾. Beck e Hu⁽⁴⁾ explicaram algumas texturas formadas em metais cfc, devidas a diferentes texturas de deformação.

Prós e contras tem sido apresentados na literatura, tanto para as teorias de nucleação orientada como para as de crescimento orientado.

A principal crítica à teoria do crescimento orientado reside na dependência da mobilidade do contorno de grão com a orientação ser muito fraca para responder por uma textura de recozimento bem definida, como a observada em materiais laminados a altas temperaturas e então recozidos.

Outra crítica se refere ao fato que, somente algumas orientações que tem relações de orientações cristalográficas equivalentes às da matriz é que podem ocorrer.

Todos esses e também outros argumentos são discutidos por Beck e Hu⁽⁴⁾.

O problema da explicação da textura de recozimento, em muitos casos, é ainda uma questão em aberto. São necessários, além de uma teoria mais geral, muitos estudos cuidadosos e observações diretas dos sítios de nucleação, do efeito de átomos de impurezas e de uma segunda fase na mobilidade dos contornos de grão.

CAPÍTULO III

TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

3.1 – Projeção Estereográfica e Figuras de Polos

As orientações preferenciais, produzidas por elongação uniaxial ou por compressão, são simples e podem ser especificadas, adequadamente por um ou mais componentes de orientação cristalográfica ideal.

No entanto, as orientações preferenciais ou texturas, produzidas por laminação são bastante complexas, e são melhor descritas por meio de uma figura de polos.

Figuras de polos são projeções estereográficas que mostram as variações nas densidades de polos com a orientação, para um conjunto selecionado de planos do cristal.

3.1.1 – Projeção Estereográfica

A orientação de qualquer plano em um cristal pode ser representada pela inclinação da normal a este plano com relação a algum plano de referência, ou pela inclinação do próprio plano. Imaginemos uma esfera tal como a da Figura 3.1. Se no centro da esfera situarmos um pequeno cristal, as normais aos planos do cristal irão interceptar a superfície da esfera em um conjunto de pontos chamados polos.

O polo de um plano representa por sua posição na esfera, a orientação de tal plano.

O plano pode também ser representado pelo traço que ele forma na superfície da esfera. Esse traço é um círculo máximo se o plano passa através do centro da esfera.

Os traços ou polos dos planos sobre a esfera constituem o que chamamos de projeção esférica.

O ângulo entre dois planos pode ser medido sobre a projeção esférica, como o ângulo entre os dois círculos máximos que representam os planos, ou então, podemos medir o ângulo entre dois planos como o número de grau entre dois polos, contados sobre um círculo máximo que passa por esses polos. Figura 3.2.

No entanto, é mais conveniente trabalhar com uma projeção plana dessa esfera, a projeção estereográfica.

Na Figura 3.3 podemos ver a relação entre a projeção estereográfica. Une-se o polo P da superfície esférica ao ponto S, a intersecção da reta que passa por P e S com o plano tangencial à esfera de projeção, define o ponto P', projeção estereográfica do ponto P.

Um plano em uma rede cristalina está vários passos separado de sua projeção estereográfica e é conveniente resumir as várias etapas.

- 1) O plano C está representado por sua normal CP.
- 2) A normal CP é representada por seu polo P, que é a sua intersecção com a esfera de referência.
- 3) O polo P é representado por sua projeção estereográfica P'.

Observe-se que a projeção estereográfica de um plano não define completamente a sua orientação, porque seria possível rodar o plano em torno de sua normal e resultaria ainda a mesma projeção estereográfica do plano no ponto P'.

Para definir univocamente a orientação de um cristal, é preciso, ter no mínimo 3 polos, de 3 faces não paralelas, na projeção estereográfica.

Supondo-se que no centro da esfera de projeção esteja situado um material policristalino com um grande número de grãos (10^4 por exemplo), e que para cada um deles se trace a projeção correspondente a 3 planos cristalinos, a esfera de projeção ficará recoberta de pontos (3×10^4).

Se a orientação dos grãos é ao acaso, esses pontos enegrecerão a esfera de um modo uniforme, e se a orientação dos grãos não é ao acaso, isto é, se existe textura, a superfície da esfera e portanto a projeção estereográfica, terão regiões com maior densidade de pontos que outras.

3.1.2 – Figuras de Polos Diretas

Uma figura de polos direta é a projeção estereográfica das normais aos planos de uma determinada forma (hkl) de uma amostra cristalina.

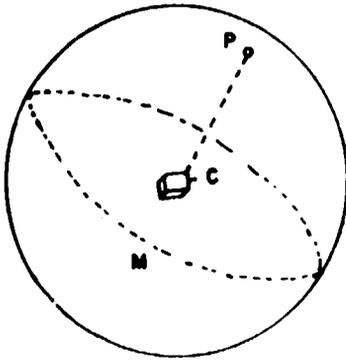


Figura 3.1
 Projeção Estérica
 P – Polo do Plano C
 M – Círculo Máximo

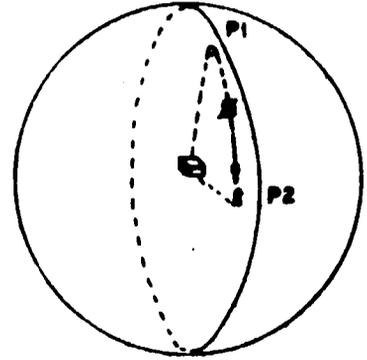


Figura 3.2
 Ângulo Entre Dois Planos Medido Sobre
 a Projeção Estérica

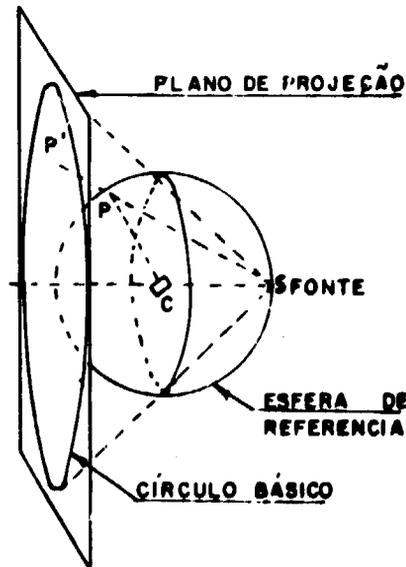


Figura 3.3
 Relação Entre a Projeção Estérica P e
 a Projeção Estereográfica P' do Plano C

Para descrever uma figura de polos são necessários os ângulos α e β mostrados na Figura 3.4.

A Figura 3.5a mostra a localização do polo P' do plano refletor (hkl) sobre a figura de polos.

A Figura 3.5b mostra a projeção estereográfica polar usada para construção das figuras de polos.

A projeção estereográfica construída dessa forma para todos os planos (hkl) de uma amostra policristalina constitui a figura de polos (hkl) para essa amostra.

Uma vez construída a figura de polos, a maneira mais fácil de interpretá-la é em termos de orientações ideais, determinadas por exemplo, através da superposição de projeções estereográficas diferentes à figuras de polos (hkl) e fazendo coincidir os máximos da figura de polos, com os polos do plano (hkl) nas projeções estereográficas.

Dessa forma, uma textura de laminação por exemplo, pode ser descrita, em termos de orientações ($h'k'l'$) [uvw], onde as direções [uvw] determinadas na projeção estereográfica coincidem com uma particular direção na amostra, por exemplo, a direção de laminação e o plano ($h'k'l'$) da projeção estereográfica coincide com um plano de referência na amostra que em geral é o próprio plano de laminação.

3.1.3 – Figuras de Polos Inversas

Orientações preferenciais podem ser também representadas por figuras de polos inversas.

Uma figura de polos inversa indica a distribuição das normais a muitos planos cristalográficos de diferentes (hkl), com relação a uma direção geométrica importante da amostra (por exemplo, o eixo de trefilação de um arame).

Uma figura de polos inversa só indica a posição da normal a um plano cristalográfico (hkl), e por conseguinte, a orientação de qualquer eixo cristalográfico contido no plano (hkl) está indeterminada.

Uma figura de polos inversa é então, muito útil no estudo de materiais deformados, com simetria de rotação, mas dá uma informação incompleta no caso de laminados, quando se deve usar figuras de polos diretas.

3.1.4 – Método Matemático de Descrição de Texturas

O estudo de texturas de materiais policristalinos através de figuras de polos diretas ou inversas está sujeito a ambiguidade decorrentes da determinação das orientações ideais e das proporções em que elas contribuem para a textura.

O método matemático de análise tridimensional desenvolvido por Bunge⁽¹⁵⁾ e por Roe⁽⁶¹⁾, permite determinar com bastante segurança os polos e a dispersão de todas as componentes da orientação presente nos materiais. Este cálculo conduz à obtenção de uma função de distribuição de orientações (FDO) característica da textura considerada.

Esta função pode em seguida, ser introduzida em certos casos de propriedades físicas anisotrópicas tais como o comportamento elástico ou plástico, as propriedades magnéticas etc, para se estudar a anisotropia cristalina dos materiais.

Um conhecimento dos métodos quantitativos de descrição de texturas através de figuras de polos diretas ou inversas é muito útil no estudo de mecanismos de deformação plástica e nos processos

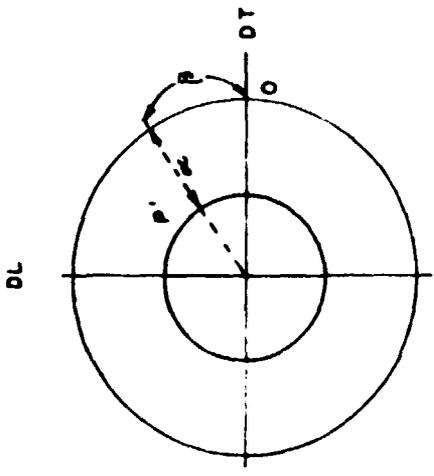


Figura 3.5a
Localização do Polo P' em Função dos
Ângulos α e β na Figura dos Polos

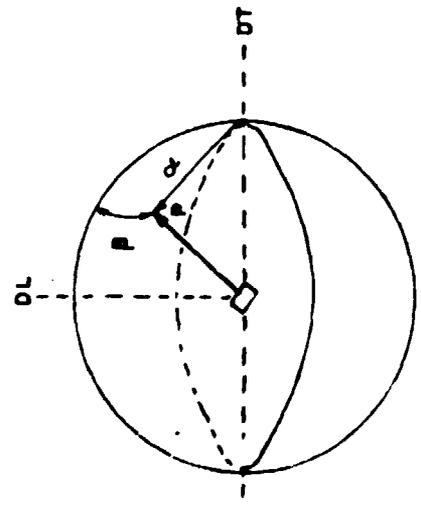


Figura 3.4
Localização do Polo P em Função dos
Ângulos α e β Sobre a Esfera

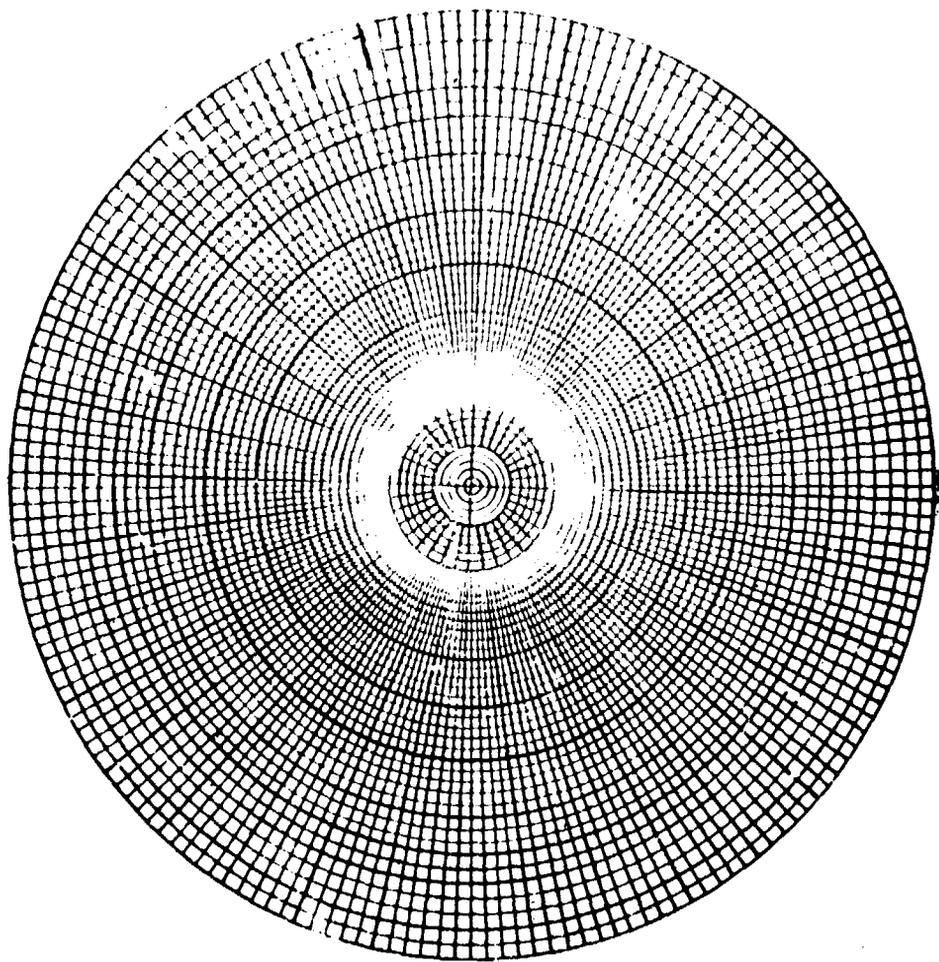


Figura 3.5b - Projeção Estereográfica Polar

de recristalização dos metais. No entanto, as funções de distribuição de orientações são extremamente importantes no estudo de correlações entre textura e anisotropia das diferentes propriedades dos materiais.

3.2 – Difractometria no Estudo de Texturas de Placas Laminadas

O princípio do método experimental é o seguinte: o feixe incidente é espelhado na amostra e o feixe difratado é registrado em um contador nas posições correspondentes ao ângulo de Bragg escolhido.

A amostra é girada, de maneira que todos os planos cristalográficos do tipo (hkl) escolhido, são trazidos para a posição de difração.

As variações registradas na intensidade são devidas à presença de textura.

3.2.1 – Método de Transmissão

Para determinar uma figura de polos completa dois métodos experimentais diferentes devem ser usados: o primeiro chamado métodos experimentais é devido à Decker, Asp e Harkerp pg 25. Na Figura 3.6 ilustramos as características principais desse método.

Inicialmente, é fixado o ângulo 2θ correto, para receber a difração (hkl), determinado através da relação de Bragg:

$$\lambda = 2 d_{hkl} \text{ sen } \Theta_{hkl}$$

A amostra é então, posicionada em goniômetro de texturas Figura 3.7, com a direção de laminação vertical e coincidente com o eixo do difratômetro, que em geral é vertical, e com o plano da amostra como bissetriz entre o feixe incidente e o feixe difratado ($\alpha = \beta = 0^\circ$) como é mostrado na Figura 3.6.

O goniômetro de texturas permite a rotação da amostra em torno do eixo do difratômetro (ângulo α); e em torno de um eixo horizontal normal à superfície da amostra (ângulo β) Vide Figura 3.6.

Essas duas rotações combinadas movem o polo do plano refletor, sobre a figura de polos, construída em um plano paralelo à superfície da amostra.

Os ângulos α e β citados, são definidos como segue:

ângulo α – é o ângulo entre o vetor de espelhamento ou normal ao plano difratante e a superfície da amostra Figura 3.8.

ângulo β – é o ângulo entre a projeção do vetor de espelhamento na superfície da amostra e a direção de laminação. (Figura 3.8).

O método de transmissão é inadequado para descrever a região central da figura de polos, para ângulos $\alpha > 60^\circ$, pois três problemas aparecem:

a) a correção para absorção (quando necessária) se torna imprecisa;

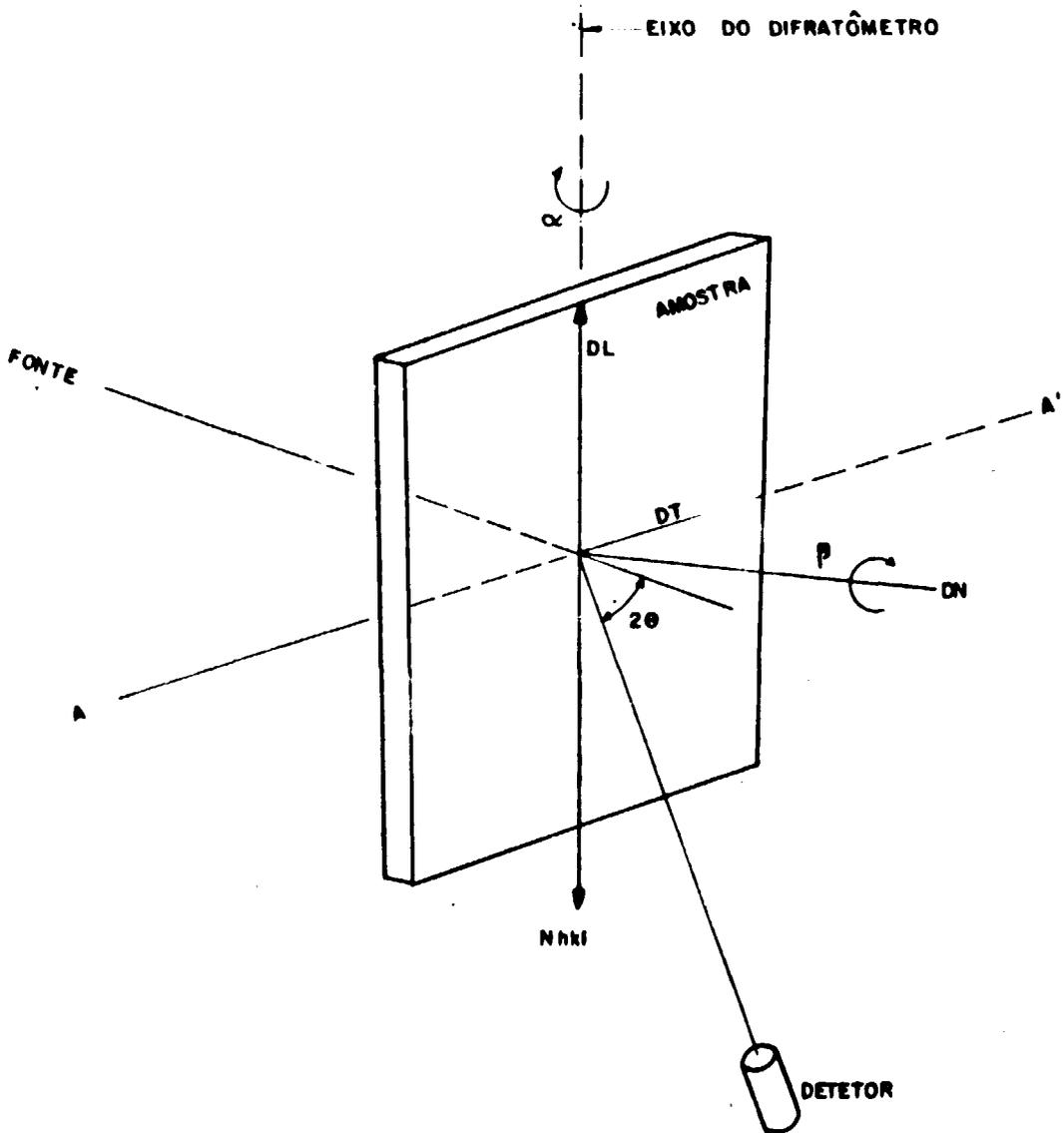


Figura 3.6 – Geometria no Método da Transmissão
 Posição indicada na Figura corresponde aos ângulos $\alpha = \beta = 0^\circ$
 Nhki – Normal aos Planos Difratantes
 DL – Direção de Laminação
 DN – Direção Normal à Amostra
 DT – Direção Transversal

