

INVESTIGAÇÃO DA TEXTURA EM AMOSTRAS DE ALUMÍNIO E DE  
FERRO-SILÍCIO PELA TÉCNICA DA DIFRAÇÃO DE NÊUTRONS

Reynaldo Pugliesi e Ione M. Yamazaki

Divisão de Física Nuclear  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares  
Comissão Nacional de Energia Nuclear  
São Paulo

RESUMO

A técnica da difração de nêutrons foi utilizada na determinação da textura de três chapas metálicas, duas de alumínio laminadas a 5% e a 98% e uma de ferro-silício empregada na confecção de núcleos de transformadores elétricos.

As medidas experimentais foram feitas em um difratômetro de nêutrons instalado junto ao reator nuclear de pesquisas IEA-R1, no canal de irradiação nº 6. As amostras foram confeccionadas no formato aproximado de uma esfera ou de um prisma octagonal cujas dimensões não excedem às do feixe de nêutrons que é extraído desse canal e dessa forma correções devido à variação de atenuação dos nêutrons e de iluminação da amostra são evitadas. Um programa de computador analisa a intensidade do feixe de nêutrons que é difratado pelas amostras e gera as figuras de polo através das quais suas texturas são observadas.

ABSTRACT

By means of the neutron diffraction technique the texture of 5% and 98% rolled-aluminium and of iron-silicon steel used in the core of electric transformers, have been determined. The measurements were performed by using a neutron diffractometer installed at the IEA-R1 Nuclear Research Reactor, in the Beam-Hole nº 6. To avoid corrections such as neutron absorption and sample luminosity the geometric form of the samples were approximated to spheric or octagonal prism, and its dimensions do not exceed that of the neutron beam. The texture of the samples were analysed with the help of a computer programme that analyses the intensity of the diffracted neutron beam and plot the pole figures.

## INTRODUÇÃO

Materiais policristalinos são agregados constituídos por uma grande quantidade de cristalitos ou grãos. Cada grão é praticamente um monocristal o qual em geral apresenta anisotropia relativa a uma ou mais propriedades físicas. No emprego tecnológico desses materiais, essa anisotropia local não é muito importante, desde que esses grãos estejam aleatoriamente orientados. Entretanto, quando submetidos a tratamentos térmicos e a processos mecânicos como extrusão, laminação, sinterização, os materiais policristalinos podem apresentar textura ou seja uma orientação preferencial dos grãos a qual resulta em uma anisotropia das propriedades físicas para o material como um todo<sup>(1)</sup>. Dessa forma torna-se necessário compreender o desenvolvimento da textura para se obter melhor controle de propriedades como por exemplo anisotropia magnética, expansão térmica etc, fortemente influenciadas por ela. Essas propriedades são de grande interesse para muitos materiais industriais e portanto nesses casos o controle de qualidade deverá também incluir o controle de textura. Pode-se citar como exemplo o controle de textura em chapas de ferro-silício empregada na confecção de núcleos de transformadores, em tubos à base de ligas de zircônio para a indústria nuclear, em eletrodos de grafite etc<sup>(2)</sup>. Além disso esses estudos são muito importantes para se determinar uma relação quantitativa entre a textura e a anisotropia das várias propriedades físicas dos materiais policristalinos (elasticidade, plasticidade, superplasticidade, corrosão), bem como para a investigação dos efeitos de irradiação nas propriedades dos materiais nucleares<sup>(3)</sup>.

Uma das maneiras de se representar a textura é por meio de figuras de polos<sup>(2)</sup>. As técnicas da difração de raios-X e da difração de nêutrons são comumente empregadas na obtenção dessas figuras que são projeções estereográficas com orientação relativa à amostra em estudo e que mostram variações de intensidade do feixe de raios-X ou de nêutrons que é difratado por um plano cristalográfico dessa amostra. Um quadro comparativo entre as características de ambas as técnicas está apresentado na tabela 1<sup>(2,3)</sup>.

