

DETERMINAÇÃO DO ESTÁGIO INICIAL DA RECRISTALIZAÇÃO EM LIGAS DE ALUMÍNIO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Marjorie Löw^(aa), Nelson Batista de Lima^(a),

^(a)Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN/CNEN-SP,

RESUMO

Dentre as diversas técnicas utilizadas no estudo do processo de recristalização, as câmaras de difração de raios X têm a vantagem de analisar grandes áreas da amostra fornecendo resultados estatisticamente confiáveis. Neste trabalho, ligas de alumínio do tipo ASTM 1050 e 3003 foram submetidas a tratamentos térmicos em uma faixa de temperatura entre 100 e 400°C e analisadas por difração de raios X para se determinar o estágio inicial da recristalização nessas ligas. As técnicas utilizadas foram as câmaras de transmissão e de textura. Os filmes obtidos pela câmara de transmissão para as amostras não recristalizadas apresentam padrão de linhas difusas, enquanto que para aquelas com o processo de recristalização já adiantado o padrão é de pontos discretos e definidos. As temperaturas de recristalização obtidas por essas técnicas são 240 e 260°C para as ligas ASTM 1050 e 3003, respectivamente. A variação da textura associada à recristalização das ligas de alumínio, durante as etapas dos tratamentos térmicos, foi analisada por meio das funções distribuição de orientação (FDO) correspondentes.

ABSTRACT

Among all the techniques used in the study of the recrystallization processes, the X-ray diffraction transmission chamber has the advantage of analysing large sample surface area giving statistically reliable results. ASTM 1050 and 3003 aluminium alloys were thermally treated between 100 and 400 °C and analyzed by X-ray diffraction in order to determine the beginning of the recrystallization process. The techniques used were the texture and transmission chambers. Non-recrystallized samples films obtained by transmission chamber, showed a diffuse line pattern, and for samples of recrystallized ones the pattern showed well defined spots. ASTM 1050 and 3003 alloy recrystallization temperatures obtained by this technique were 240 and 260 °C, respectively. Texture changes related to aluminum alloys recrystallization occurred during thermal processes were analyzed using the correspondent orientation distribution functions (ODF).

Palavras Chave: Recristalização, Difração de Raio-X, Alumínio, Textura.

^a Contato: Fone:(11)3816-9365 FaxⓉ(11)3816-9370 email:mjlow@net.ipen.br

I. INTRODUÇÃO.

O alumínio é um metal com, entre outras propriedades, grande maleabilidade e baixa densidade, cuja aplicação quase nunca se dá no estado puro, ou seja, a maior parte das aplicações é na forma de ligas. Nessas aplicações, as formas mais comuns são: chapas e lâminas, folhas, extrudados, fios e cabos condutores, fundidos e forjados, pó e em usos na indústria siderúrgica.

Após o processo de obtenção da liga, tratamentos de deformação mecânica e térmica seguem-se com a finalidade de controlar a formação de microestrutura adequada. A evolução da microestrutura durante os processos termomecânicos, em especial durante o processo de recristalização, deve ser conhecida já que dela dependem muitas das propriedades mecânicas e químicas das ligas.

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

O estudo da recristalização, freqüentemente exige a utilização de várias técnicas complementares, como a microscopia óptica e a eletrônica [7,8,9] e a difração de raios X [10,11], nêutrons e elétrons. As características de cada uma dessas técnicas fazem com que todas apresentem vantagens e desvantagens. A técnica de difração de raios X possui a vantagem de analisar grandes áreas (estatisticamente mais representativa) e obter informações quanto ao grau de cristalinidade do material. Além disso, o processo de recristalização é acompanhado por uma alteração na textura cristalográfica. A técnica da câmara de transmissão utilizando os raios X permite verificar a formação de núcleos de recristalização em um material deformado, pela alteração do padrão de linhas difusas para pontos discretos em um filme fotográfico [12].

Os metais comumente utilizados são agregados policristalinos, nos quais cada grão individual tem

uma orientação cristalina que difere das dos seus vizinhos. De uma forma geral, esses grãos podem tanto estar distribuídos aleatoriamente em relação a um sistema de referência (pouco provável), como apresentarem orientações concentradas, em maior ou menor grau, em uma ou mais orientações [13,14]. Essas distribuições não aleatórias são chamadas de orientações preferenciais ou texturas. Essas características puramente cristalográficas não devem ser confundidas com o alinhamento da estrutura do grão ou distribuições preferenciais de segundas fases que são reveladas por metalografia óptica. Orientações preferenciais são comumente descritas por meio das figuras de polo. Estas figuras são projeções estereográficas simples que mostram a distribuição de determinadas direções cristalográficas dos grãos que constituem o metal. Uma orientação preferencial é representada da seguinte forma: $(hkl) [uvw]$ onde (hkl) é o plano paralelo ao plano de laminação e $[uvw]$ é uma direção cristalina paralela à direção de laminação.