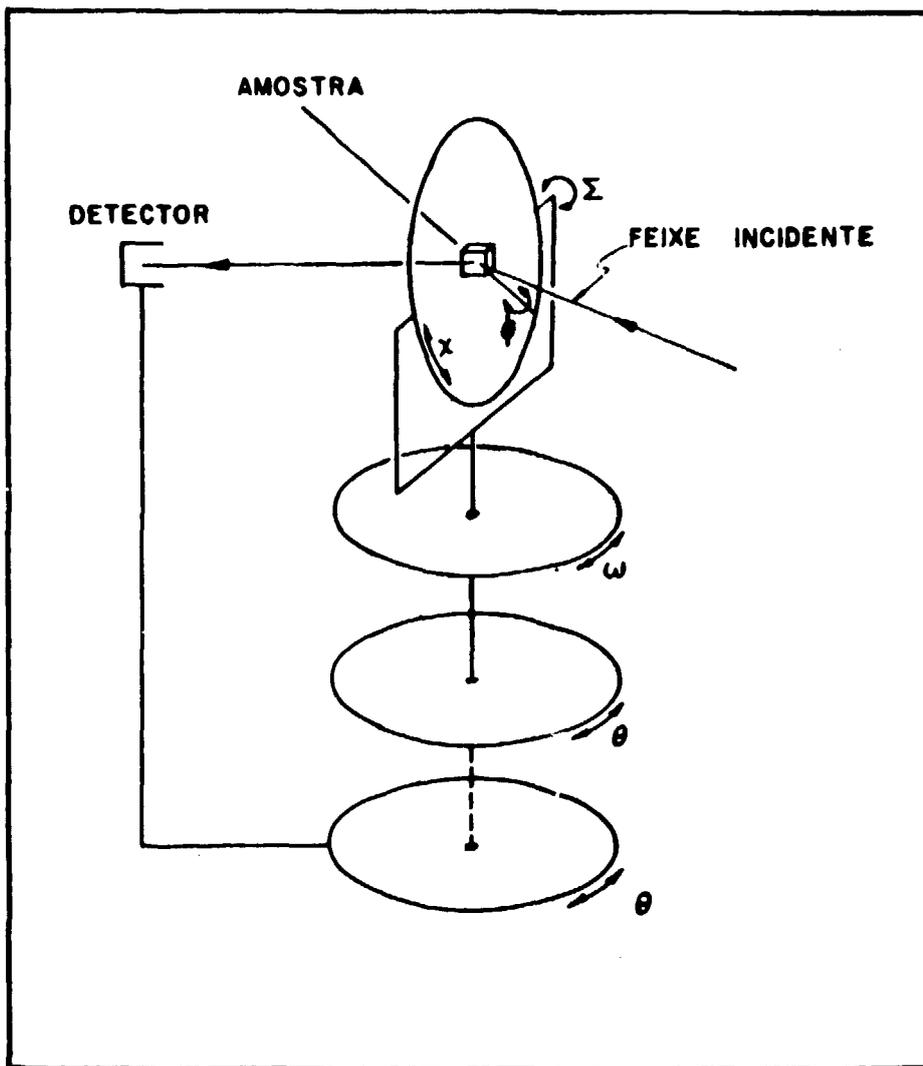


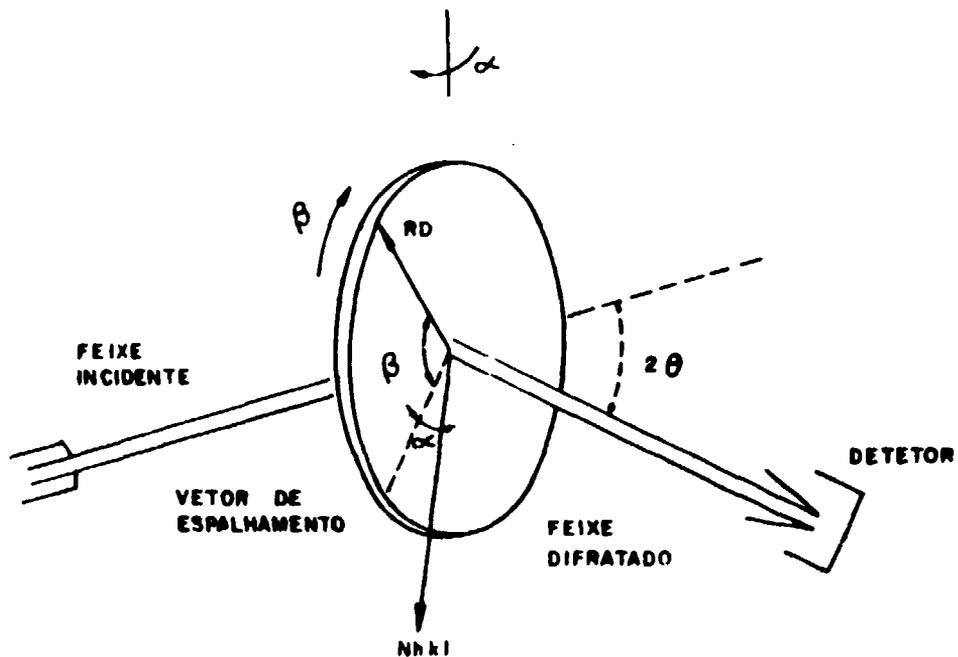
Figura 3.7 - Movimentos Circulares do Difratormetro

Na Transmissão

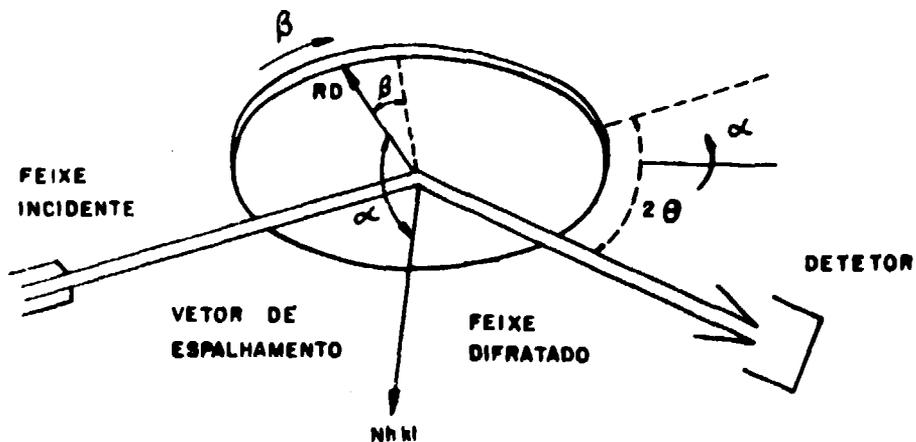
ω Corresponde ao Ângulo α
 χ " " " β

Na Reflexão

χ Corresponde ao Ângulo α
 ϕ " " " β



MÉTODO DA TRANSMISSÃO



MÉTODO DA REFLEXÃO

Figura 3.8 - Ângulos α e β

- b) a armação do suporte de amostras obstrui o feixe difratado;
- c) a amostra fica totalmente imersa no feixe e a intensidade incidente diminui.

3.2.2 – Método de Reflexão

Para construir a parte central da figura de polos, para ângulos $\alpha > 60^\circ$, devemos usar o método de reflexão de Schulz⁽⁶⁴⁾, no qual o feixe difratado é medido do mesmo lado em que incide o feixe primário, com relação à amostra Figura 3.9.

O método de reflexão requer também um goniômetro de texturas, para permitir a rotação da amostra em seu próprio plano, em torno de um eixo normal à sua superfície (ângulo β) e em torno de um eixo AA' horizontal (ângulo α) Vide Figura 3.9.

O eixo AA' está sobre a superfície da amostra e é ajustado inicialmente, por rotação em torno do eixo do difratômetro, para fazer ângulos iguais com o feixe incidente e o feixe difratado.

Depois disso, não se fazem mais rotações em torno do eixo do difratômetro.

Desde que o eixo AA' permanece em uma posição fixa durante outras rotações da amostra, a superfície irradiada, é sempre tangente à um círculo de focalização que passa através da fonte e do contador. Figura 3.10.

Quando a amostra é girada em torno do eixo AA', a normal a sua superfície gira em um plano vertical, mas N_{hkl} , a normal ao plano refletor permanece fixa em uma posição horizontal normal a AA'.

Os métodos de transmissão e o de reflexão combinados, complementam-se mutuamente, o cobrem toda a figura de polos. A prática corrente é usar o método de transmissão, para cobrir o intervalo de $\alpha = 0^\circ$ à $\alpha \cong 50^\circ$ e o método de reflexão para $\alpha \cong 50^\circ$ à $\alpha = 90^\circ$. Esse procedimento produz uma superposição para $\alpha \cong 50^\circ$, que é útil para comparar a precisão de um método com relação ao outro, e necessário para encontrar o fator de normalização para um conjunto de leituras, o que fará com que haja uma correspondência entre os dois métodos.

As intensidades medidas tanto pelo método de reflexão quanto pelo método de transmissão, devem ser corrigidas para ruído de fundo, absorção e variações na geometria do volume difratante.

3.2.3 – Unidade Absoluta de Densidade de Polos

Afim de conhecer quantitativamente o grau de orientação preferencial da amostra, as intensidades medidas após as devidas correções, devem ser comparadas com a intensidade obtida com uma amostra padrão, com os grãos orientados ao acaso, ou seja, com a unidade absoluta de densidade de polos⁽¹¹⁾.

O valor da unidade absoluta pode ser determinado experimentalmente, a partir de uma amostra com orientações ao acaso, mas isso requer medidas adicionais, e o que é muito importante, resulta complicado e às vezes impossível prepará-la sem orientações preferenciais.

É possível também, calcular a intensidade do plano (hkl) de uma amostra com orientações ao acaso, integrando-se as intensidades medidas numa amostra com textura e achando um valor médio através da equação

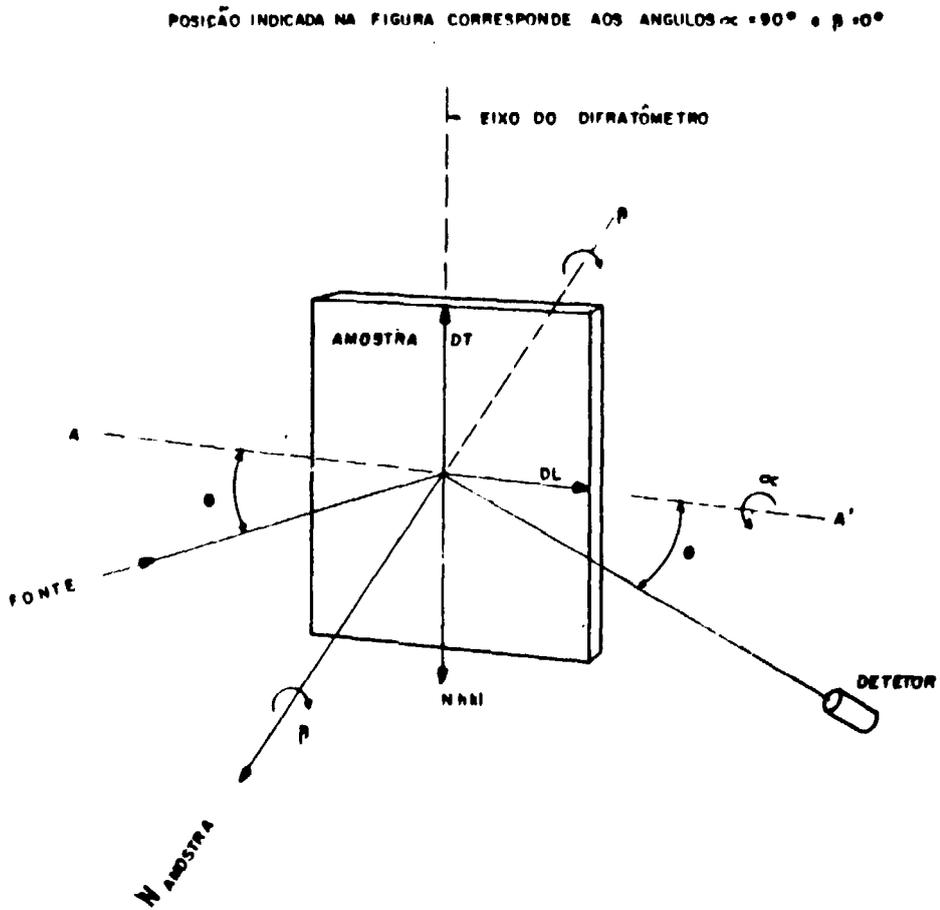


Figura 3.9 - Geometria no Método de Reflexão

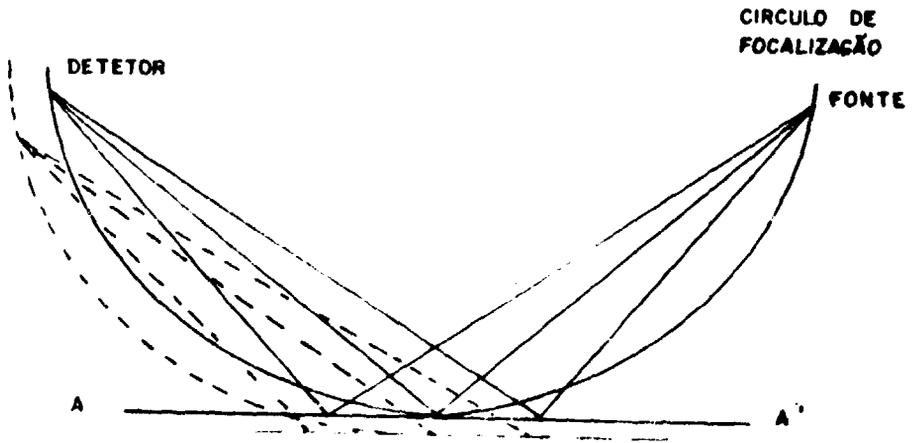


Figura 3.10 - " Circulo de Focalizaco no Mtodo de Reflexo as Linhas Contnuas Representam as Condies de Focalizaco para $\alpha = 90^\circ$ Quando $\alpha \neq 90^\circ$, a Amostra Gira em Torno do Eixo A A' e as Condies de Focalizaco so Representados pela Linha Pontilhada

$$I_{sc}(hkl) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} \frac{I_{hkl}(\alpha, \beta)}{A(\theta, \alpha)} \cos \alpha \sin \alpha d\alpha d\beta \quad (15)$$

vide apêndice I

onde $I_{hkl}(\alpha, \beta)$ são as intensidades medidas já corrigidas para ruído de fundo, variações na geometria e para absorção, sendo $A(\theta, \alpha)$ o fator de absorção.

Para fins de cálculo a integral é substituída por uma somatória dupla e, podemos escrever:

$$I_{sc}(hkl) = \frac{\Delta\alpha\Delta\beta}{2\pi} \sum_{\alpha} \sum_{\beta} \frac{I_{hkl}(\alpha, \beta)}{A(\alpha, \beta)} \cos \alpha$$

onde $\Delta\alpha$ e $\Delta\beta$ são em geral expressos em radianos.

OBS: Neste trabalho, o ângulo α foi variado de 0° a 90° e o ângulo β de 0° a 180° ; portanto para calcular a unidade absoluta de densidade de polos em nosso caso não existe o fator 2 no denominador.

Ficamos então com

$$I_{sc}(hkl) = \frac{\Delta\alpha\Delta\beta}{n} \sum_{\alpha} \sum_{\beta} \frac{I_{hkl}(\alpha, \beta)}{A(\alpha, \beta)} \cos \alpha$$

que foi a equação usada para cálculo de I_{sc}

CAPÍTULO IV

MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

4.1 – Preparação das Amostras

Amostras de Nióbio em forma de placas, de aproximadamente 5,0 mm de espessura cortadas previamente de um lingote de 99,8% de pureza nominal, foram obtidas no Departamento de Física do Estado Sólido da Universidade Estadual de Campinas.

4.1.1 – Laminação

A fim de analisar a evolução da textura com a taxa de deformação foram escolhidas as taxas de redução em espessura de 60%, 80% e 95%.

Essas taxas correspondem aos pontos A, B e C sobre a curva de microdureza Figura 4.1 em função da taxa de redução em espessura, pontos esses nos quais os valores da microdureza são bem distintos entre si, levando-nos a investigar o comportamento da textura nestas taxas de deformação.

A laminação das amostras foi realizada a frio, com vários passes de pequena redução, sem reversão de extremidades sempre na mesma direção, até atingir a deformação desejada.

As taxas de deformação foram calculadas pela expressão:

$$\text{taxa de deformação} = \frac{E_0 - E}{E_0} \times 100$$

onde

E_0 - espessura inicial

E - espessura final

4.1.2 - Recozimento

A fim de analisar a evolução das texturas do Nióbio com o tempo de recozimento, as amostras deformadas de 95% foram recozidas a 800°C, em vácuo de 10^{-4} TORR, durante 15 minutos, 30 minutos, 60 minutos e 120 minutos.

4.1.3 - Superposição das Placas

De maneira a aumentar o volume de Nióbio irradiado duas ou mais placas de Nióbio, com 5 cm por 5 cm, foram superpostas, conservando-se a direção de laminação sempre na mesma posição.

As amostras assim obtidas estão classificadas na Tabela II.

A amostra número 6 - Nióbio laminado de 95% e recozido durante 60 minutos, sofreu uma deformação adicional por compressão durante 20 minutos sob pressão de 2×10^4 POUNDS, após o recozimento.

4.1.4 - Análise Química

O Nióbio utilizado neste trabalho tem pureza de 99,8%.

A maior parte das impurezas é constituída por Tântalo.

A Tabela III mostra o resultado da análise espectrográfica do material.

4.1.5 - Microdureza

As curvas da Figura 4.1 mostram as variações na microdureza com a taxa de deformação e com o tempo de recozimento.