O objetivo do presente trabalho foi determinar pela técnica da difração de nêutrons a textura de três amostras, duas de alumínio e uma de ferro-silício, comparar os resultados com os obtidos por outros autores e dar continuidade ao desenvolvimento dessa técnica, que vem sendo implantada na Divisão de Física Nuclear do IPEN-CNEN/SP.

## DESCRIÇÃO DA TÉCNICA

A técnica da difração de nêutrons<sup>(4)</sup> aplicada à determinação da textura baseia-se fundamentalmente na detecção e registro do feixe que é difratado pela amostra, por um plano cristalográfico pré selecionado. A amostra é girada de maneira a que todos os grãos levem esse plano para a posição de difração<sup>(2)</sup>.

Os métodos da reflexão e o da transmissão do feixe incidente na amostra são normalmente utilizados nessa técnica e o da reflexão foi o empregado. Segundo esse método o giro na amostra é efetuado em seu próprio plano, em torno de um eixo  $N$  normal à sua superfície (ângulo  $\beta$ ) e em torno de um eixo  $A$  horizontal (ângulo  $\alpha$ ) como indicado na figura 1. Cada coordenada ( $\alpha, \beta$ ) tem a sua localização na figura de polos e a intensidade do feixe de nêutrons registrado em cada uma delas, é representada nessa figura por meio de densidade de pontos (técnica empregada nesse trabalho), linhas de nível, números etc., os quais refletem a textura da amostra.

A principal dificuldade no emprego dessa técnica é a necessidade de se ter

TABELA 1

Características dos Métodos da Difração de Raios-X  
e de Nêutrons no Estudo da Textura

Propriedade	Difração de Nêutrons	Difração de Raios-X
Intensidade do feixe	Baixa	Alta
Resolução	Moderada	Boa
Extinção	Alta	Baixa
Absorção	Baixa (exceto em Cd e em terras raras)	Alta
Volume da amostra (mm <sup>3</sup> )	~ 10 <sup>4</sup>	~ 10 <sup>-1</sup>
Área do feixe (mm <sup>2</sup> )	~ 10 <sup>4</sup>	~ 1
Preparação da amostra	Fácil	Difícil
Uniformidade do feixe	Boa	Incerta
Espessura da amostra	(~ 20) mm	(10 <sup>-2</sup> -10 <sup>-1</sup> ) mm
Possibilidade de alterações na textura durante a preparação da amostra	Inexistente	Existente
Método recomendável para	Materiais com grãos grandes, textura total da amostra	Materiais com grãos pequenos, texturas em áreas selecionadas

um fluxo de nêutrons térmicos relativamente intenso (10<sup>4</sup>-10<sup>5</sup> nêutrons/seg/cm<sup>2</sup>) incidente na amostra, somente obtido em reatores nucleares. Atualmente no nosso país, o único reator nuclear com capacidade de fornecer tal fluxo de nêutrons, é o IEA-RI do IPEN-CNEN/SP. A área de Física Nuclear desse instituto dispõe de um difratômetro de nêutrons instalado junto a esse reator o qual foi empregado para a realização das medidas<sup>(5)</sup>.

PARTE EXPERIMENTAL

1. Arranjo Experimental e Preparação das Amostras

O difratômetro de nêutrons está acoplado ao canal de irradiação (Beam-Hole) nº 6. Um diagrama esquemático desse difratômetro está apresentado na figura 2. O feixe de nêutrons extraído do núcleo do reator é monocromatizado por um monocristal de chumbo (plano cristalográfico-220) e em seguida espalhado pela amostra e registrado por um detector proporcional do tipo BF<sub>3</sub>. Esse feixe possui comprimento de onda  $\lambda = 1,137 \text{ \AA}$  e dimensão de 5 x 5 cm<sup>2</sup>. O sistema eletrônico para análise do pulso do detector é o convencionalmente empregado.

A amostra é posicionada no difratômetro em um goniômetro próprio o qual permite que a amostra seja movimentada para todas as coordenadas angulares necessárias para a análise de sua textura.