A descrição da textura com auxílio de figuras de polo é muito útil, mas as informações que elas contém são incompletas e semiquantitativas. A razão fundamental para essa dificuldade é que uma orientação geral apresenta três graus de liberdade ao passo que uma figura de pólo apresenta somente duas variáveis independentes [14]. A textura pode ser descrita de uma forma mais completa com auxílio das funções distribuição de orientação dos cristallitos ou grãos (FDO). A análise de textura, por meio das funções distribuição de orientação (FDO), permite quantificar a transição da textura de deformação para a de recristalização [15]. Três métodos matemáticos foram propostos para a obtenção dessas funções: Williams a partir de uma solução iterativa de mínimos quadrados [16], Roe [17] e Bunge [15], independentemente a partir de métodos que utilizam harmônicos esféricos generalizados. Essas funções, definidas na equação 1 abaixo,

$$F(\varphi_1 \phi \varphi_2) = f(g) = dV/V \quad (1)$$

especificam a freqüência de ocorrência de determinadas orientações em um espaço tridimensional. Este espaço é definido pelos três ângulos de Euler, segundo Bunge [15], utilizando os ângulos φ_1 , ϕ e φ_2 , os quais constituem um conjunto de três rotações consecutivas que precisam ser aplicadas a cada célula unitária para tornar os seus eixos cristalográficos, $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$ e $\langle 001 \rangle$, coincidentes com o eixo da amostra. Os valores de $f(g)$ são, geralmente, mostrados em seções constantes de φ_2 , isto é, para cada $0^\circ \leq \varphi_2 \leq 90^\circ$, em

passos de 5° , são plotados isolinhas de várias intensidades de $f(g)$ em função de ϕ e ϕ_1 .

A determinação das orientações preferenciais $(hkl)\langle uvw \rangle$ através das FDO é feita por meio de uma carta de orientações preferenciais no espaço de Euler [15].

Análises quantitativas de textura usando FDO permitem, além da identificação sem ambigüidade de todas as orientações, a obtenção da fração volumétrica de cada orientação e da intensidade absoluta destas orientações [11].

Muitas vezes para uma melhor avaliação da FDO fixamos dois ângulos no espaço de Euler e “plotamos” $f(g)$ em função de apenas um ângulo.

Para análise de materiais c.f.c. laminados, é interessante analisar a fibra α , ($0^\circ \leq \phi_1 \leq 90^\circ$, $\phi = 45^\circ$, $\phi_2 = 0^\circ$), onde ocorrem os principais componentes de textura de deformação, e a fibra β que é definida como o valor máximo de $f(g)$ para cada ϕ_2 . No caso da textura de recristalização do alumínio é interessante avaliar a fibra $\langle 100 \rangle // DL$, pois temos uma avaliação mais precisa da textura cubo.

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

II. SEÇÃO EXPERIMENTAL

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

Após um recozimento a 450°C , as amostras foram laminadas a frio com incrementos de deformação constantes, até se alcançar uma espessura de 0,4 mm. Obtendo-se, assim, uma deformação de aproximadamente 95% para a liga 3003 e 93% para a 1050.

Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno resistivo tubular com cavidade cilíndrica de cerca de 30 mm de diâmetro interno. As amostras foram submetidas a tratamentos isócronos de uma hora, nas temperaturas nominais de 100, 150, 200, 250, 300, 350 e 400°C . Para cada temperatura foram tratadas duas amostras simultaneamente. Após verificação dos intervalos de temperatura em que o início da recristalização ocorre para cada liga, por meio da análise dos resultados de difração de raios X, as amostras da série 1050 também foram tratadas nas temperaturas nominais de 210, 220, 230 e 240°C e as amostras da série 3003 nas temperaturas nominais de 260, 270, 280 e 290°C .

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

Tabela 1. Condições experimentais utilizadas para as medidas com a câmara de transmissão.

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

difratômetro de raios X da Rigaku Denki Corporation, modelo RINT2000. Os parâmetros de operação desta montagem são dados na Tabela 2.

Foram obtidas as figuras de polo incompletas (111), (200), (211) e (311), pelo método de Schulz, das amostras tratadas em intervalos de 50°C . A partir destes dados foram determinadas as funções distribuição de orientação (FDO), utilizando o

método de Bunge [15]. Para uma melhor avaliação das orientações foram traçadas as figuras de fibra α ($\phi=45^\circ, \phi_1, \phi_2=0$) e fibra β (representação da

varredura ao longo de ϕ_2 nos pontos de máximos de ϕ_1 e ϕ , no espaço de Euler).

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

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

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

RESULTADOS E DISCUSSÃO

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

As curvas de microdureza sugerem que para a liga 1050, a recristalização ocorre entre 150 e 300°C e para a liga 3003 entre 200 e 300°C. Para ambas as ligas a microdureza tende a se estabilizar após o tratamento a 300°C.

A redução da microdureza na liga 1050 ocorre em temperatura mais baixa pois a menor quantidade de átomos de soluto resulta em menos obstáculos ao movimento de discordâncias e formação de subgrãos, conseqüentemente facilita a recuperação do material e seu amolecimento. Isso pode ser percebido pela queda suave na microdureza. Na liga 3003, devido à dificuldade de movimento das discordâncias em função da maior quantidade de precipitados, o amolecimento somente ocorrerá em

temperaturas mais elevadas, porém de forma abrupta (Figura 1).