Tabela II
Classificação das Amostras

a) de laminação				
amostra	taxa de laminação	espessura (mm)	nº de placas	
1	60%	2,00	2	
2	80%	1,00	3	
3	95%	0,25	10	
b) amostras de recozimento				
amostra	taxa de laminação	espessura (mm)	nº de placas	tempo de recozimento (min)
4	95%	0,25	10	15
5	95%	0,25	10	30
6	95%	0,25	10	60
7	95%	0,25	10	120

Tabela III

DETECTADOS		
Magnésio	<	0,0001%
Prata	≅	0,005 %
NÃO DETECTADOS		
Vanádio	<	0,1 %
Manganês	<	0,01 %
Cromo	<	0,01 %
Níquel	<	0,01 %
Estanho	<	0,01 %
Cobalto	<	0,01 %
Ferro	<	0,01 %
Molibdênio	<	0,01 %
Cádmio	<	0,01 %
Zinco	<	0,01 %
Boro	<	0,001 %
Silício	<	0,001 %
Alumínio	<	0,001 %
Titânio	<	0,001 %
Chumbo	<	0,0001%

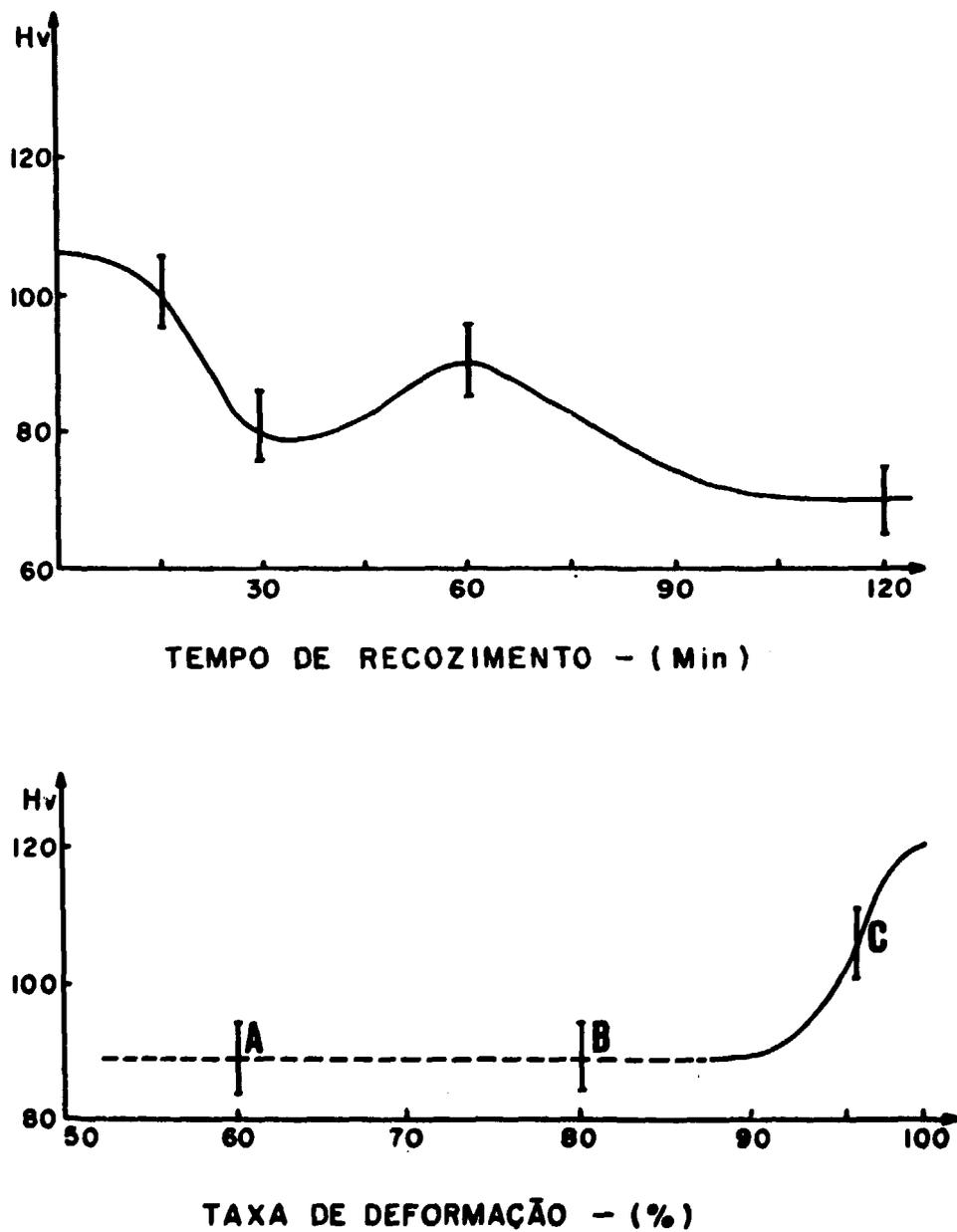


Figura 4.1

4.1.6 – Microestrutura

As fotografias da Figura 4.2 mostram as microestruturas das várias amostras.

As Figuras 4.2a, 4.2b e 4.2c apresentam microestruturas da amostra laminada de 95% e recozida durante 120 minutos a 800°C, sob vácuo de 10^{-4} TORR.

Notamos que essa amostra não está ainda completamente recristalizada apresentando regiões deformadas como da Figura 4.2a.

A região mostrada na Figura 4.2b apresenta recristalização primária completa e na região mostrada pela Figura 4.2c notamos que já houve crescimento de grão ou recristalização secundária.

Essas diferenças observadas na evolução da recristalização, numa mesma amostra, podem ser explicadas pelo fato de a deformação plástica não ter sido homogênea em todo o material.

A taxa de deformação estimada em 95% não é constante ou seja varia de uma região para outra da amostra.

As regiões com taxa de deformação mais altas recristalizam primeiro o que provoca o comportamento heterogêneo notado durante a recristalização com a presença simultânea de regiões deformadas e de regiões já com recristalização secundária.

A Figura 4.2d mostra a microestrutura da amostra recozida a 1200°C durante 60 minutos. A região mostrada nesta figura é representativa de toda a amostra.

Nota-se que nessas condições a amostra já se apresenta completamente recristalizada.

Os aumentos das figuras 4.2 foram de 91 vezes.

4.1.7 – Testes de Tração

Para melhor caracterização das amostras Testes de tração foram realizados com amostras estampadas segundo os padrões ASTM com a direção de laminação coincidente com o eixo de tração; vide Figura 4.3.

Os testes foram realizados em uma máquina INSTRON, modelo 1125.

A carga usada foi de 100 kg.

A velocidade do travessão foi de 0,5 mm/min e a do papel 100 mm/min.

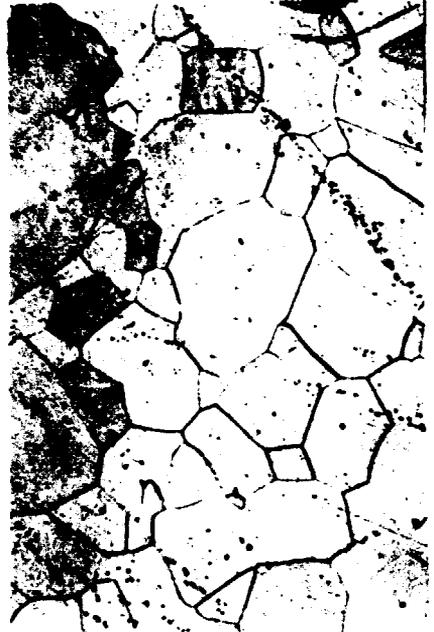
Os resultados dos testes de tração são apresentados na Figura 4.3.

A Figura 4.3.a mostra o limite de escoamento em Kg/mm² em função do tempo de recozimento, e a Figura 4.3.b mostra o limite de resistência em Kg/mm² em função do tempo de recozimento, para amostras deformadas de 95% por laminação.

Notamos nessas figuras que tanto o limite de escoamento, quanto o limite de recozimento variam bastante após 15 minutos de recozimento, mantendo-se praticamente constante após recozimentos em tempos maiores.



(c)



(d)



(a)



(b)

Figura 4.2 – Microestruturas

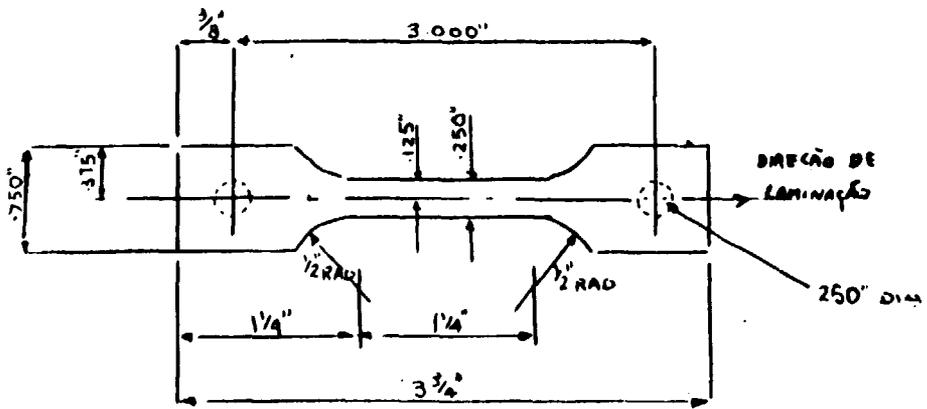


Figura 4.3 – Amostras para Testes de Tração

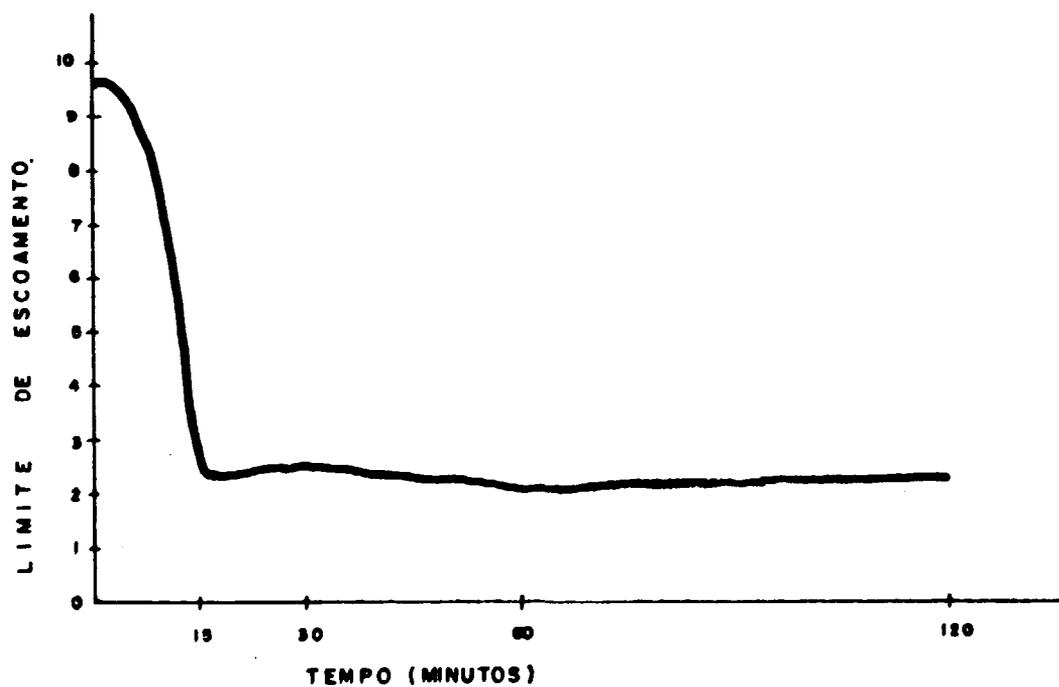


Figura 4.3a - Limite de Escoamento em Função do Tempo de Recozimento para Amostras Laminadas de 95%
Eixo de Tração Coincidente com a Direção de Laminação

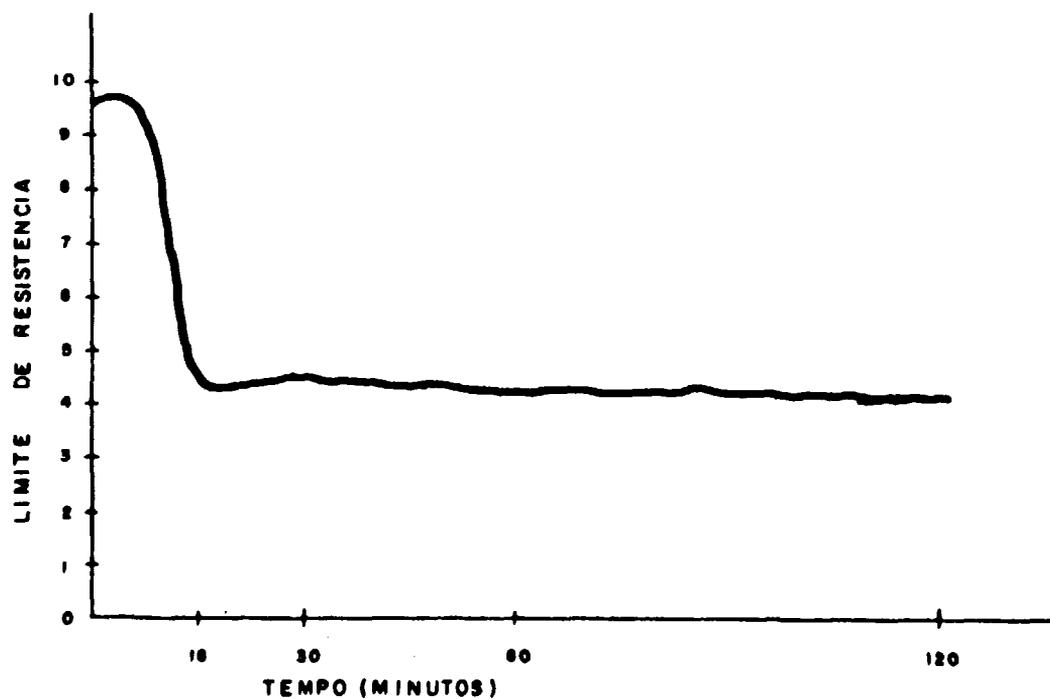


Figura 4.3b - Limite Resistência em Função do Tempo de Recozimento para Amostras Laminadas de 95%
Eixo de Tração Coincidente com a Direção de Laminação

4.1.8 – Polimentos e Ataques Químicos Usados,

A fim de analisar as microestruturas, as amostras foram polidas mecanicamente e a seguir atacadas quimicamente com uma solução adequada para revelar os contornos de grão.

O polimento mecânico foi feito com lixas d'água de granulação 320, 400, 600; a seguir foi usado óxido de cromo e alumina nas granulações $0,3 \mu$ e $0,05 \mu$.

O ataque químico usado consistia de 70% de ácido nítrico e 30% de ácido hidrófluorídrico.

4.2 – Procedimentos Experimentais

4.2.1 – Colocação da Amostra do Difratorômetro

As medidas de textura das placas foram realizadas em um difratorômetro de nêutron no reator IEA – R1⁽⁵⁶⁾.

Na Figura 4.4 é mostrado um esquema simplificado do difratorômetro.

As etapas do procedimento experimental são as seguintes:

- 1) O conjunto de placas superposta que constitui cada amostra é parafusado a uma placa circular de cádmio, com aproximadamente 12,0 cm de diâmetro. Essa placa de cádmio, possui um orifício central circular, com 35 mm de diâmetro. Dessa forma apenas a parte central da amostra é exposta ao feixe; Vide Figura 4.5.
- 2) O feixe de nêutrons é colimado, com secção transversal elíptica (no método de transmissão) e circular (no caso de reflexão) através de placas de cádmio com fendas elípticas ou circulares dependendo o método a ser usado;
- 3) A placa de cádmio (com as amostras) é, então parafusada no suporte de amostras, que é um anel metálico como mostra a Figura 4.6.a. Nesta etapa o principal cuidado a ser tomado é quanto à centralização da parte exposta da amostra e do suporte;
- 4) A seguir o suporte de amostras é adaptado ao goniômetro, sendo posteriormente ajustado para que haja boa centralização entre o suporte (e portanto da amostra) e do goniômetro. Figura 4.6.b.

A geometria do difratorômetro é tal que uma vez colocado o goniômetro no difratorômetro, o seu centro corresponderá à parte central d.

No método de transmissão, as condições iniciais correspondentes aos ângulos $\alpha = \beta = 0^\circ$, Figura 3.6 são conseguidas com os seguintes procedimentos:

- a) a superfície da amostra deve estar perfeitamente vertical, este ajuste é feito com fio de prumo;
- b) a superfície da amostra deve estar na bissetriz do ângulo entre o feixe incidente e o feixe difratado ($\alpha = 0$);
- c) a direção de laminação deve ser vertical, dirigida para cima ($\beta = 0$)

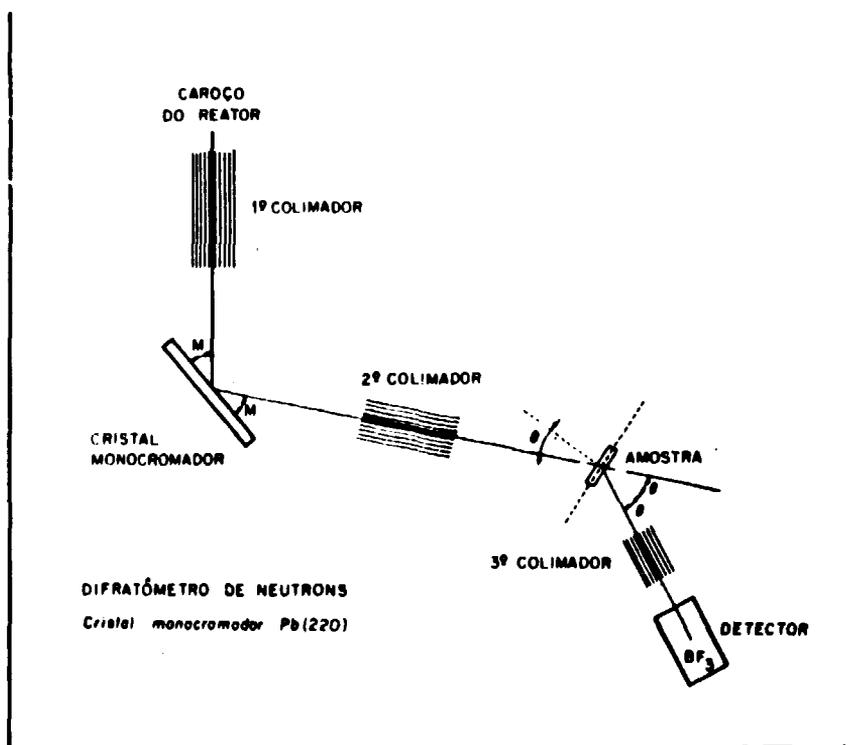


Figura 4.4 - Disposição Esquemática das Partes Constituintes de um Difratormetro de Nêutrons

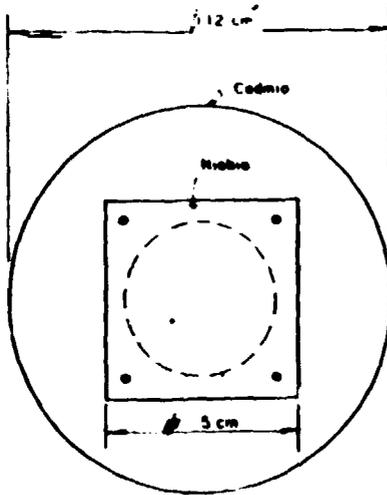


Figura 4.5a

Placas de Níbio Presas à Placa de Cádmio
(vista trazeira)

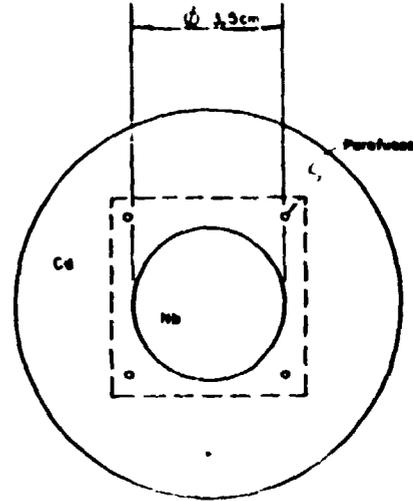


Figura 4.5b

Placas de Níbio Presas à Placa de Cádmio
(vista frontal)

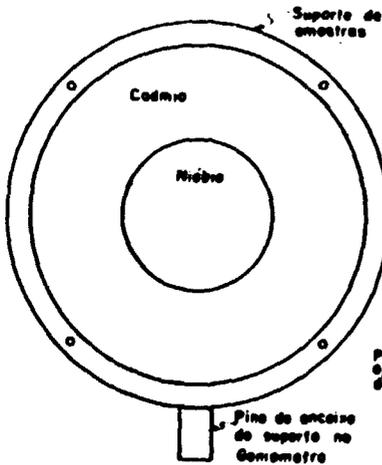


Figura 4.6a

Amostras de Níbio com a Máscara de
Cádmio Presas ao Suporte de Amostras

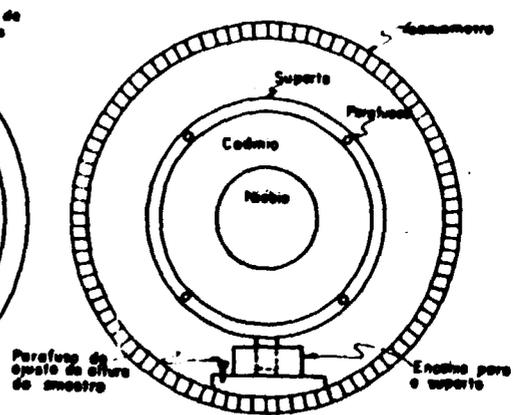


Figura 4.6b

Suporte de Amostras Adaptado ao
Goniómetro

No método de reflexão o ajuste para a posição inicial $\alpha = 90^\circ$ e $\beta = 0^\circ$, é feito através das seguintes etapas: Vide Figura 3.9.