Os materiais estudados nesse trabalho foram: a) chapas de alumínio puro laminadas a frio a 98% e 5% e b) chapa de ferro-silício empregada na confecção de núcleos de transformadores elétricos. A chapa de alumínio laminado a 5% foi torneada de modo a se obter pequenos cilindros que rigidamente sobrepostos e mantendo as direções de laminação sempre paralelas entre si, compõe a amostra (nº 1) na forma geométrica aproximada de uma esfera (figura 3a) de 3 cm de diâmetro. As outras duas chapas, por serem mais delgadas, foram cortadas na forma de pequenos octógonos que sobrepostos, como no caso anterior, compõe as outras duas amostras (nº 2 - alumínio - 98%; nº 3 - ferro-silício) na forma geométrica de prismas octogonais (figura 3b) de altura 3 cm e diagonal de base 2,5 cm.

As dimensões e o formato dessas amostras, são tais que fiquem completamente imersas no feixe de nêutrons e se evitem variações de absorção e de iluminação dos nêutrons quando a amostra é girada para cada coordenada angular ( $\alpha, \beta$ ) em que se realizam as medidas. Essa precaução torna desnecessária ambas as correções<sup>(6)</sup>.

## 2. Obtenção e Tratamento dos Dados

As medidas de intensidade do feixe difratado são feitas primeiramente posicionando o braço do difratômetro (onde está o detector BF<sub>3</sub>) em um ângulo fixo "2 $\theta$ " de difração previamente selecionado de acordo com o plano cristalográfico de interesse da amostra em estudo<sup>(2)</sup>. Para o caso das amostras de alumínio e de ferro-silício os ângulos foram  $2\theta = 28,08^\circ$  e  $2\theta = 32,8^\circ$  correspondentes aos planos cristalográficos 111 e 110 respectivamente. Em seguida a amostra é fixada ao goniômetro e posicionada de modo a manter sua direção de laminação perpendicular ao plano de espalhamento. A normal à face da amostra é paralela a esse plano e coincidente com a bissetriz correspondente ao ângulo formado entre o feixe incidente e o difratado pela amostra (figura 1). Nessas condições ambos os ângulos  $\alpha$  e  $\beta$  valem zero graus<sup>(7)</sup>.

Para a construção das figuras de polos foi necessário um conjunto de 361 pontos experimentais correspondentes à cada par das coordenadas  $\alpha$  e  $\beta$  que variam de  $0^\circ$  a  $90^\circ$  num intervalo de  $5^\circ$ . O tempo necessário para a obtenção desses pontos foi de aproximadamente 50 horas, nas condições atuais de operação do reator.

A radiação de fundo, subtraída das intensidades medidas, é oriunda do espalhamento incoerente da própria amostra em estudo e do próprio ambiente onde se encontra o difratômetro. Essa medida é feita em duas posições angulares, uma anterior e outra posterior ao ângulo "2 $\theta$ " fixado anteriormente, em uma coordenada angular  $\beta$  arbitrária e variando a coordenada angular  $\alpha$  também de  $0^\circ$  a  $90^\circ$  em intervalos de  $5^\circ$ . Por se tratar de uma análise qualitativa de textura essa foi a única correção feita aos dados experimentais<sup>(5)</sup>.

Foi implantado um programa de computador que trata os pontos experimentais e que tem por finalidade gerar figuras de polos correspondentes a cada conjunto de dados obtidos<sup>(8)</sup>.

## ANÁLISE DOS RESULTADOS

As figuras de polos 4a e 4b correspondem às amostras confeccionadas das placas de alumínio laminadas à 5% e à 98% respectivamente. A diferença da deformação plástica sofrida por ambas as placas é caracterizada nessas figuras, pela definição dos polos muito mais acentuada para a laminada à 98% o que demonstra o elevado grau de orientação dos grãos, resultante do elevado grau de laminação a que essa placa foi submetida<sup>(1,2)</sup>. A mesma observação pode ser feita para a figura de polos 4c correspondente à chapa de ferro-silício, que pela própria natureza

za de sua utilização tecnológica deve apresentar um alto grau de orientação dos grãos(8).