Os padrões de difração, obtidos em uma câmara de transmissão, de uma amostra metálica com alto grau de deformação, são círculos concêntricos e difusos, cuja intensidade em cada ponto depende da orientação cristalográfica preferencial [12].

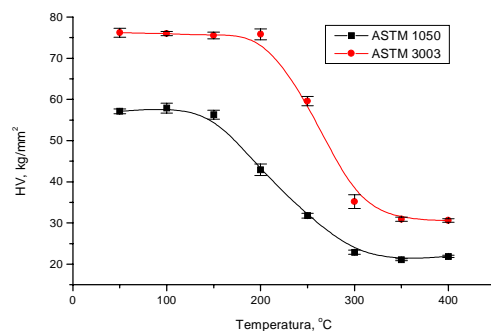
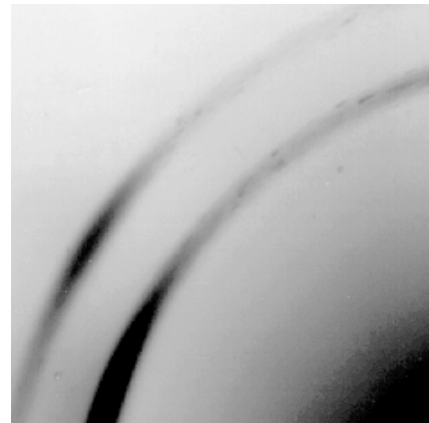
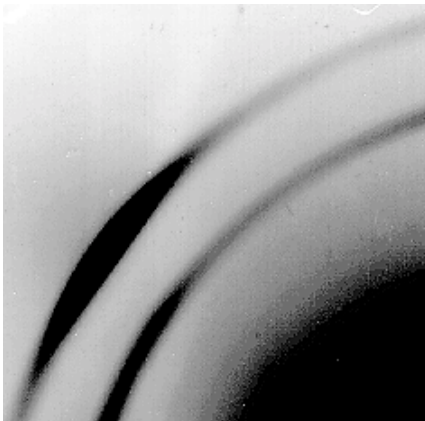


Figura 1. Variação da microdureza Vickers em função da temperatura para as ligas de alumínio das séries ASTM 1050 e 3003.

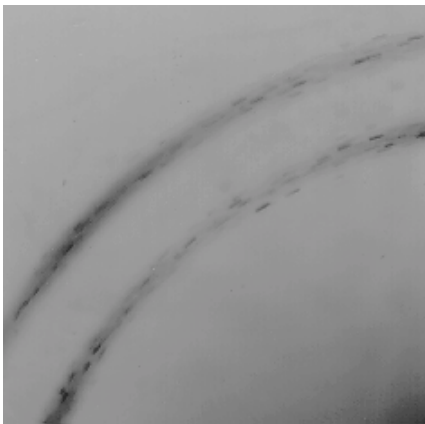
No início da recristalização formam-se pequenos núcleos com baixa densidade de defeitos, na matriz deformada, e o padrão de difração, para estes núcleos, são pontos bem definidos. O estudo da superposição desses dois padrões de difração permite determinar o início da recristalização. Portanto, as amostras sem tratamento térmico apresentaram padrões de difração compostos de linhas difusas. Estes padrões compostos apenas de linhas, não sofreram alteração para as amostras tratadas a 100, 150, 200 e 250°C da série ASTM

3003 e a 100, 150 e 200°C da série ASTM 1050. As amostras tratadas a 250°C e a 300°C das séries ASTM 1050 e 3003, respectivamente, apresentaram padrões de difração compostos por pontos e linhas difusas simultaneamente. Quando tratadas a 350°C, as amostras de ambas as séries apresentaram padrões compostos quase que exclusivamente por pontos..

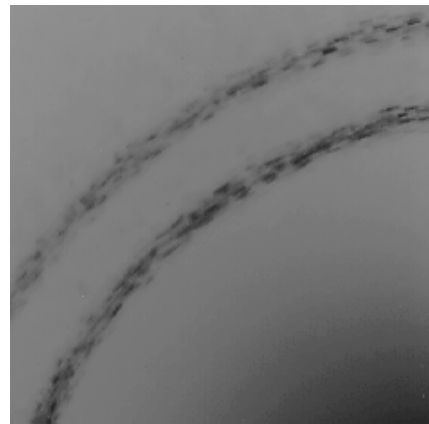


(b)

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



(a)



(b)

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

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

Constatado os intervalos de temperatura em que ocorre a recristalização, amostras de ambas as

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

As funções distribuição de orientação (FDO) para as ligas 1050 e 3003 são apresentadas na Figura 4.

Para a liga 3003, nota-se que o início da recristalização se dá no intervalo de temperatura entre 250 e 300°C (260°C, obtido na câmara de transmissão). Isso é verificado devido à mudança das posições em que aparecem as reflexões.

Para a liga 1050, o início da recristalização é observado também no intervalo de 250 a 300°C. Para essa liga, porém, o início da recristalização determinado pela câmara de transmissão se dá na temperatura de 240°C.