- a) a amostra deve estar perfeitamente vertical o que também é controlado com fio de prumo;
- b) a superfície da amostra deve formar ângulos iguais com os feixes incidente e difratado;
- c) a direção de laminação deve ser horizontal com sentido coincidente com o de propagação do feixe ($\beta = 0$)

A reprodutibilidade nas medidas de intensidades foi garantida através da utilização de uma câmara de fissão para monitoração dos nêutrons, eliminando assim os problemas decorrentes de flutuações na potência do reator.

O comprimento de onda disponível era de $\lambda = 1.1082 \text{ \AA}$.

As mudanças de posição das amostras foram feitas automaticamente através de módulos de comando acoplados ao goniômetro.

Os incrementos nos ângulos α e β foram de 5° .

Tanto na transmissão, como na reflexão o feixe enxergava a amostra girar no sentido horário para ângulos β crescentes.

4.2.2 – Normalização entre Transmissão e Reflexão

O método de transmissão foi usado para ângulos α variando de 0° a 60° e o de reflexão para α variando de 60° a 90° .

O ângulo β foi variado de 0° a 180° em ambos os métodos.

Os valores obtidos de ambos os métodos foram normalizados para $\alpha = 60^\circ$.

O fator de normalização F foi encontrado para cada amostra através da equação

$$F = \frac{\sum_{\beta_i} I_{trans}}{\sum_{\beta_i} I_{reflexão}} \quad \text{para } \alpha = 60^\circ$$

onde

I_{trans} são as intensidades medidas por transmissão e

$I_{reflexão}$ são as intensidades medidas por reflexão, já corrigidas para radiação de fundo e variações geométricas no volume difratante.

As intensidades usadas para cálculo do fator F foram apenas aquelas que estão sobre os picos de intensidade, não entrando no cálculo do fator de normalização as regiões de baixa intensidade.

As regiões de baixa intensidade são desprezadas nesse cálculo porque como elas são da ordem de grandeza da radiação de fundo, o erro percentual na medida das mesmas é muito grande, o que não ocorre nas regiões de intensidade altas.

As intensidades obtidas pelo método de reflexão foram multiplicadas pelo fator de normalização F.

Na Figura 4.7 podem ser vistas as curvas:

- a) obtida por transmissão;
- b) obtida por reflexão;
- c) obtida por reflexão e normalizada.

Podem ser notados que o processo usado é bastante adequado, havendo uma boa concordância entre as curvas (a e c) após a normalização.

4.2.3 – Calibração do Ângulo de Bragg

Os ângulos de Bragg (2θ) correspondentes aos planos (110) e (200) foram calculados pela equação

$$\lambda = 2d \sin \Theta$$

onde

$$d = \frac{2a}{h^2 + k^2 + l^2}$$

Sendo a o parâmetro da rede que para o Nióbio é igual a 3.3007 Å.

Os valores calculados foram:

$$\text{para o plano (110)} \quad 2\theta = 27.47^\circ$$

$$\text{para o plano (200)} \quad 2\theta = 39.24^\circ$$

Calibração experimental do ângulo 2θ

A Figura 4.8 mostra um espectro de difração para o Nióbio, onde as intensidades foram medidas em função do ângulo de Bragg.

Dessa figura notamos que o ângulo de Bragg para o plano (110) corresponde ao valor $2\theta = 27,25^\circ$, e o ângulo de Bragg para o plano (200) corresponde ao valor $2\theta = 39^\circ$.

Os desvios entre os valores calculados e os valores determinados experimentalmente estão ligados à reprodutibilidade na medida de ângulos com o goniômetro.

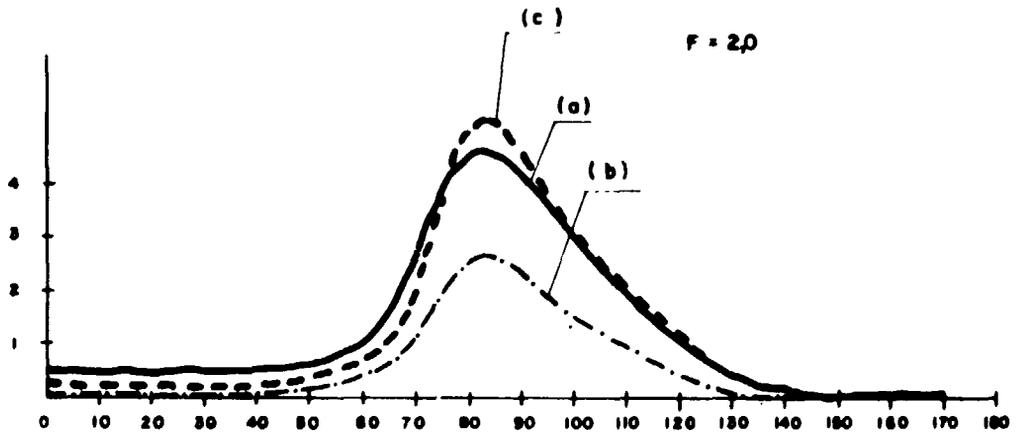


Figura 4.7 - Curvas de Intensidade em Função do Ângulo β . para $\alpha = 60^\circ$

- a) Método Transmissão
- b) Método Reflexão
- c) Curva Obtida por Reflexão e Normalizada Fator de Normalização $F = 2,0$
Amostra: Nióbio Laminado de 95% Recozido 30 minutos

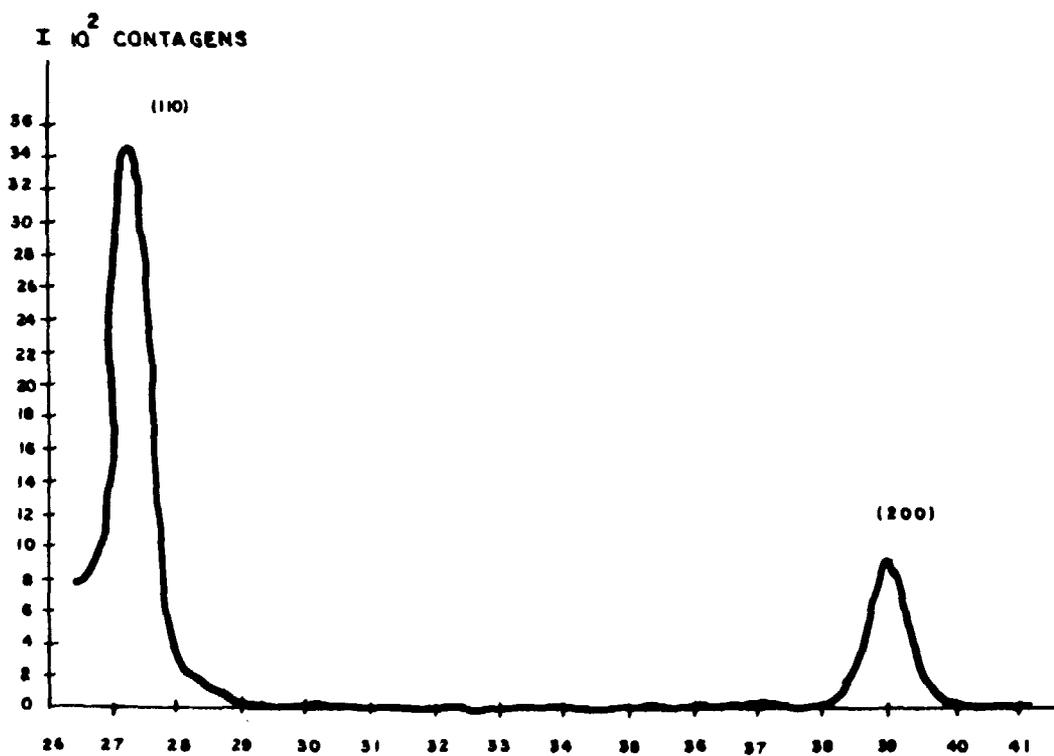


Figura 4.8 - Calibração do Ângulo 2θ Intensidade em Função do Ângulo 2θ $\alpha = 2^\circ$
 $2\theta = 27,25^\circ$ Plano (110)
 $2\theta = 39,00^\circ$ Plano (200)

Os valores usados no decorrer desse trabalho foram os determinados experimentalmente por corresponder melhor à situação real.

4.3 – Correções Usadas

4.3.1 – Radiação de Fundo

Os valores da radiação de fundo para cada ângulo α foram determinados de um lado e de outro dos picos de intensidade, colocando-se o contador em ângulos correspondentes a $(2\theta \pm 1^\circ)$, ou seja 1° abaixo e 1° acima do ângulo de Bragg.

Duas medidas de radiação de fundo foram feitas para cada posição do contador para cada ângulo α , obtendo-se assim 4 valores da radiação de fundo para cada α .

Foi feita a média aritmética entre esses valores e os resultados foram levados a gráficos mostrados na Figura 4.9.

O valor da radiação de fundo para cada α , foi determinado então sobre o gráfico e subtraído posteriormente das intensidades medidas.

4.3.2 – Correções Geométricas

O volume difratante varia à medida que a posição da amostra é mudada.

O aumento no ângulo α leva a um aumento no volume difratante no caso de transmissão e a uma diminuição do volume difratante na reflexão.

As variações no ângulo β não tem nenhum efeito sobre o volume.

Os fatores de correção n são mostrados na Tabela V para o método de transmissão e na Tabela VI para o método de reflexão.

Esses fatores foram calculados a partir das geometrias do sistema em cada método, mostradas nas Figuras 4.10 e Figura 4.11.

Nessas figuras a amostra é girada de um ângulo α a partir da posição mostrada nas figuras.

Os valores de intensidade medidos, após serem descontados do valor da radiação de fundo são multiplicados por esses fatores.

4.3.2.1 – (Tabela V).

4.3.2.2 – Fatores de Correção na Reflexão (Tabela VI)

4.3.3 – Correções por Absorção e por Extinção Secundária

A absorção de nêutrons na maioria dos metais é suficientemente baixa e pode ser desprezada em estudos de texturas⁽⁶⁷⁾.

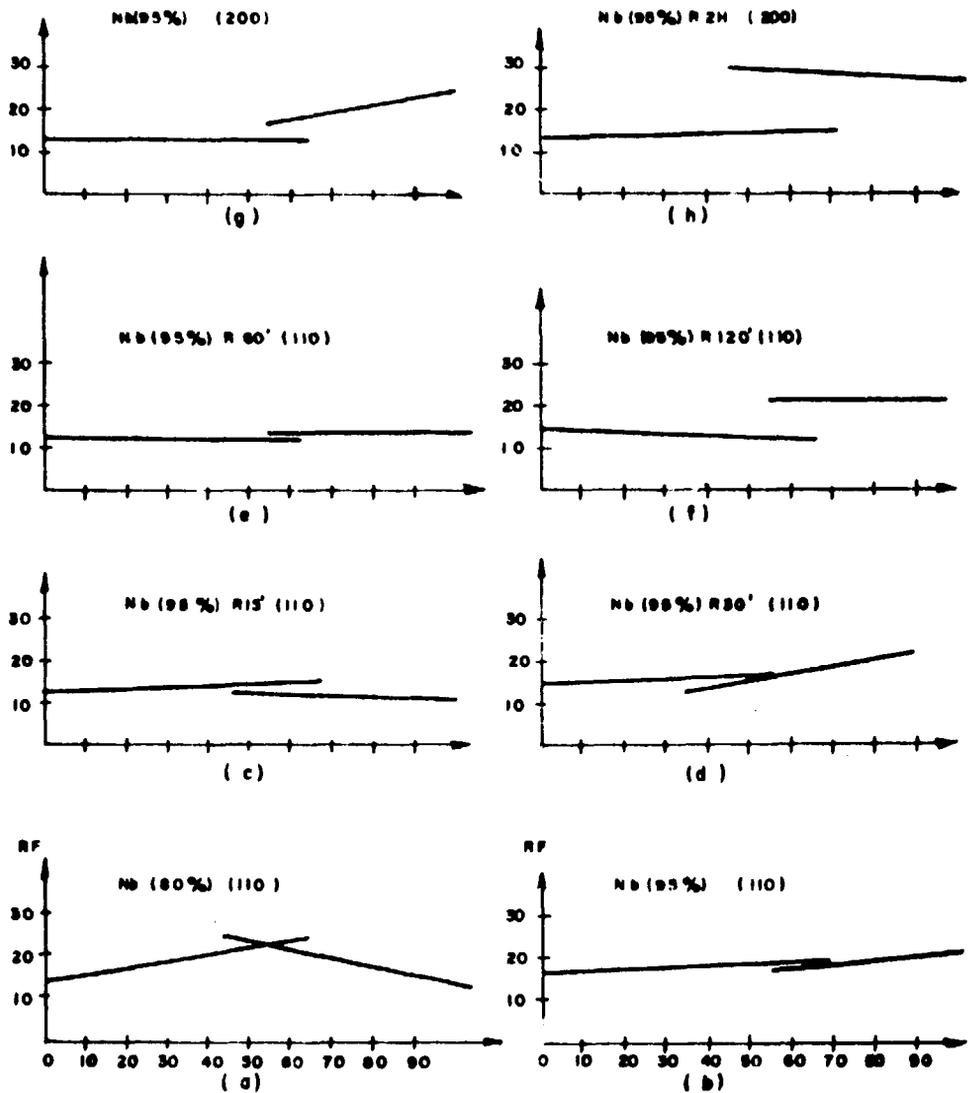
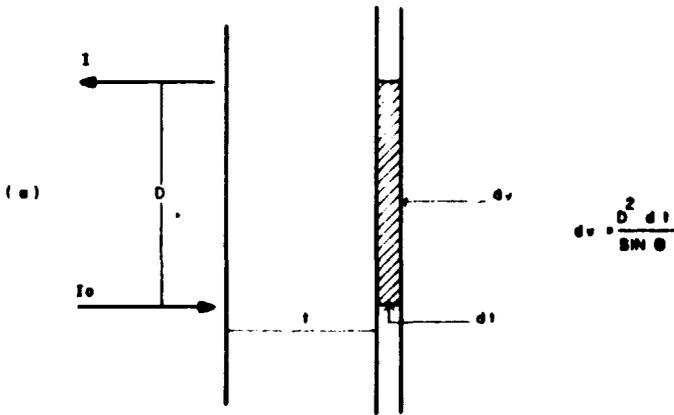
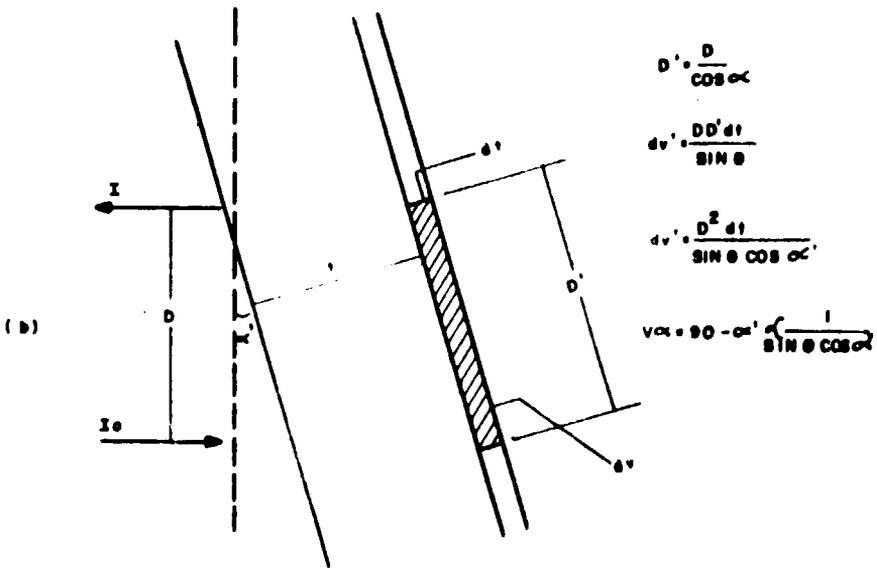


Figura 4.9 – Ruído de Fundo em Função do Ângulo α para os Métodos de Transmissão $\alpha = 0^\circ$ À $\alpha = 60^\circ$ e de Reflexão $\alpha = 60^\circ$ À $\alpha = 90^\circ$

- a) Nióbio com 80% de Laminação Plano (110)
- b) Nióbio com 95% de Laminação Plano (110)
- c) Nióbio com 95% de Laminação Recozido 15 Minutos Plano (110)
- d) Nióbio com 95% de Laminação Recozido 30 Minutos Plano (110)
- e) Nióbio com 95% de Laminação Recozido 60 Minutos Plano (110)
- f) Nióbio com 95% de Laminação Recozido 120 Minutos Plano (110)
- g) Nióbio com 95% de Laminação Plano (200)
- h) Nióbio com 95% de Laminação Recozido 120 Minutos Plano (200)



(a) POSIÇÃO CORRESPONDENTE AO ÂNGULO $\alpha = 90^\circ$



(b) POSIÇÃO CORRESPONDENTE AO ÂNGULO $\alpha = 90^\circ - \alpha'$

Figura 4.11 - Correções Geométricas na Reflexão

Tabela V

Fatores de Correção na Transmissão

$\Theta = 13.625^\circ$			
α	$\alpha + \Theta$	$\frac{1}{\cos(\alpha + \Theta)}$	$n = \frac{\cos(\alpha + \Theta)}{\cos(60^\circ + \Theta)}$
0	13.625	1.029	3.447
5	18.625	1.055	3.362
10	23.625	1.091	3.251
15	28.625	1.139	3.114
20	33.625	1.201	2.953
25	38.625	1.280	2.771
30	43.625	1.381	2.568
35	48.625	1.513	2.344
40	53.625	1.686	2.103
45	58.625	1.921	1.846
50	63.625	2.251	1.576
55	68.625	2.744	1.293
60	73.625	3.547	1

OBS. Supondo-se por simplificação, o volume em $\alpha = 60^\circ$ como correto ($\alpha = 60^\circ$ é o ângulo de normalização entre transmissão e reflexão), todas as intensidades devem ser multiplicadas por fatores $n > 1$.