As figuras de polos para as amostras nº 2 e nº 3 foram comparadas com as obtidas por outros autores(2,11) que empregaram a mesma técnica e estão apresentadas nas figuras 5a e 5b. Por uma comparação visual entre as figuras 4b e 4c com 5a e 5b pode-se observar a concordância dos resultados.

É importante salientar que algumas das características dessas amostras tais como, o tamanho dos grãos existentes nas chapas de ferro-silício e de alumínio laminada a 98% e a espessura da chapa de alumínio laminada a 5%, tornam difícil a análise de suas texturas pela técnica da difração de raios-X(9,10).

A área de física nuclear do IPEN-CNEN/SP vem desenvolvendo a aplicação da técnica da difração de nêutrons à análise da textura que, como demonstrado por muitos autores(8,12,13), é desejável à esses estudos e vem sendo constantemente desenvolvida e comumente empregada em outras instituições na análise de materiais.

#### REFERÊNCIAS

1. Hans - Joachim Bunge, Technological Applications of Texture Analysis  
IN: Zeitschrift fur Metallkunde, 76(7): 457-471, 1985
2. J. Szpunar. Texture and Neutron Diffraction  
IN: Atomic Energy Review, 14(2): 199-261, 1976
3. E.F. Strucken; J.W. Croach. Predicting Physical Properties in Oriented Metal  
IN: Transactions of the Metallurgical Society of AIME 227:934-940, 1963
4. G.E. Bacon. Neutron Diffraction - Oxford - Clarendon Press - 1962
5. Silvia I.N.Veno. Orientações Preferenciais em Nióbio Determinadas por Difração de Nêutrons - Dissertação e Tese IEA-098 - 1979
6. J. Tobisch; H.J. Bunge. The Spherical Sample Method in Neutron Diffraction Texture Determination  
IN: Texture 1:125-127, 1972
7. A. Olés; J. Szpunar; J. Sosmowska. Neutron Diffraction Method for Sheet Texture Determination  
IN: Nukleonika 13(2): 173-178, 1968
8. N.B. de Lima; E. Galego; K. Imakuma. Análise de Textura por meio das Figuras de Polo Incompleta  
IN: Publicação IPEN nº 95 - 1986
9. J. Szpunar; A. Olés; B. Buras; J. Sosmowska; F. Pietras. Texture Studies of Coarse-grain Metal Sheets by Means of Neutron Diffraction  
IN: Nukleonika 13(11): 1111-1112, 1968
10. V. Baffigo; M. Domenici. The determination of texture on nuclear materials by means of X-ray and neutron diffraction  
IN: Atomdraxis 13(8): 121-125, 1967
11. O.J. Eder; R. Klemencic. Textures of cold-rolled pure aluminium measured by neutron and X-ray diffraction  
IN: J. Appl. Cryst. 8:628-6.5, 1975
12. H.J. Bunge. Mathematical methods for texture analysis. Berlin-Verlog - 1981
13. H.J. Bunge. Texture analysis in materials science. Mathematical Methods. London, Butterworths: 85-88, 1982