A representação fibra α é uma varredura de φ_1 em $\varphi_2=0^\circ$ e $\phi=45^\circ$ no espaço de Euler. Este tipo de varredura é muito conveniente para se analisar as texturas de laminação de materiais c.f.c. com alta energia de falha de empilhamento. A fibra β é uma varredura de φ_2 , nos pontos em que φ_1 e ϕ são mais intensos, e também é muito conveniente para se analisar esse tipo de textura. As fibras α e β das amostras da série 1050 são mostradas na Figuras 5, e as fibras α e β das amostras da série 3003 são mostradas na Figura 6. A separação dos estados anterior e posterior à recristalização, nas fibras α de ambas as séries, pode ser observada pelo agrupamento distinto dos perfis de cada estado da liga. Observa-se em aproximadamente 35° um

agrupamento de curvas numa posição superior ($3,5 < f(g) < 4,5$) e outro agrupamento inferior ($1,5 < f(g) < 2,5$), correspondendo aos estados anterior e posterior à recristalização, respectivamente.

A textura de deformação de ambas as ligas exibe texturas típicas de deformação e, qualitativamente, são muito similares entre si. A textura de laminação consiste de um tubo β que vai da orientação tipo Cobre $\{112\}\langle 111\rangle$, passando pela orientação $S\{123\}\langle 634\rangle$ até a orientação $B\{011\}\langle 211\rangle$. Portanto, foi convenientemente “plotado” nas Figuras 5b e 6b a densidade de orientações ao longo da fibra β e nas Figuras 5a e 6a ao longo da fibra α . Vale ressaltar que estas fibras devem ser estudadas para a textura de deformação de ligas c.f.c. de alta EDE. A partir do momento que o material está recristalizado, esta fibra perde o sentido, devendo ser avaliadas outras fibras, que dependem da textura de recristalização de cada material. Nas Figuras. 5b e 6b, a fibra β tem sentido para temperaturas até 250°C para as ligas 3003 e 1050. As orientações preferenciais obtidas pela análise da fibra β são $(011)\langle 211\rangle$, $(112)\langle 111\rangle$. A partir de 300°C percebe-se pela análise das fibras, que a orientação cristalográfica de recristalização está se formando, gerando um crescimento da fração volumétrica de grãos recristalizados e uma diminuição sensível de grãos com orientação de textura de deformação