Tabela VI

α	$\alpha' = 90 - \alpha$	$V_{\alpha'} \frac{1}{\sin \Theta \cos \alpha'}$	$n = \frac{V_{\alpha'}}{V_{60}}$
90	0	$1/\sin \Theta$	1.155
85	5	$1.004/\sin \Theta$	1.150
80	10	$1.015/\sin \Theta$	1.138
75	15	$1.035/\sin \Theta$	1.116
70	20	$1.064/\sin \Theta$	1.086
65	25	$1.103/\sin \Theta$	1.047
60	30	$1.155/\sin \Theta$	1.000

Por outro lado, a extinção secundária ou espalhamento múltiplo reduz a intensidade do feixe de nêutrons difratado.

Esse efeito ocorre mais frequentemente quando o tamanho de grão é pequeno e a amostra relativamente espessa.

As reduções de intensidade devido à extinção secundária são mais fortes nos picos mais intensos.

Quanto maior o caminho dos nêutrons na amostra maior será o efeito da extinção secundária.

No método de transmissão, o caminho dos nêutrons no material é maior quando se mede o interior da figura de polos ($\alpha \cong 50^\circ, 60^\circ$) do que quando se mede a periferia (α em torno de 0°), conseqüentemente os efeitos de extinção secundária nas figuras de polos serão mais acentuados nos máximos centrais.

Os problemas decorrentes da extinção secundária são considerados por Kajamaa⁽⁴²⁾ e as figuras de polos apresentadas por esse autor são corrigidas levando em conta esse fator.

Szpunar⁽⁶⁷⁾ realizou várias experiências com amostras possuindo a mesma textura, mas diferentes espessuras (o que acarreta um fator de extinção secundária diferente para cada amostra) e chegou à conclusão de que este efeito é muito pequeno e não tem importância em estudos de texturas.

No entanto, o trabalho de Szpunar não especifica quais os materiais usados nesses testes e com relação ao Nióbio é importante ressaltar que esse metal possui uma alta secção de choque total de espalhamento para nêutrons e portanto, alta extinção secundária.

Apesar do que foi exposto, as intensidades medidas não serão corrigidas por extinção secundária, porque neste trabalho estamos interessados na determinação das orientações ideais que descrevem a textura e a centralização dos picos de intensidade não é afetada por problemas de extinção secundária.

CAPÍTULO V

RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Na Figura 5.1 são mostradas as curvas de intensidade em função do ângulo β para $\alpha = 0^\circ$, para os planos (110) para as amostras:

- a) Nióbio como recebido
- b) Nióbio com 60% de laminação
- c) Nióbio com 80% de laminação
- d) Nióbio com 95% de laminação

As irregularidades registradas na intensidade para a amostra como recebida (curva a) são devidas ao fato de a amostra ser constituída de grãos grandes.

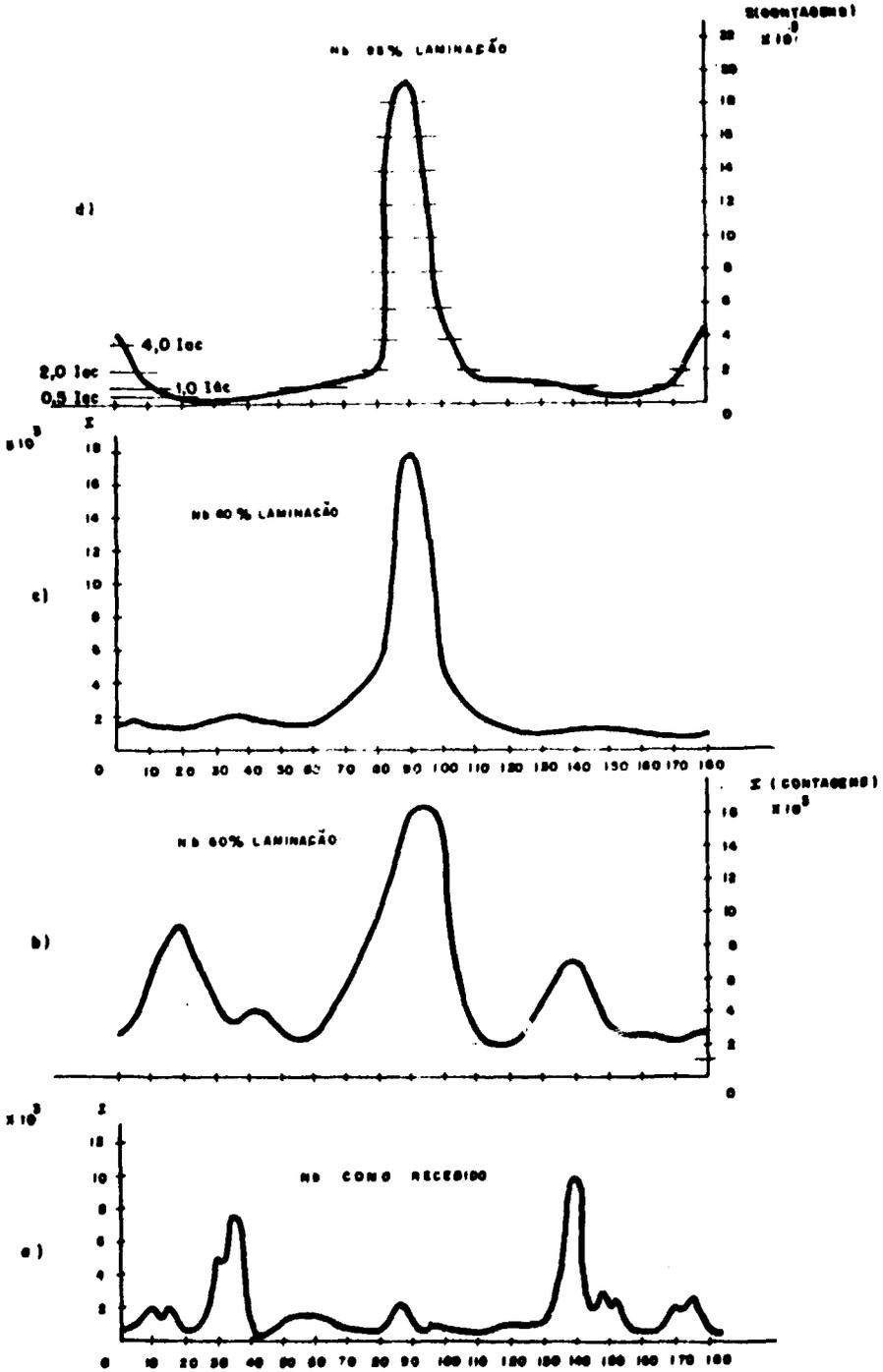


Figura 5.1 - Intensidade em Função do Ângulo β para $\alpha = 0^\circ$

- a) Nióbio como Recebido
- b) Nióbio com 60% de Laminacao a Frio
- c) Nióbio com 80% de Laminacao
- d) Nióbio com 95% de Laminacao

Para o Nióbio laminado de 60% nota-se dois picos adicionais, assimétricos com relação ao pico observado em $\beta = 90^\circ$. Estes picos estão provavelmente relacionados com a estrutura bruta de fusão ainda não totalmente modificada pelo tratamento mecânico. Este argumento é reforçado pelo fato de que esses picos desaparecem gradualmente, em taxas mais altas de deformação como pode ser notado nas curvas (c) e (d).

Nas curvas (c) e (d) notamos o aparecimento de pico nas posições correspondentes a $\beta = 0^\circ$ e $\beta = 180^\circ$ que, como o pico em $\beta = 90^\circ$, estão ligados à textura de deformação do Nióbio.

Na Figura 5.2 são mostradas as curvas de intensidade em função do ângulo β para $\alpha = 0^\circ$ para os planos (110) para as amostras:

- a) Nióbio laminado de 95% recozido 15 minutos;
- b) Nióbio laminado de 95% recozido 30 minutos;
- c) Nióbio laminado de 95% recozido 60 minutos;
- d) Nióbio laminado de 95% recozido 120 minutos.

Na Figura 5.3 estão as curvas de intensidade em função do ângulo β para $\alpha = 0^\circ$, para os planos (200) para as amostras:

- a) Nióbio laminado de 95%
- b) Nióbio laminado de 95% e recozido 120 minutos

Na Figura 5.4 estão curvas de intensidade em função do ângulo α para $\beta = 30^\circ$, para os planos (110) e para as amostras:

- a) Nióbio com 60% de deformação
- b) Nióbio com 80% de deformação
- c) Nióbio com 95% de deformação

Os níveis indicados (na Figura 5.1d) como $0,5 I_{ac}$, $1,0 T_{ac}$, $2,0 I_{ac}$ etc correspondem a múltiplos e submúltiplo da unidade absoluta de densidade de polos I_{ac} .

Os pontos determinados por esses níveis sobre as curvas de intensidade são levados para a projeção estereográfica polar da Figura 3.5.b em função dos ângulos α e β .

As variações de intensidade, em função dos ângulos α e β , numa figura de polos se representam por pontos. Os pontos de igual intensidade são ligados formando curvas de isointensidade.

Tendo em vista que a intensidade do feixe difratado é proporcional ao volume difratante, a figura de polos do plano (hkl) selecionado, representa a densidade de planos paralelos a uma certa direção no espaço, especificada pelos ângulos α e β .

As figuras de polos obtidas para as várias amostras são apresentadas nas figuras seguintes a saber:

Figura 5.5 figura de polos para o plano (110) para Nióbio laminado de 60%.

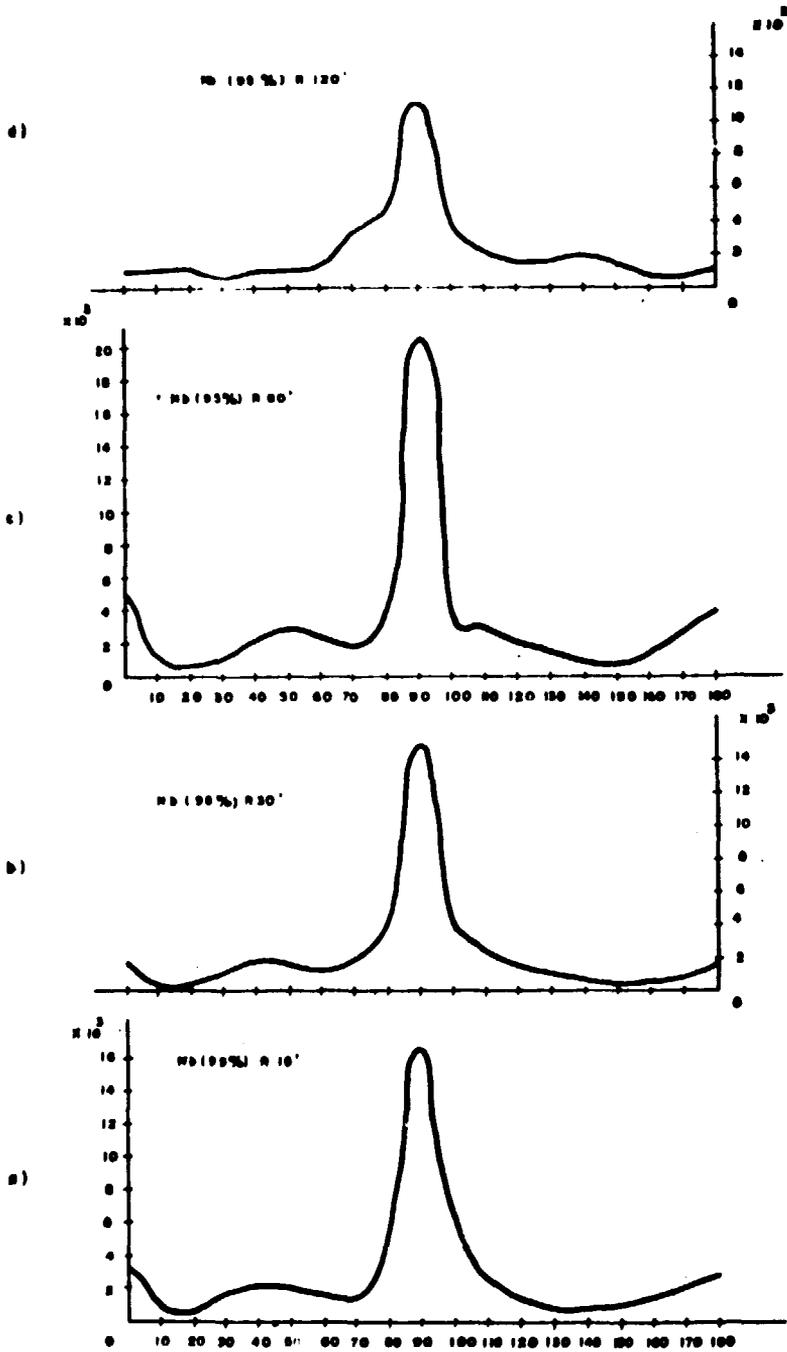


Figura 5.2 – Intensidade em Função do Ângulo β para $\alpha = 0^\circ$

- a) Para Nb com 95% de Laminação Recozido 15 Minutos
- b) Para Nb com 95% de Laminação Recozido 30 Minutos
- c) Para Nb com 95% de Laminação Recozido 60 Minutos
- d) Para Nb com 95% de Laminação Recozido 120 Minutos

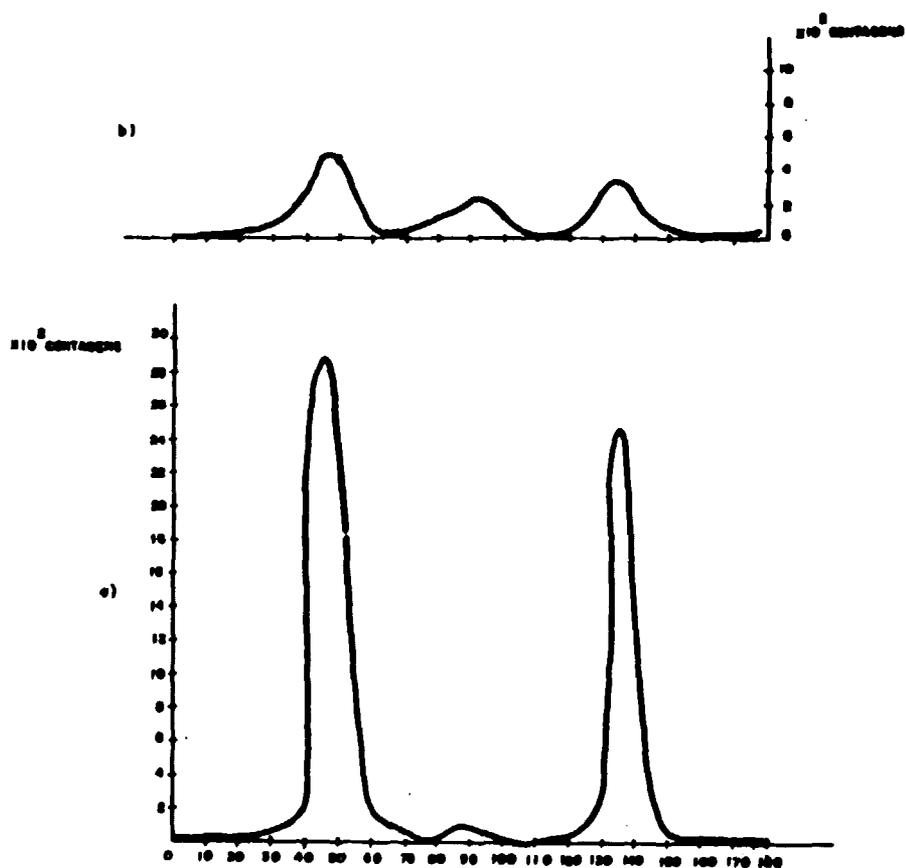


Figura 5.3 – Intensidade em Função do Ângulo β para $\alpha = 0^\circ$

a) Nióbio com 95% de Laminação

b) Nióbio com 95% de Laminação Recozido 120 Minutos Plano (200)

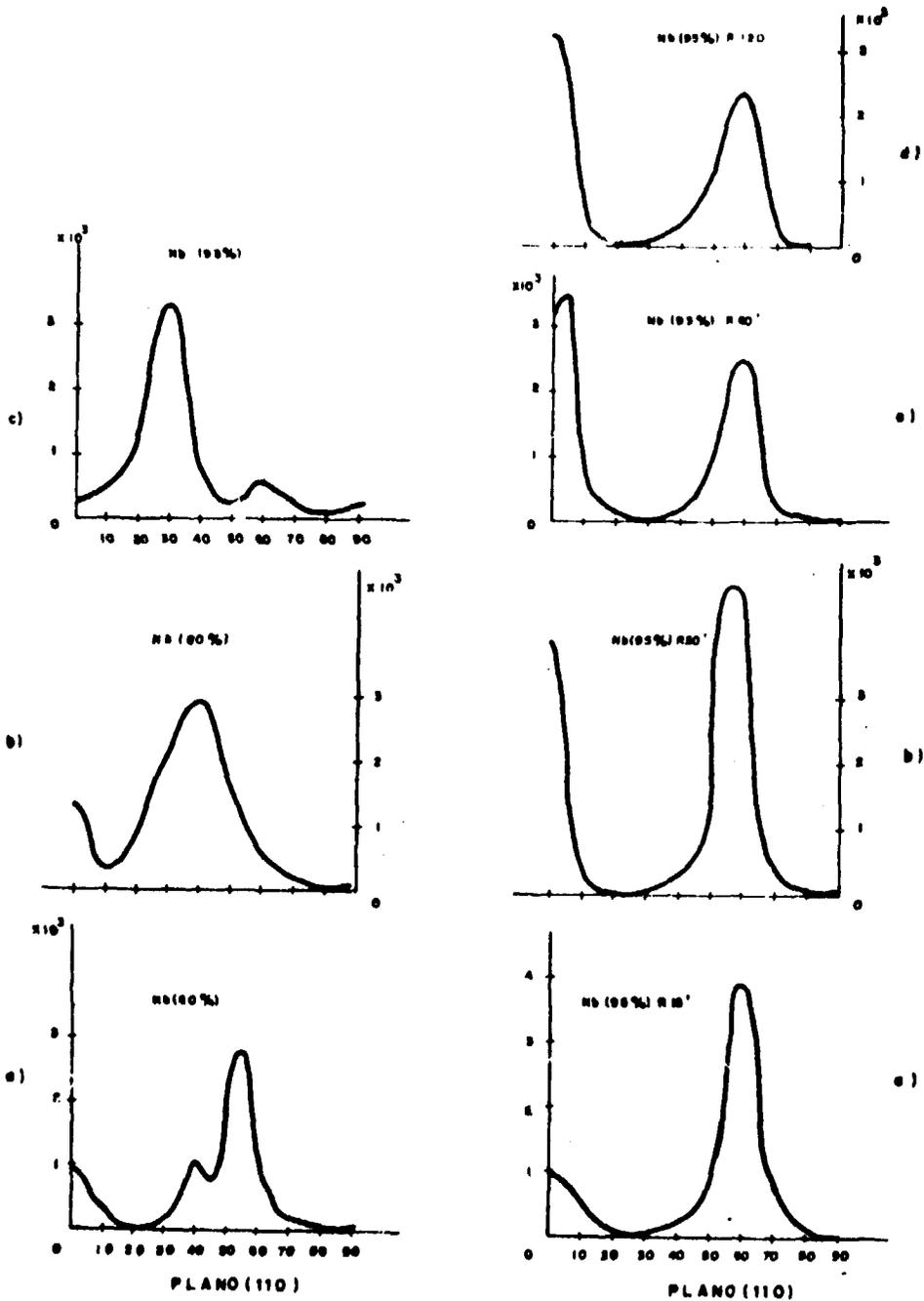


Figura 5.4

Intensidade em Função do Ângulo α
para $\beta = 30^\circ$

- a) Nióbio com 80% de Laminação
- b) Nióbio com 80% de Laminação
- c) Nióbio com 95% de Laminação

Intensidade em Função do Ângulo α
para $\beta = 100^\circ$

- a) Nióbio Laminado 95% Recozido 15 Minutos
- b) Nióbio Laminado 95% Recozido 30 Minutos
- c) Nióbio Laminado 95% Recozido 60 Minutos
- d) Nióbio Laminado 95% Recozido 120 Minutos

Figura 5.6 figura de polos para o plano (110) para nióbio laminado de 80%.