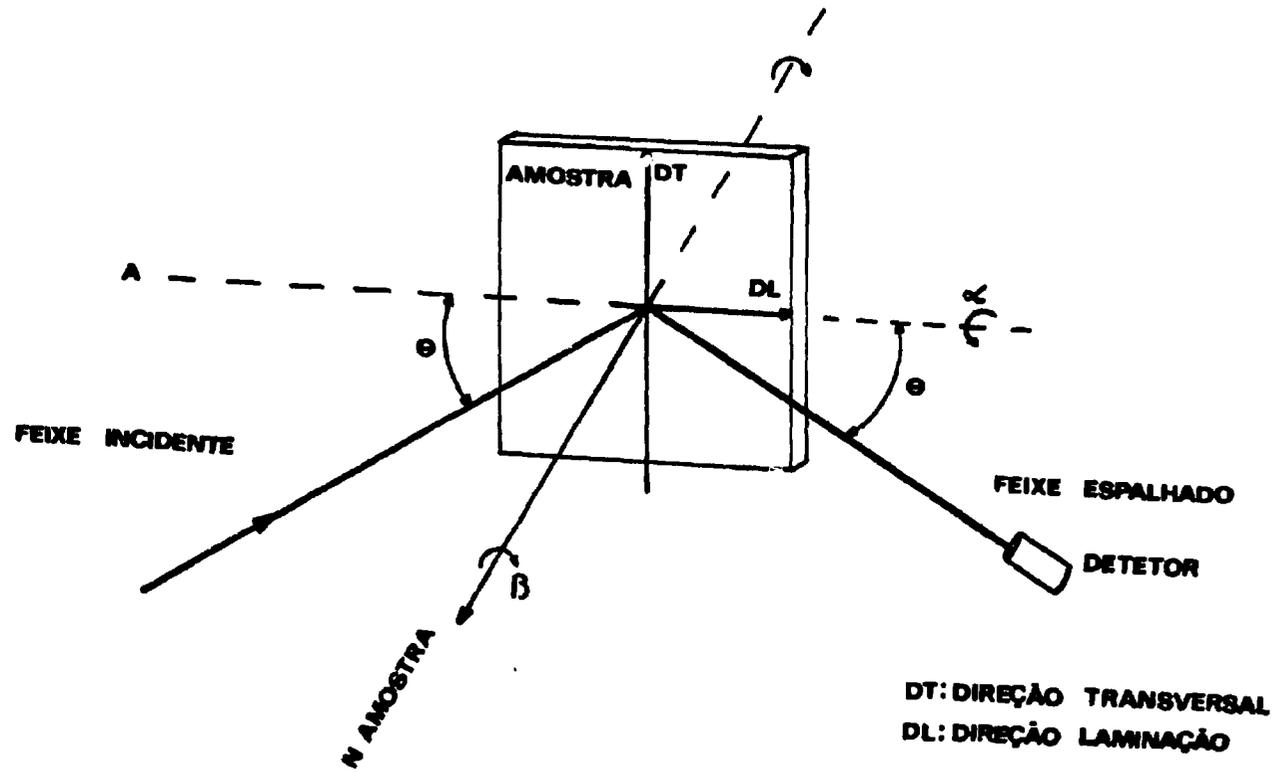


Figura-1 : Geometria no metodo da reflexão

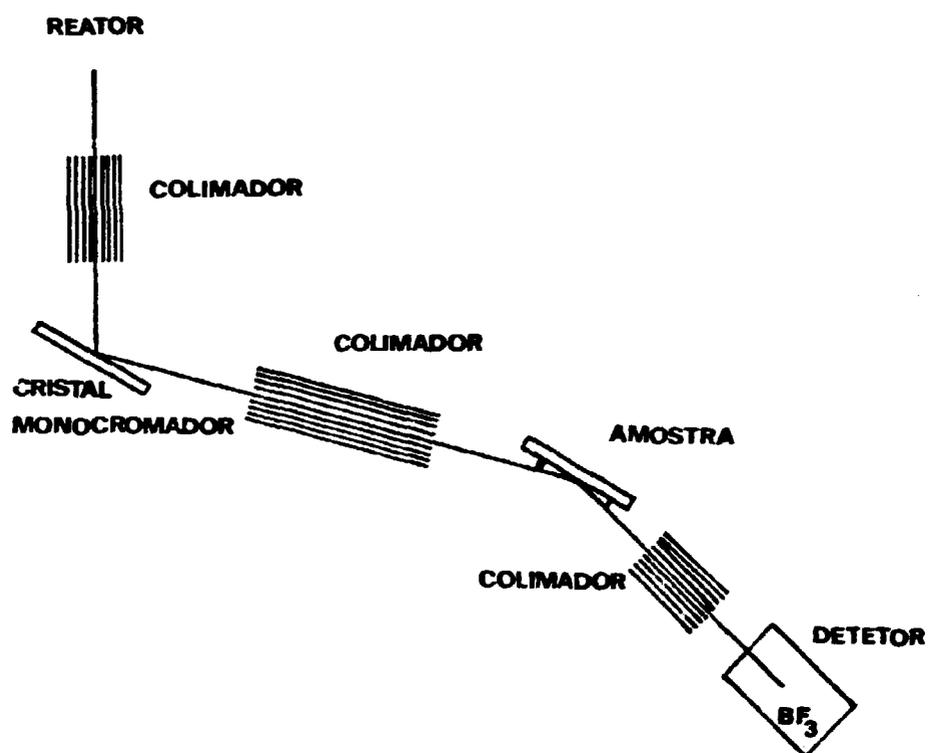


Figura-2 : Diagrama esquemático do Difrátometro de Neutrons