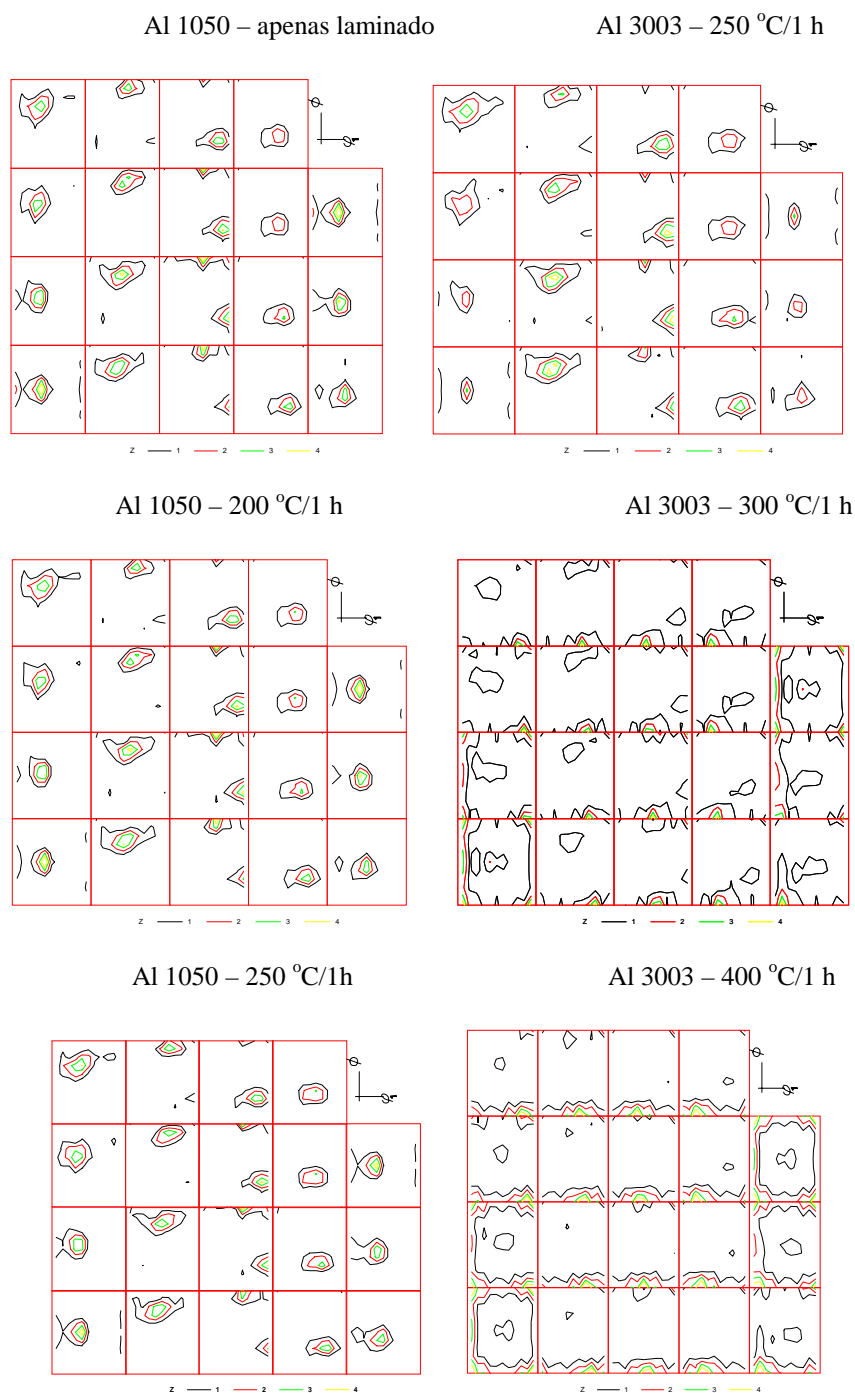


Figura 4. Funções distribuição de orientação para as amostras das séries 1050 e 3003.

Entre 200 e 250°C, é notado na fibra β uma diminuição dos componentes $(112)\langle 111 \rangle$ e $(011)\langle 211 \rangle$, sugerindo que a diminuição de intensidade destes componentes esteja relacionada com o início da recrystalização, uma vez que a orientação cristalográfica dos grãos recrystalizados têm outra orientação e que devem consumir as orientações da textura de deformação.

Por outro lado, a análise da fibra α mostra que a textura de laminação do alumínio gera os componentes B, isto é, $(011)\langle 211 \rangle$ como esperado, e que a recrystalização gera a orientação $(011)\langle 100 \rangle$, isto é, a orientação tipo Goss.