Figura 5.7 idem para o Nióbio laminado de 95%.

Figura 5.8 figura de polos para o plano (200) para Nióbio laminado de 95%.

Figura 5.9 idem para plano (110) para Nióbio laminado 95% recozido 15 minutos.

Figura 5.10 idem para Nióbio laminado de 95% recozido 30 minutos.

Figura 5.11 idem para Nióbio laminado 95% recozido 60 minutos.

Figura 5.12 idem para Nióbio laminado de 95% recozido 120 minutos.

Figura 5.13 idem para plano (200) para Nióbio laminado de 95% recozido 120 minutos.

Unidades absolutas de densidades de polos foram usadas nas figuras de polos o que permite a comparação do grau de orientação preferencial desenvolvido nas várias amostras relativo às amostras aleatórias.

Os níveis indicados nas figuras de polos correspondem a múltiplos e submúltiplos da unidade absoluta de densidade de polos (I_{ac}).

As máximas intensidades encontradas nas figuras de polos correspondem a 18 vezes a intensidade da amostra aleatória.

As orientações preferenciais determinadas nas figuras de polos são relacionadas abaixo, com os símbolos correspondentes:

- (001) $[\bar{1}10]$
- + (112) $[\bar{1}10]$
- 0 (113) $[\bar{1}10]$
- △ (111) $[11\bar{2}]$
- (111) $[\bar{1}10]$
- (322) $[01\bar{1}]$
- ☆ (110) $[\bar{1}10]$

CAPÍTULO VI

INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES

6.1 – Interpretação dos Resultados

6.1.1 – Texturas de Laminação

Observando a figura de polos para Nióbio laminado de 60% Figura 5.5 verificamos que esta textura pode ser interpretada em termos das seguintes orientações preferenciais: $(112)[\bar{1}10]$, $(001)[\bar{1}10]$, $(113)[\bar{1}10]$, $(111)[11\bar{2}]$ e $(111)[\bar{1}10]$.

A componente $(112)[\bar{1}10]$ é predominante e os máximos de intensidade em torno dessa orientação correspondem de 6 a 8 vezes a unidade absoluta.

As outras componentes seguem-se como apresentado acima em ordem decrescente de importância.

A textura do Nióbio laminado de 80% Figura 5.6 pode ser também descrita pelas mesmas componentes de orientações ideais na seguinte ordem de predominância decrescente $(112)[\bar{1}10]$, $(113)[\bar{1}10]$, $(001)[\bar{1}10]$, $(111)[11\bar{2}]$ e $(111)[\bar{1}10]$.

Observa-se que houve um reforço na componente $(112)[\bar{1}10]$ e $(113)[\bar{1}10]$ às custas das componentes $(001)[\bar{1}10]$, $(111)[\bar{1}10]$ e $(111)[11\bar{2}]$. Os máximos de intensidade correspondem ainda de 6 a 8 unidades absolutas e estão centrados em torno da orientação $(112)[\bar{1}10]$.

As figuras de polos (110) e (200) para o Nióbio com 95% de deformação Figura 5.10 e Figura 5.11 indicam que a textura pode ainda ser descrita pelas mesmas orientações ideais, mas agora na seguinte ordem de predominância $(001)[\bar{1}10]$, $(112)[\bar{1}10]$, $(113)[\bar{1}10]$, $(111)[11\bar{2}]$ e $(111)[\bar{1}10]$.

Os máximos de intensidade são agora melhor definidos em torno da componente $(001)[\bar{1}10]$ o que pode ser observado com maior clareza na Figura 5.8 para o plano (200) .

Os máximos em torno dessa orientação variam de 3,0 a 18,0 unidades absolutas.

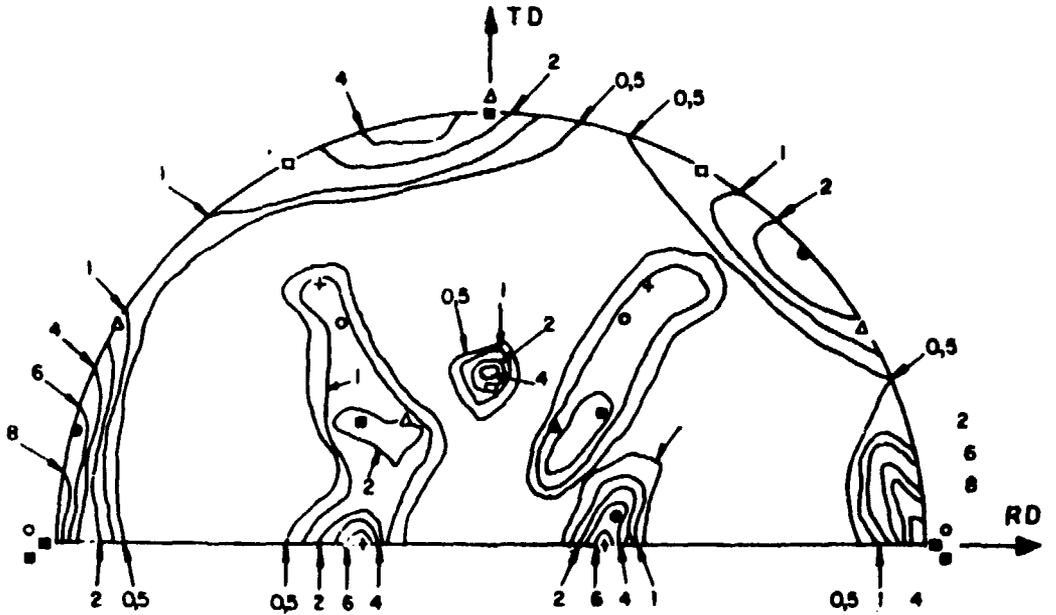
Vemos então que houve reforço da orientação $(001)[\bar{1}10]$ às custas da orientação $(112)[\bar{1}10]$, como pode ser notado pela diminuição da intensidade do máximo na direção de laminação a 30° com a direção normal e pelo aumento da intensidade dos máximos em torno da direção transversal, mas a componente $(112)[\bar{1}10]$ aparece ainda em regiões de intensidades médias entre 4,0 e 5,0 unidades absolutas.

A componente $(113)[\bar{1}10]$ corresponde também a regiões de intensidade relativamente alta (entre 4,0 e 5,0 a unidade absoluta) como pode ser melhor observado na figura de polos para o plano (200) Figura 5.8.

As outras componentes correspondem agora a regiões de intensidades muito baixas.

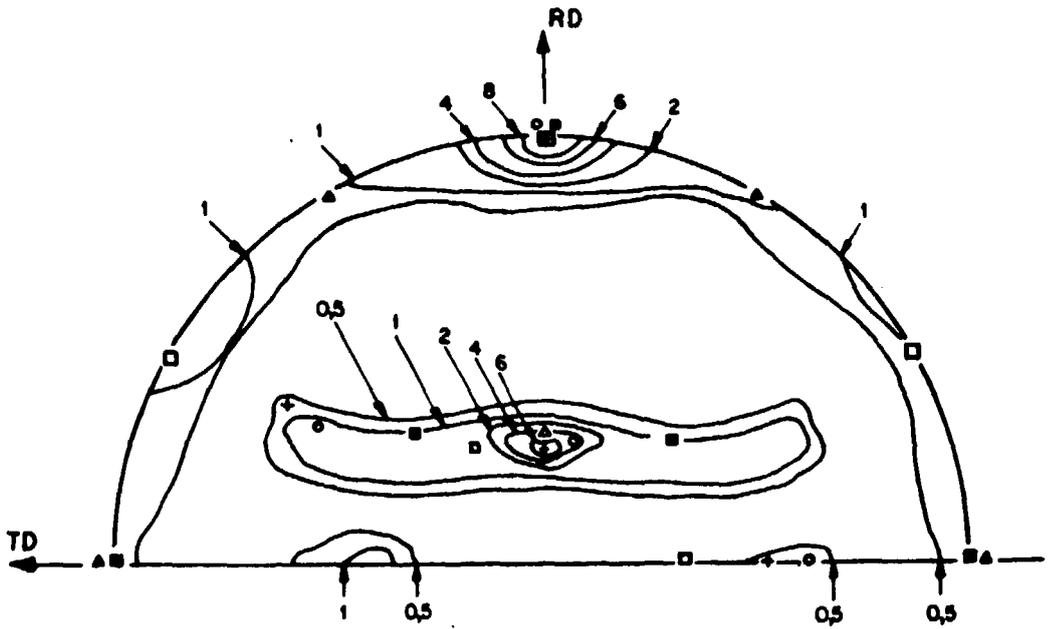
A evolução da textura com a taxa de deformação pode ser interpretada inicialmente como um reforço das componentes $(112)[\bar{1}10]$ e $(113)[\bar{1}10]$ quando a deformação é aumentada de 60% para 80%.

Com 95% de deformação a componente $(001)[\bar{1}10]$ torna-se predominante.



- (001) $[\bar{1}10]$
- + (112) $[\bar{1}10]$
- (113) $[\bar{1}10]$
- △ (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$
- ◻ (111) $[\bar{1}1\bar{0}]$
- (111) $[\bar{1}\bar{2}1]$ -20° DE TD

Figura 5.5 - Figura de Polos (110) para Níobio Laminado de 60%



- + (112) $[\bar{1}10]$
- o (113) $[\bar{1}10]$
- (001) $[\bar{1}10]$
- ▲ (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$
- ◻ (111) $[10\bar{1}]$

Figura 5.6 - Figura de Polos (110) para Nióbio Laminado de 80%

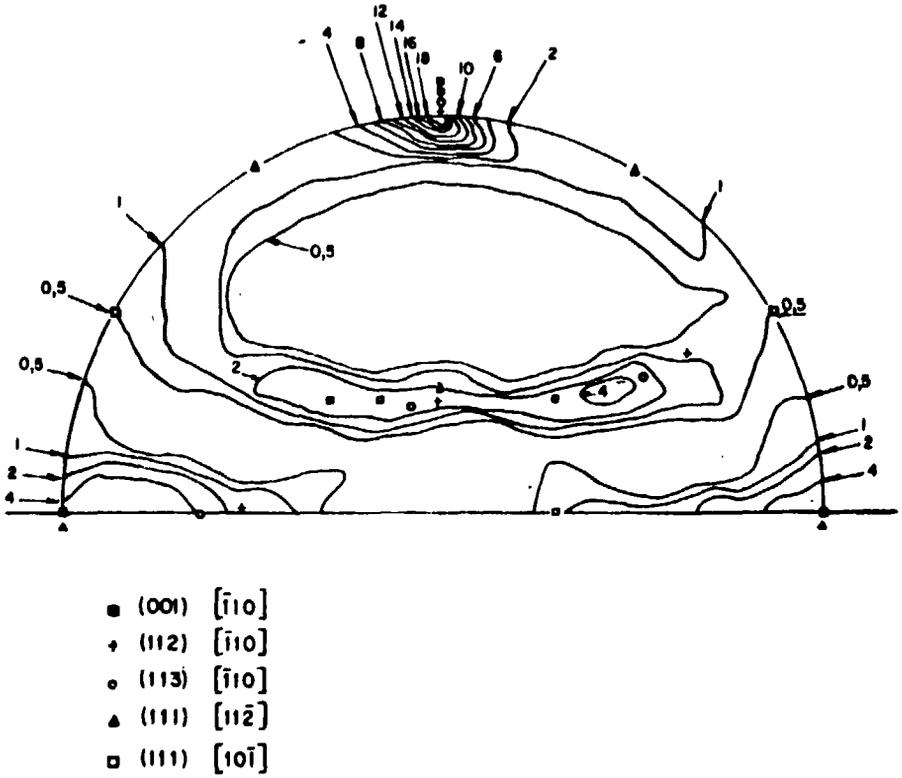
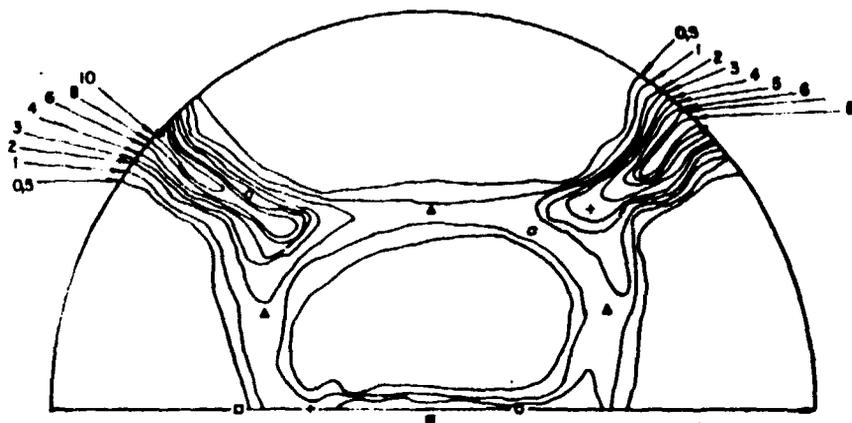


Figura 5.7 — Figura de Polos (110) para Níobio Laminado de 95%



- (001) $[\bar{1}10]$
- ◆ (112) $[\bar{1}10]$
- (113) $[\bar{1}10]$
- ▲ (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$
- (111) $[10\bar{1}]$

Figura 5.8 — Figura de Pontos (200) para Nióbio Laminado de 95%

6.1.2 – Textura de Recozimento

Quando o Nióbio com 95% de deformação é recozido durante 15 minutos, notamos na Figura 5.9 que a orientação $(322) [01\bar{1}]$ apresenta máximos bem definidos correspondentes a 30 vezes a unidade absoluta.

Máximos com 2,0 a 3,0 unidades absolutas aparecem em torno da orientação $(110) [\bar{1}10]$.

A textura pode ser descrita pelas mesmas componentes $(112) [\bar{1}10]$, $(001) [\bar{1}10]$, $(113) [\bar{1}10]$, $(111) [\bar{1}12]$ e $(111) [\bar{1}10]$ acrescidas das duas novas componentes $(322) [01\bar{1}]$ e $(110) [\bar{1}10]$.

As componentes $(112) [\bar{1}10]$ e $(113) [\bar{1}10]$ começam a predominar sobre a componente $(001) [\bar{1}10]$ o que pode ser notado na Figura 5.9 pela melhor definição do máximo sobre a direção de laminação (DL) a 30° com a direção normal (DN) e pela diminuição dos máximos na direção transversal (TD), quando comparados com os máximos correspondentes da Figura 5.7.

Após 30 minutos de recozimento, a componente $(110) [\bar{1}10]$ deixa de existir e a componente $(322) [01\bar{1}]$ corresponde à regiões de baixa intensidade. Vide Figura 5.10.

A componente $(113) [\bar{1}10]$ é reforçada.

A textura pode ser descrita em termos das mesmas orientações ideais iniciais e mais a componente $(322) [01\bar{1}]$.

A componente $(112) [\bar{1}10]$ aparece como predominante tendo sofrido um novo reforço, como pode ser notado pela melhor definição do máximo central e pela diminuição da intensidade dos máximos na direção transversal, que mostram uma diminuição da componente $(001) [\bar{1}10]$.

Nióbio com 95% de deformação e recozido durante 60 minutos Figura 5.11, e com deformação adicional por compressão revela máximos mais intensos em torno da componente $(001) [\bar{1}10]$ quando comparado com Nióbio recozido durante 30 minutos figura 5.13.

Este retorno à componente $(001) [\bar{1}10]$ está provavelmente associado com a deformação adicional por compressão.

A textura da amostra após 120 minutos de recozimento Figura 5.12 e Figura 5.13 pode ser descrita pelas orientações ideais já citadas.

A orientação $(322) [01\bar{1}]$ desaparece completamente.

As orientações $(112) [\bar{1}10]$ e $(113) [\bar{1}10]$ são predominantes correspondendo a regiões entre 2,0 e 10,0 unidades absolutas.

A componente $(001) [\bar{1}10]$ é bem fraca correspondendo a regiões entre 2,0 e 3,0 unidades absolutas.

Notamos que a evolução da textura com o tempo de recozimento é no sentido de reforçar as componentes $(112) [\bar{1}10]$, $(113) [\bar{1}10]$ as custas da componente $(001) [\bar{1}10]$ e das outras componentes presentes na textura da laminação.