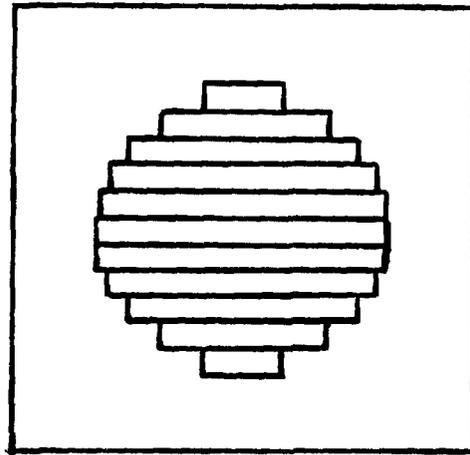


Figura-3a : Forma geometrica da amostra de aluminio laminada a 5%

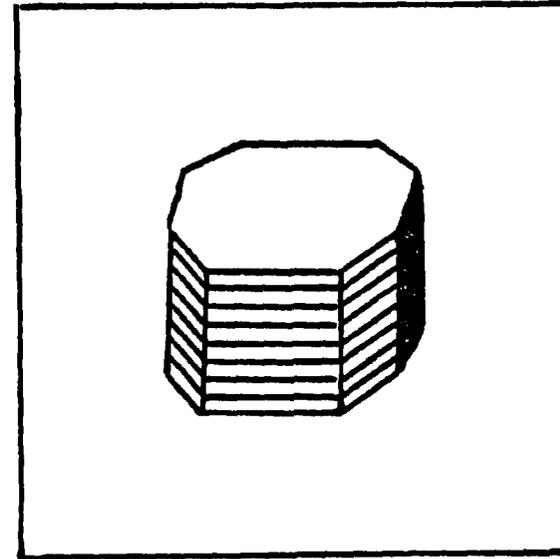
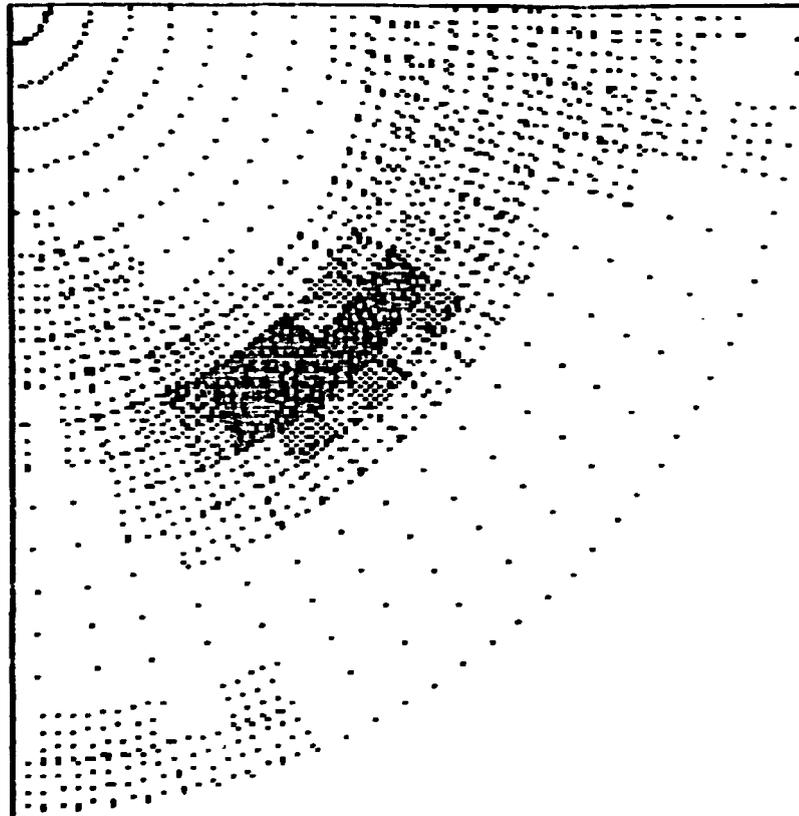