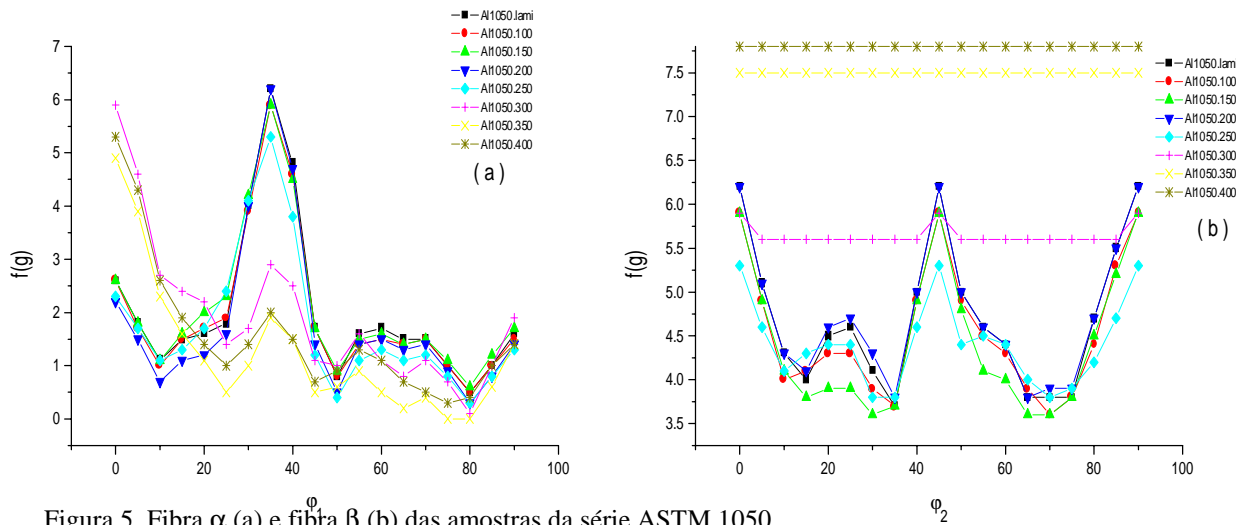


Figura 5. Fibra α (a) e fibra β (b) das amostras da série ASTM 1050

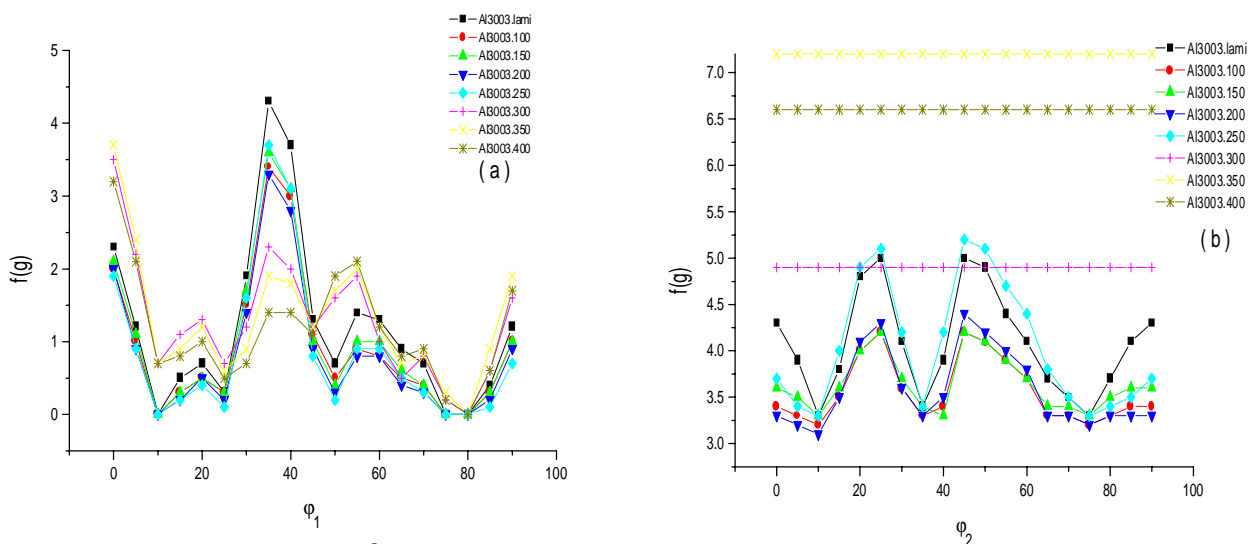


Figura 6. Fibra α (a) e fibra β (b) das amostras da série ASTM 3003.

A análise da fibra $\langle 100 \rangle$, Figura 7a, em conjunto com as figuras de fibra α e β , para a liga 1050, mostra que a diminuição da textura de deformação não gera núcleos com textura Cubo. Isto sugere que os núcleos neste estágio ainda são pequenos, da ordem de 0,5 a 2 μm e a difração vindas destes grãos não são detectadas, embora seja detectável a diminuição da textura de deformação. Outra possibilidade é que estes núcleos tenham orientações ao acaso, não sendo detectados até que algumas orientações preferenciais se destaquem.

Após a recristalização completa das amostras, os componentes da textura de recristalização são em ambas as ligas: textura Cubo (001) $\langle 100 \rangle$

($\phi_1 = \phi_2 = 0^\circ$, na FDO) e a textura Goss com um forte espalhamento na direção da laminação, gerando uma textura de fibra em torno da direção $\langle 100 \rangle$ (visível ao longo de ϕ em $\phi_1 = \phi_2 = 0^\circ$ em ambas as amostras recozidas em temperaturas acima de 300°C , Figura 4). Um exemplo de que a textura Cubo domina a recristalização é visto na Figura 7. O aumento da temperatura mostra que ocorre uma estabilização da textura cubo para ambas as ligas. A textura tipo Goss diminui com o aumento da temperatura para a liga 1050 e é estável para a liga 3003, Figuras 7 e 8.

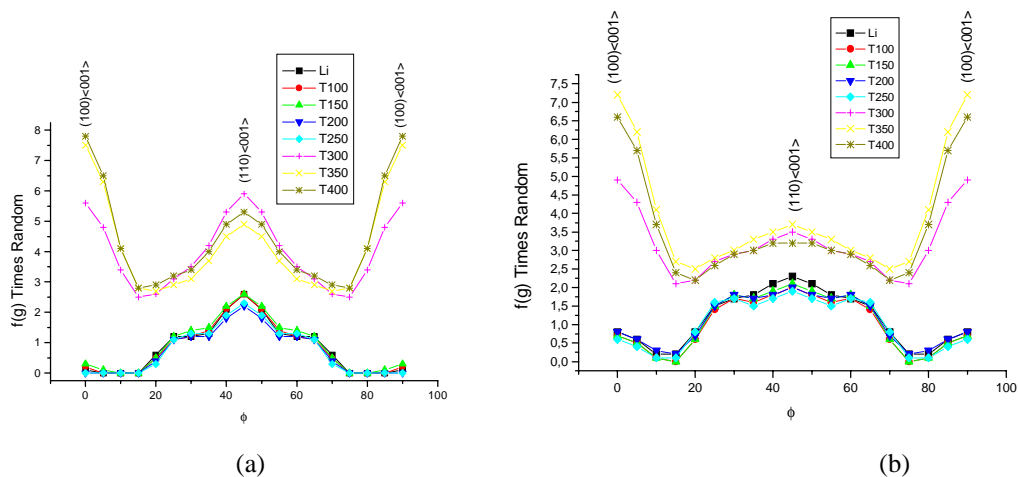


Figura 7. Fibra $\langle 100 \rangle$ //DL para as amostras da série 1050 (a) e 3003 (b).

A fibra $\langle 100 \rangle$, Figura 7, mostra de uma forma muito clara a diferença das orientações preferenciais entre as amostras deformadas e recristalizadas e que tanto para as amostras das ligas 1050 e 3003, a recristalização ocorre entre 250 e 300°C.