6.2 – Discussões

6.2.1 – Texturas de Laminação

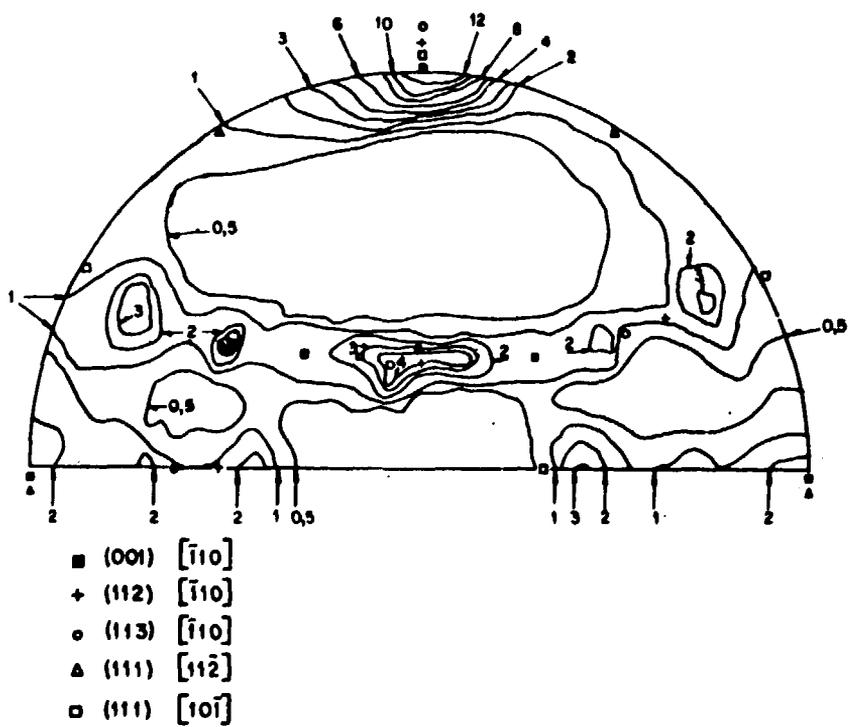
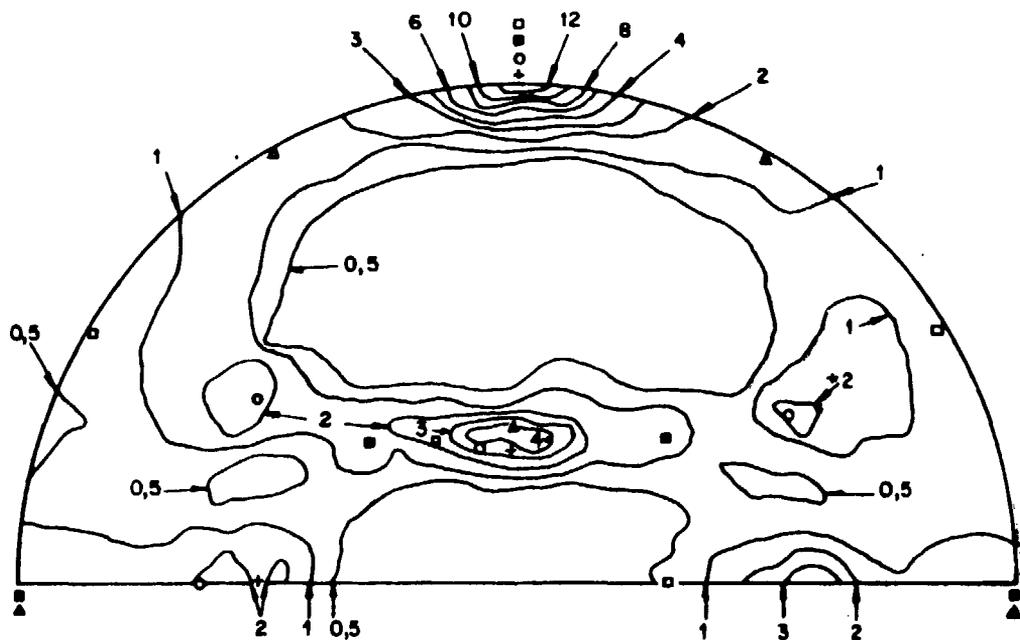


Figura 5.9 – Figura de Polos (110) para Níobio Laminado de 95% e Recozido 15 minutos



- (001) $[\bar{1}10]$
- + (112) $[\bar{1}10]$
- (113) $[\bar{1}10]$
- △ (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$
- (111) $[10\bar{1}]$

Figura 5.10 - Figura de Polos (110) para Níobio Laminado de 95% e Recozido 30 minutos

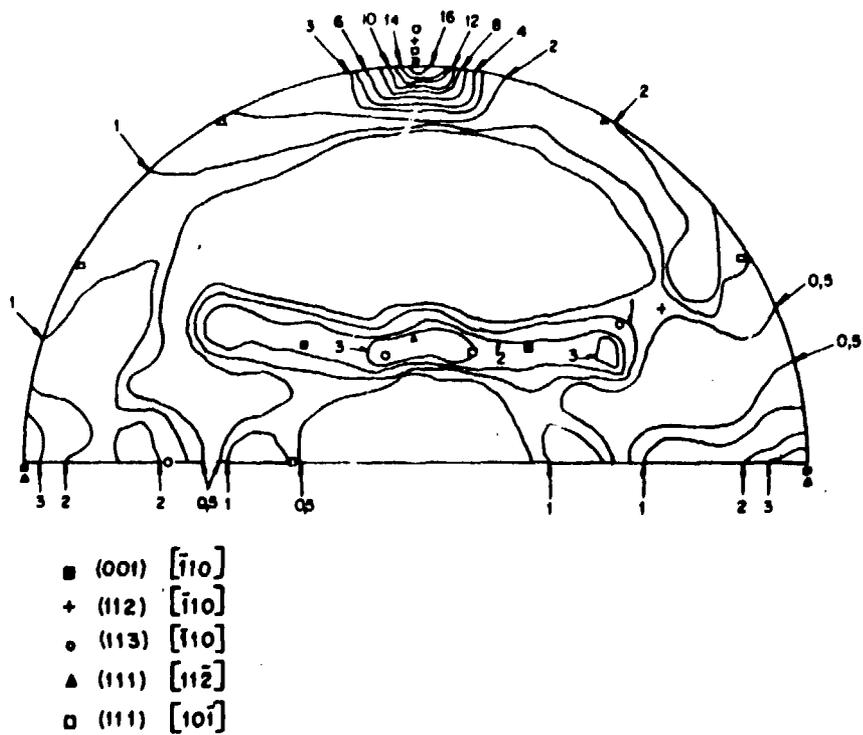
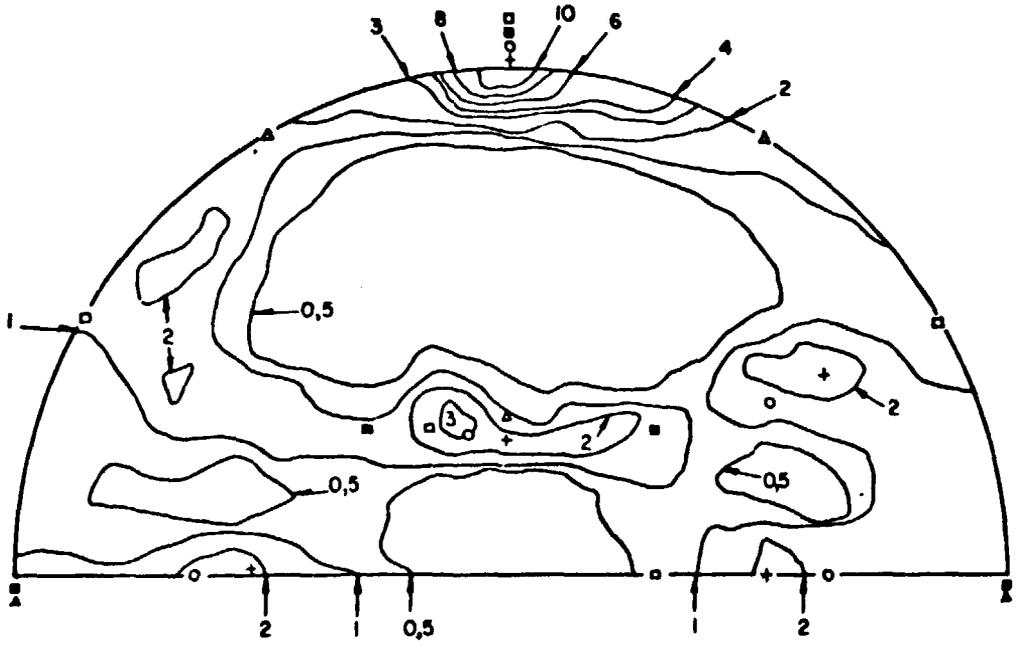
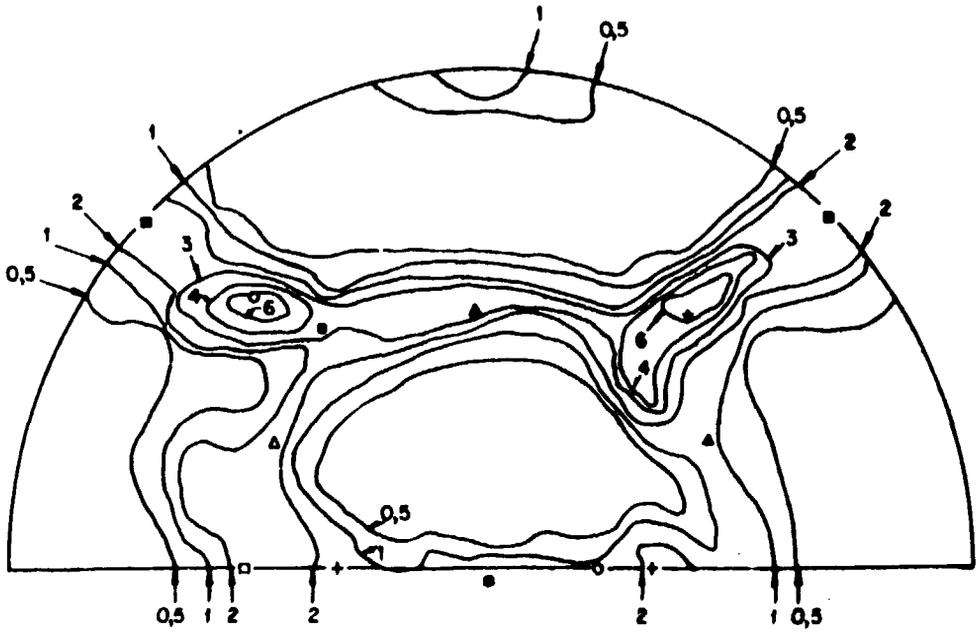


Figura 5.11 - Figura de Polos (110) para Níobio Laminado de 95% e Recozido 60 minutos



- (001) $[\bar{1}10]$
- + (112) $[\bar{1}10]$
- (113) $[\bar{1}10]$
- △ (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$
- (111) $[10\bar{1}]$

Figura 8.12 - Figura de Polos (110) para Níobio Laminado de 95% e Recozido 120 minutos



- (001) $[\bar{1}10]$
- + (112) $[\bar{1}10]$
- (113) $[\bar{1}10]$
- △ (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$
- (111) $[\bar{1}0\bar{1}]$

Figura 5.13 – Figura de Polos (200) para Níobio Laminado de 95% e Recozido 20 minutos

Uma variedade de descrições tem sido usada para explicar as texturas desenvolvidas em metais c.c.c. deformados por laminação.

De uma maneira geral, os resultados podem ser resumidos em dois grupos diferentes de orientações⁽²⁶⁾:

- 1) Uma textura contendo uma componente $(112) [\bar{1}10]$ principal e uma componente secundária $(001) [\bar{1}10]$, para a qual um aumento da taxa de deformação causa um acréscimo na componente $(001) [\bar{1}10]$ às custas da componente $(112) [\bar{1}10]$ como sugerido por Dillamore e Roberts⁽²⁸⁾.
- 2) Uma textura contendo as componentes acima e mais $(111) [\bar{1}10]$ e $(111) [11\bar{2}]$.

Alguns autores⁽⁶⁵⁾ costumam também descrever estes tipos de texturas encontrados em metais c.c.c. como sendo compostas de duas texturas de fibras. Uma textura de fibra dominante, com o eixo de fibra $[\bar{1}10]$ na direção de laminação; essa textura inclui as orientações $(001) [\bar{1}10]$, $(112) [\bar{1}10]$ e $(111) [\bar{1}10]$.

E uma textura de fibra secundária, com o eixo de fibra $[111]$ na direção normal à placa e que inclui as orientações $(111) [\bar{1}10]$ e $(111) [11\bar{2}]$.

Os resultados encontrados nesse trabalho estão em boa concordância com os resultados apresentados na literatura sobre texturas de materiais c.c.c.

Existe uma concordância entre todos os autores em apresentar a componente $(001) [\bar{1}10]$ como a mais intensa após deformações de 95% a 99%.

Esse fato é também confirmado neste trabalho. Entretanto, Vandermeer e Ogle⁽⁷¹⁾, mostraram que esta componente apesar de ser a mais intensa, não pode ser considerada como a componente final de deformação para o Nióbio, porque ela é instável e tende a evoluir para a componente $(113) [\bar{1}10]$ quando esse metal é deformado de 99,5%.

Neste trabalho notamos que a componente $(113) [\bar{1}10]$ aparece com intensidade relativamente grande (entre 4,0 e 5,0 unidades absolutas) já em 95% de deformação.

As texturas desenvolvidas na superfície da amostra, observadas por Vandermeer e Ogle como sendo do tipo $(110) [113]$ não foram observadas nesse trabalho.

Como a técnica de difração de nêutrons nos dá informações sobre a textura média em todo o volume do material, podemos concluir que a componente $(110) [113]$ é pouco intensa, não contribuindo para a textura total da amostra.

Quando as figuras de polos obtidas nesse trabalho por difração de nêutrons são comparadas com as obtidas por Vandermeer e Ogle⁽⁷¹⁾ com raio-x, nota-se que existe uma boa concordância entre os dois métodos quanto à localização dos máximos de intensidade. É preciso ressaltar porém que nas figuras de polos apresentadas por Vandermeer e Ogle o máximo central para $\alpha \cong 60^\circ$ é de mesma intensidade (10,0 vezes a unidade absoluta) que o máximo em torno da direção de laminação para $\alpha = 0^\circ$. Já nas figuras de polos obtidas por difração de nêutrons existe uma grande diferença de intensidade entre esses dois máximos sendo que o máximo central é de intensidade bem menor (4,0 unidades absolutas) que o mais externo (18,0 unidades absolutas).

Isto é devido em parte aos efeitos de extinção secundária já citados na secção 4.3.3 e em parte devido à diferenças existentes entre as técnicas de raio-x e de nêutrons, já que texturas medidas por

difração de nêutrons representam uma média sobre toda a amostra enquanto que com raio-x as informações se referem às áreas selecionadas da amostra.

Comparação dos Resultados com a Teoria

Entre todas as teorias desenvolvidas para explicar as texturas de deformação em agregados policristalinos laminados a teoria de Dillamore e Roberts⁽²⁸⁾ parece ser a melhor para os metais c.c.c.

Segundo esses autores, os sistemas de escorregamento operante em metais c.c.c. são do tipo (110) [111].

Essa teoria chega à conclusão de que durante a laminação a maior parte do material sofre rotação sob influência de escorregamentos primários e conjugados resultando em orientações do tipo (112) $\bar{1}$ 10].

Depois de alcançada a orientação (112) $\bar{1}$ 10], segundo esses autores, tem início o escorregamento cruzado.

Cada sistema de escorregamento em metais c.c.c. tem dois possíveis sistemas de escorregamento cruzado, e pelo menos um deles, terá alguma componente da tensão aplicada atuando sobre ele.

Sob a influência do escorregamento cruza o, a posição da direção de laminação não é afetada, mas a normal ao plano de laminação, move-se no círculo máximo (011) para a direção [001].

Com igual quantidade de escorregamento primário e de escorregamento cruzado a posição será (001) $\bar{1}$ 10] e qualquer mistura dos dois tipos de escorregamento dará um espalhamento de orientações entre (112) $\bar{1}$ 10] e (001) $\bar{1}$ 10].

A teoria prevê também que a componente (113) $\bar{1}$ 10] deve aparecer após altas taxas de deformação.

Os resultados apresentados nesse trabalho apresentam uma concordância muito boa com a teoria de Dillamore e Roberts, entretanto existem certos fatos que não podem ser explicados por esta teoria.

Primeiro, a grande quantidade de material associado com a orientação (001) $\bar{1}$ 10] durante os estágios iniciais de deformação (60%).

De acordo com Dillamore e Roberts esta orientação deveria ser desenvolvida somente após altas taxas de deformação, depois que uma taxa razoável de escorregamento cruzado tivesse ocorrido.

Este aspecto da teoria foi criticado por Haessner⁽³²⁾, baseado no fato de que, devido a grandes tensões geradas durante a laminação, escorregamento cruzado deve ser importante também nos estágios iniciais da deformação e não somente nos estágios finais. Tal possibilidade deve existir para explicar a alta porcentagem de grãos com orientações (001) $\bar{1}$ 10] nos estágios iniciais de deformação do Nióbio em termos da teoria de Dillamore e Roberts.

Segundo, são os tipos de orientação (111) $\bar{1}$ 12] e (111) $\bar{1}$ 10] que não são previstos nessa teoria. Esses componentes são relativamente fortes nos estágios iniciais de deformação e ainda que se tornem mais fracas eles persistem após 95% de redução.

A teoria de Dillamore e Roberts sem algumas modificações não descreve adequadamente a textura do Nióbio nos estágios iniciais de deformação.

6.2.2 – Texturas de Recozimento

A laminação produz rotação dos grãos, resultando nas texturas de laminação e ao mesmo tempo introduz uma energia de deformação que é armazenada.

A quantidade de energia armazenada depende da orientação. Esta dependência permanece após a recuperação e influencia a taxa de nucleação.

Decker e Harker⁽²⁴⁾ sugeriram que no processo de recozimento as regiões de maior energia, recristalizam primeiro transformando-se em regiões de baixa energia as quais são capazes agora de consumir as regiões de energias mais altas que as envolvem.

Cahn⁽¹⁹⁾ também propôs que os núcleos de recristalização são formados preferencialmente nas regiões mais distorcidas ou seja nas regiões onde as tensões locais são mais altas.

Estudos sobre recristalização de monocristais de ferro-silício, mostraram que, se não existirem diferenças substanciais de orientação entre as várias porções do cristal deformado, a recristalização se torna muito lenta ou não ocorre⁽³⁰⁾. Nestes estudos foi observado também que alguns dos cristais que recristalizam rapidamente possuem bandas de deformação e que os novos núcleos formados aparecem nas microbandas ou bandas de transição que separam as bandas de deformação mais largas⁽³⁶⁾.

As amostras policristalinas estudadas aqui, possuem também uma aparência de bandas quando no estado deformado. Vide Figura 4.2a.

Como pode ser notado nas fotografias, uma amostra com recristalização incompleta Figura 4.2a apresenta camadas alternadas de material recristalizado e não recristalizado.

A medida que a recristalização progride, as bandas de material não recristalizado tornam-se mais estreitas e finalmente desaparecem.

Neste trabalho foi observado que a orientação $(112) [\bar{1}10]$ substitue a orientação $(001) [\bar{1}10]$ durante o recozimento.

Então os novos grãos que estão crescendo devem possuir orientação $(112) [\bar{1}10]$.

Entretanto, as bandas nas quais eles se originam não possuem, na condição deformada, somente essa orientação, pois se assim fosse, a orientação $(112) [\bar{1}10]$ seria muito mais intensa na textura de deformação.

O comportamento da textura de recozimento do Nióbio observado neste trabalho, assemelha-se ao do Tântalo⁽⁶⁶⁾ pois esse metal apresenta como o Nióbio, uma textura de recozimento anterior à recristalização completa, com predominância da orientação $(112) [\bar{1}10]$.

Após a recristalização completa do Tântalo, a orientação $(112) [\bar{1}10]$ evolue para $(111) [1\bar{1}2]$ segundo Pugh e Hibbard⁽⁵⁸⁾ ou para $(111) [\bar{1}10]$ segundo Cooper⁽²¹⁾.

A textura de recristalização do Nióbio, após recozimento a 1100°C por 60 minutos foi apresentada por Begley⁽⁶⁾, que notou um reforço da componente $(001) [\bar{1}10]$ e uma componente secundária do tipo $(111) [\bar{1}12]$.

Anders e Pollock⁽¹⁾ após recozimento a 1100°C observaram somente a orientação $(001) [\bar{1}10]$ para o Nióbio recristalizado.

Recozimento do Nióbio a 2000°C ⁽⁶³⁾, mesmo por apenas 2 minutos revela que a componente

predominante é do tipo $(111) [\bar{1}10]$, com o aparecimento de uma componente $(112) [\bar{1}10]$ bastante fraca e nenhuma orientação $(001) [\bar{1}10]$ remanescente.