Figura-3b : Forma geometrica das amostras de aluminio laminada a 98% e de ferro-silicio



DL

Figura-4a : Figura de polo obtida nesse trabalho para a amostra de alumínio laminada a 5%.Plano cristalografico-(111)

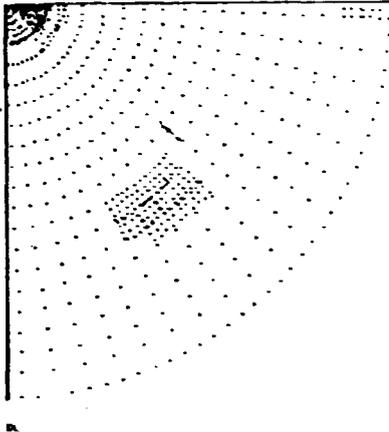


Figura-4b : Figura de polo obtida nesse trabalho para a amostra de aluminio laminada a 98%.Plano cristalografico-(111)

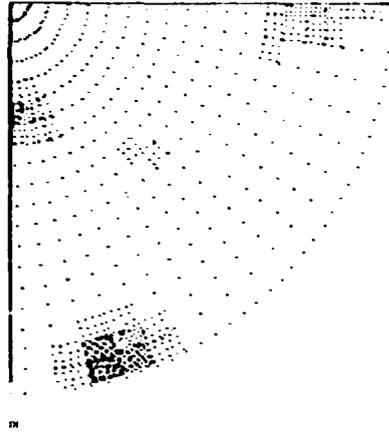


Figura-4c : Figura de polo obtida nesse trabalho para a amostra de ferro-silicio.Plano cristalografico-(110)

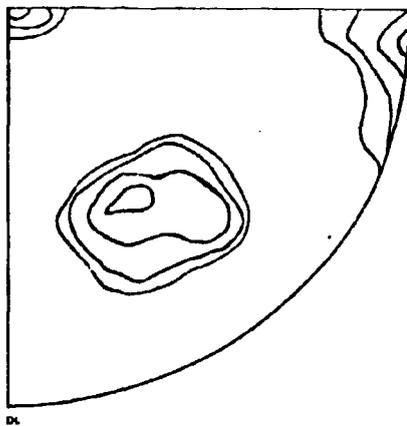


Figura-5a : Figura de polo obtida na literatura:aluminio laminado a 90% .Plano cristalografico-(111)

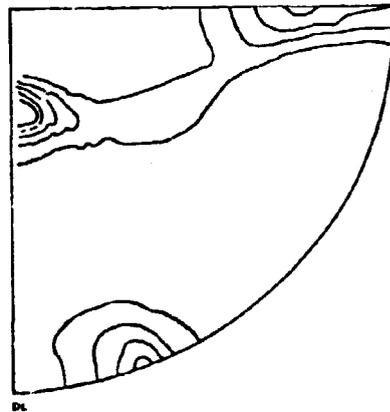


Figura-5b : Figura de polo obtida na literatura:ferro-silicio.Plano cristalografico-(110)