As orientações preferenciais que merecem destaque são a textura Cubo ($\phi_1=0^\circ, \phi_2=0^\circ, \phi_3=0^\circ$) e a textura Goss ($\phi_1=\phi_2=0^\circ$ e $\phi=45^\circ$), ambas texturas típicas de recristalização do alumínio. A textura tipo Cubo é oriunda da nucleação na estrutura do tipo banda e a textura tipo Goss é oriunda de nucleação na banda de cisalhamento, o que sugere que a nucleação da recristalização nas ligas de alumínio ocorreu nestes sítios.

A liga 1050 apresenta intensidade maior nas orientações Goss e principalmente na Cubo, se comparadas com a da liga 3003, mostrando que para esta liga, os sítios de nucleação do tipo Goss e Cubo foram consumidos por núcleos com outras orientações. Isto se deve ao fato da liga 3003 possuir maior quantidade de precipitados do que a

liga 1050, gerando núcleos com textura ao acaso. Além disso, os precipitados localizam-se principalmente nos contornos de grão e, portanto, consomem preferencialmente os sítios de nucleação nesta região, diminuindo os núcleos com textura Goss e formando núcleos ao acaso que são típicos da região em torno do precipitado.

Também não foi verificada orientações diferentes da tipo Goss e Cubo para a liga 3003, indicando que não houve outros mecanismos de nucleação.

Na Figura 8 são apresentados gráficos que mostram a evolução das texturas de deformação e recristalização em função da temperatura de recozimento para as ligas 1050 e 3003. Interessante notar que para a liga 1050 ocorre a diminuição das texturas de deformação sem o imediato crescimento da textura de recristalização conforme já discutido. Para a liga 3003 a diminuição da textura de deformação ocorre concomitantemente com o crescimento das texturas de recristalização.

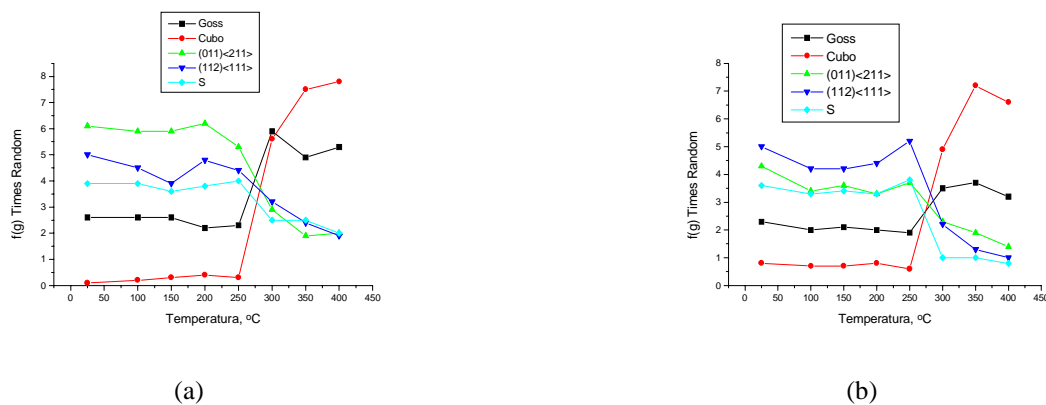


Figura 8. Gráfico de orientações para a liga 1050 (a) e 3003 (b).

No caso da liga 1050 poderia sugerir que a nucleação da recristalização pode estar ocorrendo com orientação ao acaso ou com orientações já definidas, mas os núcleos são tão pequenos que não são detectados. Em ambas as hipóteses, esses novos núcleos consumiriam regiões cristalinas da matriz deformada, diminuindo a intensidade da textura de deformação, no caso, as orientações (011)<211> e (112)<111>. Por outro lado para a liga 3003 o mesmo não ocorre.

Vimos um comportamento similar com a curva da microdureza onde a diminuição da microdureza do estado encruado para o estado recristalizado é mais abrupto para a liga 3003 e mais suave para a liga 1050. Além disso, o início da recristalização detectado pelo padrão de difração de raios X indica que a nucleação ocorre antes na liga 1050 (240°C) do que na liga 3003 (260°C). A liga 3003 possui mais impurezas do que a liga 1050 onde destacamos o Fe, Cu e Mn, que formam uma fração volumétrica de precipitados aproximadamente duas vezes maior do que na liga 1050.

Segundo Lücke e Engler [18], partículas cisalháveis favorecem o escorregamento com desvio (*cross slip*), o qual leva a formação de bandas de cisalhamento. Quando o número de partículas é pequeno, as bandas são limitadas a poucos grãos e desenvolve-se a textura tipo Goss (011)<100> e a textura tipo B (011)<211>. Com o aumento da quantidade de precipitados, aumenta o número e comprimento de bandas de cisalhamento e, portanto, a região deformada aumenta, a qual leva a uma diminuição da intensidade dos componentes da textura de deformação. Isto é verificado na intensidade dos componentes da textura de laminação para as amostras 1050 e 3003, Figura 8.