A porcentagem dos grãos com orientações $(111) [\bar{1}10]$ aumenta gradativamente com o tempo de recozimento às custas de todas as outras orientações⁽⁶³⁾.

Como vemos os resultados apresentados na literatura não concordam sobre qual a componente predominante na recristalização primária do Nióbio.

Isto pode ser explicado pelo fato de que existem muitos fatores que influenciam a cinética da recuperação ou a mobilidade dos contornos de grão, levando dessa forma a alterações na textura de recristalização primária.

De uma maneira geral, a textura após a recristalização primária depende da taxa de deformação e da textura anteriores ao recozimento, da temperatura, e do tempo de recozimento e da velocidade com a qual a temperatura de recristalização é atingida.

Levando em consideração esses fatores, Dillamore⁽²⁶⁾ através de uma análise puramente geométrica para explicar as texturas de recozimento de materiais c.c.c., chegou às seguintes conclusões:

- 1) Quando as temperaturas de recozimento são baixas e o tempo de recozimento pequeno, o processo de nucleação é predominante e a textura dos materiais c.c.c. deve consistir de componentes do tipo $(hkl) [\bar{1}10]$ das quais $(111) [\bar{1}10]$ é a predominante;
- 2) Para altas temperaturas de recozimento o processo de crescimento do grão é mais importante que a nucleação na formação da textura e a componente resulta do tipo $(554) [225]$, que é a próxima de $(111) [11\bar{2}]$.

Neste trabalho, a textura de recristalização completa do Nióbio não foi obtida, não sendo possível portanto afirmar se a componente $(112) [110]$ continua a prevalecer ou se ela evolui para a componente $(111) [\bar{1}10]$ ou para $(111) [11\bar{2}]$ como no caso do Tântalo, e também como previsto por Dillamore.

Entretanto, podemos também citar o caso do ferro eletrolítico⁽⁶⁵⁾ que quando recozido, a 500°C (temperatura essa que pode ser considerada baixa), durante 68 horas, até recristalização completa, apresenta textura predominante do tipo $(112) [\bar{1}10]$, além disso a orientação $(001) [\bar{1}10]$ desaparece gradualmente à medida que o tempo de recozimento aumenta desde 10 minutos até 68 horas.

Trabalhos anteriores^(7,50) enfatizam a semelhança entre a textura desenvolvida em recristalização a baixa temperatura e a textura de laminação.

Essa semelhança ocorre principalmente devido à sobrevivência das orientações $(112) [\bar{1}10]$ que são componentes da textura de deformação.

Outros membros da textura de deformação próximos de $(001) [\bar{1}10]$ não são retidos pois são consumidos pelo crescimento de componentes secundárias da textura de deformação.

As texturas desenvolvidas no Nióbio apresentam uma grande semelhança com texturas desenvolvidas em outros materiais c.c.c.⁽⁶²⁾, principalmente com o ferro⁽⁷⁴⁾.

É portanto razoável supor que o Nióbio, quando recozido a temperatura de 800°C (que também nesse caso pode ser considerada como baixa) mesmo após recristalização completa, continua conservando a orientação $(112) [\bar{1}10]$ como predominante, tal como o ferro.

A temperatura de recozimento mais altas provavelmente essa componente evolue para orientações do tipo $(111)[110]$ ou $(111)[11\bar{2}]$ como encontrado no Tântalo, no Nióbio e também como previsto por Dillamore.

No entanto, é difícil supor que as orientações do tipo $(001)[\bar{1}10]$ citadas por Begley e Pollock prevaleçam no Nióbio, pois tanto em altas como em baixas temperaturas sua tendência é desaparecer.

CAPÍTULO VII

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

7.1 – Conclusões

- 1) A textura de deformação do Nióbio pode ser interpretada em termos das seguintes orientações preferenciais $(001)[\bar{1}10]$, $(112)[\bar{1}10]$, $(113)[\bar{1}10]$, $(111)[11\bar{2}]$ e $(111)[\bar{1}10]$;
- 2) Nas taxas de laminação de 60% e 80% a componente $(112)[\bar{1}10]$ é predominante;
- 3) Com 95% de deformação a componente $(001)[\bar{1}10]$ torna-se predominante;
- 4) A textura de recozimento do Nióbio a 800°C pode ser descrita em termos das seguintes orientações preferenciais $(112)[\bar{1}10]$, $(001)[\bar{1}10]$, $(113)[\bar{1}10]$, $(111)[11\bar{2}]$, $(111)[\bar{1}10]$, $(322)[01\bar{1}]$ e $(110)[\bar{1}10]$.
- 5) Durante o recozimento a componente $(112)[\bar{1}10]$ começa a predominar e a orientação $(001)[110]$ tende a desaparecer e após 120 minutos de recozimento a 800°C essa orientação corresponde a regiões de baixa intensidade;
- 6) As componentes $(113)[\bar{1}10]$ associadas com altas taxas de deformação (superior a 99%) já aparecem relativamente intensas com 95% de deformação;
- 7) A técnica de difração de nêutrons não acusa a presença da componente $(110)[113]$ citada como textura de superfície do Nióbio.

7.2 – Sugestões

Em decorrência deste trabalho algumas sugestões de estudo ou trabalhos posteriores ocorreram à pesquisadora e seria conveniente citá-las:

- 1) Desenvolver métodos automáticos de construção de figuras de polos para que se tenha acesso mais fácil às informações sobre texturas;
- 2) Aperfeiçoar os métodos experimentais principalmente no que se refere a geometria da amostra no sentido de eliminar as correções por variações no volume difratante;
- 3) Desenvolver estudos quantitativos de textura através de funções de orientações para que se possa relacionar as anisotropias das várias propriedades físicas e mecânicas com a textura;
- 4) Analisar as texturas de recozimento do Nióbio em várias temperaturas e com várias taxas de aumento das temperaturas afim de analisar as texturas finais de recristalização em função dessas variáveis.

APÊNDICE I

CÁLCULO DA UNIDADE ABSOLUTA

A distribuição de orientações $p(\alpha, \beta)$ é a fração de volume do material tendo normas a uma dada família de planos (hkl) orientadas no pequeno ângulo sólido dw situado no intervalo angular de α a $\alpha + d\alpha$ e β a $\beta + d\beta$; relativo a certas direções fixas na amostra.

A distribuição de orientações $p(\alpha, \beta)$ é definida como múltiplos da unidade absoluta e é unitária para a amostra aleatória.

A intensidade observada pode ser escrita como

$$I_{hkl}(\alpha, \beta) = J_{hkl} p(\alpha, \beta) A(\Theta, \alpha) \quad (1)$$

onde

$A(\theta, \alpha)$ é o fator de absorção

J_{hkl} é a intensidade da amostra aleatória

Então, $p(\alpha, \beta)$ e $A(\theta, \alpha)$ são quantidades que mostram como as intensidades observadas diferem de J_{hkl} , da amostra aleatória, devido a efeitos de orientação preferencial e de absorção.

Da equação (1) acima vemos que as intensidades observadas corrigidas para a absorção são,

$$\frac{I_{hkl}(\alpha, \beta)}{A(\Theta, \alpha)} = J_{hkl}(\alpha, \beta)$$

Multiplicando por $dw = \cos\alpha d\alpha d\beta$ e integrando, como J_{hkl} é independente de α e β temos

$$J_{hkl} \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} p(\alpha, \beta) dw = \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} \frac{I_{hkl}(\alpha, \beta)}{A(\Theta, \alpha)} \cos\alpha d\alpha d\beta$$

$p(\alpha, \beta) = 1$ para a amostra aleatória.

Então desde que a integral a direita se refere a todos os planos (hkl) seu valor é independente da distribuição isto é,

$$\int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} p(\alpha, \beta) \cos\alpha d\alpha d\beta = \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} 1 \cdot dw = 2\pi$$

e portanto,

$$J_{hkl} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} \frac{I_{hkl}(\alpha, \beta)}{A(\theta, \alpha)} \cos \alpha d\alpha d\beta$$

ABSTRACT

Neutron diffraction has been utilized to study textures developed in polycrystalline niobium, cold rolled to 60%, 80% and 95% in thickness and cold rolled to 95% in thickness and annealed at 800°C for 15, 30, 60 and 120 minutes in a vacuum of 10^{-4} TORR.

The pole figures obtained were analysed in terms of the following ideal orientations (112) $[\bar{1}10]$, (001) $[\bar{1}10]$, (113) $[\bar{1}10]$, (111) $[\bar{1}1\bar{2}]$, (111) $[\bar{1}10]$.

The (112) $[\bar{1}10]$ component was predominant in the samples cold rolled to 60% and 80%.

After 95% of reduction by cold rolling the major orientation was (001) $[\bar{1}10]$.

During the annealing the orientation (112) $[\bar{1}10]$ becomes the major component and (001) $[\bar{1}10]$ corresponds to low intensity regions on the pole figures.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ANDERSON JR., F. J. & POLLOCK, W. I. Tensile properties and rolling texture of niobium sheet. In: GONSER, B. W. & SHERWOOD, E. W., eds. *Technology of columbium (niobium): papers presented at the symposium on . . . held in Washington, D. C., 15-16 May 1958*. New York, N. Y., Wiley, 1958. p.60-5.
2. BARRET, C. S. *The structure of metals*. 2 ed. New York, N. Y., McGraw-Hill, 1952.
3. BARRET, C. S. & STEADMAN, F. W. *Trans. AIME*, 147:57, 1942.
4. BECK, P. A. & HU, H. Annealing textures in rolled face-centered cubic metals. *J. Metals*, 4:83-90, Jan. 1952.
5. BECK, P. A. & HU, H. In: RECRYSTALLIZATION: grain growth and textures, ASM. Metals Park, Ohio, 1st ed., 1966.
6. BEGLEY, R. T. *Development of Niobium-base alloys*. [s.l.], [s.ed.], Nov. 1958 (WADC-TR-57-344(PT II)).
7. BENNEWITZ, J. *Arch. Eisenhuettenwes.*, 33:393-403, 1962.
8. BISHOP, J. C. W. & HILL, R. *Phil. Mag.*, 42:1298, 1951.
9. BISHOP, J. W. *Mech. phys. Solids*, 3:130, 1954.
10. BISHOP, J. W. *Met. Rev.*, 44:51, 1953.
11. BRAGG, R. H. & PACKER, C. M. Quantitative determination of preferred orientation. *J. appl. Phys.*, 35(4):1322-8, Apr. 1964.

12. BROCKHOUSE, B. N. *Can. J. Phys.*, 31:353, 1953.
13. BROWN, J. R. Development of preferred orientations in silicon iron. *J. appl. Phys.*, 29(3):359-60, Mar. 1958.
14. RUNGE, H. J. *Krist. Tech.*, 3:431, 1968.
15. BUNGE, H. J. The orientations distribution function of the crystallites in cold-rolled and annealed low-carbon steel sheets. *Phys. Status Solidi*, 26:167-72, 1968.
16. BURGERS, W. G. In: PROCEEDINGS ninth solvay conference, Brussels, 1951. *Is.n.T.I.*
17. BURGERS, W. G. & VERBRAAKT, C. A. A new approach to the problem of the origin of the cube-texture. *Acta metall.*, 5:765-7, 1957.
18. BURGERS, W. G.; LIN, Y.H.; TIEDEMA, T. J. *Proc. K. Ned. Akad. Wet.*, 54:459, 1951.
19. CAHN, R. W. A new theory of recrystallization nuclei. *Proc. phys. Soc. (London)*, 63A, (364A):323-36, Apr. 1950.
20. CALNAN, E. A. & CLEW, C. J. B. *Phil. Mag.*, 41:1085, 1950.
21. COOPER, T. D. *Is.I.I., Is.ed.I.*, Feb. 1965. (AFML-TR-64-375).
22. CROFT, M. P. In: MEETING of commercial chemical Development Assoc., at Pocono Manor, Pa, May 3-4, 1956. *Is.n.t.I.* p.17.
23. DAVISON, R. M. *Met. Trans., ASM*, 6A(12):2243-8, 1975.
24. DECKER, B. F. & HARKER, D. Relations between initial and final orientations in rolling and annealing of silicon ferrite. *J. appl. Phys.*, 22(7):900-4, Jul. 1951.
25. DECKER, B. F.; ASP, E. T.; HARKER, D. Preferred orientation determination using a Geiger counter X-ray diffraction goniometer. *J. appl. Phys.*, 19(4):388-92, Apr. 1948.
26. DILLAMORE, I. L. *Trans. Met. Soc. AIME*, 233:702-7, 1965.
27. DILLAMORE, I. L. & ROBERTS, W. T. *Met. Rev.*, 10:271, 1965.
28. DILLAMORE, I. L. & ROBERTS, W. T. Rolling textures in F.c.c. and B.c.c. metals. *Acta metall.*, 12:281-93, 1964.
29. DUNN, C. G. *Cold working of metals.* *Is.I.I., Is.ed.I.*, 1949.
30. DUNN, C. G. & KOH, P. K. *Tens. Met. Soc. AIME*, 206:1017-24, 1956.
31. FRANK, R. G. Recent advances in niobium alloys. In: MACHLIN, I., ed. *Refractory metal alloys: metallurgy and technology.* New York, N. Y., Plenum, 1968. p.325-72. (CONF.680448).
32. HAESSNER, F. In: RECRYSTALLIZATION grain growth and textures, ASM. Metals Park, Ohio, *Is.I.I.*, 1965.

33. HAESSNER, F. Z. *Metallkd.*, 54:98, 1963.
34. HEAL, T. J. Properties of magnesium, niobium and zirconium. *Prog. nucl. Energy, Series 5. Metallurgy fuels*, 4:765-834, 1961.
35. HU, H. The formation of (110)[001] recrystallization texture in a cold-rolled and annealed (110)[001] crystal of silicon-iron. *Acta metall.*, 8:124-6, 1960.
36. HU, H. Recovery and recrystallization of metals. In: HIMMEL, L., ed. New York, N. Y., Interscience, 1963. p. 311-78.
37. HU, H. *Trans. AIME*, 221:130, 1961.
38. HU, H. *Trans. Met. Soc. AIME*, 221:880, 1961.
39. HU, H.; CLIVE, R. S.; GOODMAN, S. R. *Recrystallization grain growth and textures*. ls.1.l, ls.ed.l, 1966.
40. IBE, G. Aachen, Univ. Aachen, 1964. (Tese doutoramento).
41. IBE, G. & LÜCKE, K. In: DEUTSCHE Gesellschaft für Metallkunde in London. ls.1.l, ls.ed.l, 1964.
42. KAJAMAA, J. *Trans. AIME*, 242:973-7, 1968.
43. KALLEND, J. S. & DAVIES, C. J. *Textures*, 1:51, 1972.
44. KOCHENDORFER, A. *Plastische Eigenschaften von Kristallen and Metallischen Werkstoffen*. Berlin, Springer, 1941.
45. KRISHNADEV, M. R. & GALIBOIS, A. An evaluation of the potentialities of columbium and suggestions for improving its market. In: SOUTHWEST RESEARCH INSTITUTE. *3rd Inter-american conference on materials technology, Rio de Janeiro, 14-17 August, 1972*. Mexico, Centro Regional de Ayuda Tecnica, ls.dl. p. 581-7.
46. KURDJUMOV, G. & SACHS, G. *Z. Phys.*, 62:592, 1930.
47. LANIESSE, J.; MERIEL, P.; ENGLANDER, M. Etude aux neutrons de la texture cristalline de barreaux d'uranium. *J. nucl. Mater.*, 2:69-74, 1960.
48. LEFFERS, T. Computer simulation of the plastic deformation in face-centered cubic polycrystals and the rolling texture derived. *Phys. Status Solidi*, 25:337-44, 1968.
49. LEFFERS, T. *Textures in research and practice*. Berlin, Springer, 1965.
50. LESLIE, W. C. *Trans. Met. Soc. AIME*, 221:752-8, 1961.
51. LI, J. C. M. Possibility of subgrain rotation during recrystallization. *J. appl. Phys.*, 33(10):2958-65, Oct. 1962.
52. LITTMANN, M. F. Structures and magnetic properties of grain-oriented 3.2% silicon-iron. *J. appl. Phys.*, 38(3):1104-8, Mar. 1967.

53. LIU, Y. C. *Trans. Met. Soc. AIME*, 230:656, 1964.
54. LIU, Y. C. *Trans. Met. Soc. AIME*, 230:659, 1964.
55. NAZRI, H. & PEARCE, R. Anisotropic superplasticity. *Scr. metall.*, 3:807-10, 1969.
56. PARENTE, C. B. R. *Difração múltipla de nêutrons em um cristal de alumínio*. São Paulo, 1972. (Tese doutoramento).
57. PINATTI, D. G. & DAINESI, C. R. *Purificação do móblio por feixe eletrônico*. s.n.t.l. [Trabalho apresentado ao 2º Congresso de Engenharia e Ciências de Materiais, São Carlos, Julho, 1976].
58. PUGH, J. W. & HIBBARD, W. R. Rolling textures in tantalum. *Trans. Am Soc Metals*, 48:526-39, 1950.
59. RICHARDS, C. E. The influence of material properties on fatigue crack proâgation as demonstrated by experiments on silicon iron. *Acta metall.*, 19:583-96, 1971.
60. RICHARDS, T. L. Preferred orientation in non-ferrous metals. *Prog. Metal. Phys.*, 1:281-305, 1950.
61. ROE, R. J. Description of crystallite orientation in polycrystalline materials. III. General solution to pole figure inversion. *J. appl. Phys.*, 36(6):2024-31, Jun. 1965.
62. ROSA, D. M. & HAESSNER, F. Diplomarbeit of D. Mayer Rosa, Max Planck Inst. ABT. für Sondermetalle, Stuttgart, 1964.
63. SANDELIN, J. W. & BIRKS, L. S. Texture development and crystal perfection in niobium (columbium) annealed at 2000°C. *Trans. Met. Soc. AIME*, 239:1269-70, Aug. 1967.
64. SCHULZ, L. G. *Met. Rev.*, 20:1030, 1949.
65. STICKELS, C. A. *Trans. Met. Soc. AIME*, 233:1550-8, 1965.
66. SWALIN, R. A. & GEISLER, A. H. *Trans. AIME*, 206:1259, 1956.
67. SZPUNAR, J. Texture and neutron diffraction. *Atom. Energy Rev.*, 14(2):199-261, Jun. 1976.
68. SZPUNAR, J.; KWATERA, A.; POWROZNIK. *Zesz. Nauk. Akad. Gorn. Hutn.*, 18:328, 1973.
69. TAYLOR, C. J. *J. Inst. Metals*, 62:307, 1938.
70. TUCKER, G. E. C. *J. Inst. Metals.*, 82:655, 1954.
71. VANDERMEER, R. A. & OGLE, J. C. Development of preferred orientations in cold-rolled niobium (columbium). *Trans. Met. Soc. AIME*, 242:1317-26, Jul. 1968.
72. WASSERMAN, F. Z. *Metallkd.*, 54:61, 1963.
73. WASSERMAN, G. & GRENNEN, J. *Textures Metallischer Werkstoffe*. Berlin, Springer, 1962.
74. WEVER, F. & BOTTICHER, A. Z. *Metallkd.*, 57:472, 1966.

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal, 11049 - Pinheiros
CEP 05508
01000 - São Paulo - SP

Telefone: 211-6011
Endereço Telegráfico - IEATOMICA
Telex - 011-23592 IENA BR