O Fe e o Mn são elementos de baixa solubilidade na matriz do alumínio, formando precipitados de Al₃Fe. Portanto, é esperado que na liga 3003 se tenha o movimento de discordâncias diminuído, dificultando o seu rearranjo para a formação de sítios de nucleação com regiões de alta densidade de discordâncias e uma posterior região livre de defeitos, crescimento de subgrão, associada a contornos de alto ângulo, com alta mobilidade sobre a matriz encruada. Quando aumentamos a temperatura, isto é, aumentamos ρ_D, da equação 2,

$$d_{crit} = 4\gamma_{GB}/\rho_D \quad (2)$$

onde,

d_{crit} = diâmetro crítico

γ_{GB} = energia do contorno de grão e

ρ_D = força motriz devido à energia armazenada,

aumentamos a força motriz e conseqüentemente diminuímos o d_{crit} do núcleo de recristalização e assim aumentamos a velocidade de reação. Logo o fato de na liga 3003, o crescimento das texturas de recristalização ser concomitante com a diminuição da textura de deformação, o que pode ser explicado pela velocidade de crescimento do núcleo, ao mesmo tempo que consomem a matriz deformada, adquirem um tamanho mínimo necessário para ser detectado. Isto descartaria a idéia de nucleação ao acaso. Estes fatos levam a acreditar que o mecanismo responsável pela textura de recristalização destas ligas de alumínio seja o da nucleação orientada [19].

CONCLUSÕES

A técnica da difração de raios X utilizando a câmara de transmissão produziu resultados que permitiram a identificação do início do processo de recristalização das ligas de alumínio da série ASTM 1050 e 3003. O início da recristalização se caracteriza pela mudança de um padrão de linhas para um padrão onde começam a surgir pontos definidos.

Para a série 1050, a temperatura de recristalização identificada foi de 240°C e para a série 3003 de 260°C. Os resultados da microdureza Vickers concordam com esses valores.

A análise das figuras de polo e das FDO revelou que o início da recristalização da liga da série 1050 deveria ocorrer entre 250 e 300°C, ou seja, um pouco acima da temperatura observada pelos padrões de raios X. Já para a liga da série 3003 a análise das figuras de polo confirmou o início da recristalização em temperatura acima de 250°C, ou seja, 260°C. Essas observações são as mesmas quando se observam as funções distribuição de orientação (FDO) e as representações fibra α e fibra β .

As principais orientações observadas na laminação de ambas as ligas são: textura S {123}<634>, C (112)<111>, B (011)<112> e Goss (110)<001>. A liga 3003 apresenta uma textura mais fraca do que a liga 1050. Já as principais texturas de recristalização observadas em ambas as ligas são: textura Cubo (001)<100> e textura Goss (110)<001>, sendo a textura Cubo a mais intensa.

O mecanismo mais favorável para a textura de recristalização parece ser o da nucleação orientada. Os sítios mais prováveis de nucleação foram as

bandas cúbicas (responsáveis pela textura Cubo), bandas de cisalhamento (textura Goss), contornos de grãos (textura retida de deformação, observada somente na liga 1050) e sítios em torno dos grãos precipitados (responsáveis pela diminuição da textura, observada com mais intensidade na liga 3003).

AGRADECIMENTOS

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

REFERÊNCIAS

- [1] Doherty, R. *Metal Science*, v.8, p.132-142, 1974.
- [2] Burke, J. *Prog. Metall. Phys.*, v. 31, p. 220, 1952.
- [3] Cahn, R. *Proc. Phys. Soc. London*, v. 63, n. 4A, 1950.
- [4] Hu, H. In : *Recovery and crystallization of metals*. Ed. Himmel, L., Wiley-Interscience, New York, p. 311-362, 1963.
- [5] Li, J. *J. Applied Physics*, v. 33, p. 2958-65, 1962.
- [6] Beck, P. J. *Applied Physics*, v. 21, p. 150-152, 1950.
- [7] Doherty, R. *Scripta Metallurgica*, v. 19, p. 927-930, 1985.
- [8] Blum, W., McQueen, H. *Materials Science Forum*, v. 217-222, p.31-42, 1996.
- [9] Marshall, G., . *Materials Science Forum*, v. 217-222, p.19-30, 1996.
- [10] Yamagata, H., *Acta Metall. Mater.*, v. 43, n. 2, p. 723-729, 1995.
- [11] Bowen, A., *Materials Science Technol.*, v. 6, p. 1058-1071, 1990.
- [12] Reick, W.K. *Kaltumformung und Rekristallisation Eines Rostbeständigen ferritisch-austenitischen Duplex-Stahles*. Tese de Doutorado, Fakultät für Maschinenbau der Ruhr-Universität Bochum, 1993.
- [13] Padilha, A.F. e Siciliano Jr., F. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, São Paulo, 1995.
- [14] Hatherley, M. e Hutchinson, W.B. In: An introduction to textures in metals, Monograph no. 5, The Institution of Metallurgists.
- [15] Bunge, H. *Texture Analysis in Materials Science*, Butterworths & Co., Berlin, Germany, 1982.
- [16] Williams, R.O. *Trans. Met. Soc. AIME*, 242:105, 1968.
- [17] Roe, R.J. *Appl. Phys.*, 6:2014, 1965.
- [18] Lücke, K e Engler, O. *Mat. Sci. Technol.*, v. 6, p. 1113-1130, 1990.
- [19] Lee, D. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v. 32, n. 10, p. 1689-94, 1995.