

**Bruno Geoffroy Scuracchio**

*Trabalho de formatura apresentado ao  
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais  
da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo*

**Desenvolvimento de microtextura, mesotextura e  
textura na deformação e recristalização de ligas  
CCC do sistema Fe-Al**

*Trabalho de formatura apresentado ao  
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais  
da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo*

**Bruno Geoffroy Scuracchio**

**Desenvolvimento de microtextura, mesotextura e  
textura na deformação e recristalização de ligas  
CCC do sistema Fe-Al**

*Trabalho de formatura apresentado ao  
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de  
Materiais da Escola Politécnica da Universidade  
de São Paulo*

*Área de Concentração:  
Engenharia de Materiais*

*Orientador:  
Prof. Doutor Cláudio Geraldo Schön*

## RESUMO

A microestrutura e a mesotextura de uma liga de Ferro contendo 30 %at. de Alumínio e 6%at. de Cromo foi investigada por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura com acessório para difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e por difração de raios-X em goniômetro de textura nos estados bruto de fusão, solubilizado, laminado em duas temperaturas diferentes ( $1000^{\circ}\text{C}$  e  $700^{\circ}\text{C}$ ) e no estado recristalizado em diferentes temperaturas. Os resultados indicam que a amostra no estado bruto de fusão apresenta uma microestrutura constituída por longos grãos colunares com forte textura radial no plano (111)(uvw). A textura assim observada não é afetada pelo tratamento térmico de solubilização, indicando que ela é estável. A textura de solidificação influencia fortemente a mesotextura obtida após a laminação, mesmo quando há recristalização envolvida. A amostra laminada a  $1000^{\circ}\text{C}$ , por exemplo, apresenta grandes regiões onde vários grãos provavelmente pertenciam a um mesmo grão colunar na estrutura bruta de solidificação. A amostra laminada a  $700^{\circ}\text{C}$  apresenta uma estrutura encruada, e a textura obtida nesta amostra apresenta máximos ao longo do plano (111) com uma concentração em torno das direções <011> e ao longo do plano (115) e concentrações o longo de <120>. O detalhamento da recristalização, realizado em diferentes temperaturas, mostrou um notável crescimento de grão nas amostras deformadas, e aparecimento de textura preferencial ao longo das direções <101> a <111> em recristalização em temperatura inferior à de ordenação da liga ( $1020^{\circ}\text{C}$ ). A recristalização em temperatura próxima e acima à de ordenação não gerou textura na amostra.

Palavras-Chaves: Textura, Materiais Intermétálicos, Recristalização, Deformação Plástica

# **SUMÁRIO**

1. Revisão da literatura .....	1
2. Materiais e métodos.....	6
3. Resultados e discussão.....	9
3.1. Estado bruto de fusão e solubilizado.....	9
3.2. Amostra laminada a 1000°C.....	10
3.3. Amostra laminada a 700°C.....	11
3.4. Análise térmica.....	13
3.5. Amostras Recristalizadas.....	14
4. Conclusões.....	24
5. Referências Bibliográficas.....	25

## 1. REVISÃO DE LITERATURA

Ligas do sistema Fe-Al baseadas no reticulado CCC têm atraído grande atenção da comunidade científica e de engenharia de materiais tanto do ponto de vista acadêmico, quanto tecnológico. O interesse acadêmico deve-se à existência de ordem configuracional no sistema, sendo que o mesmo pode ser considerado como protótipo para as transições de fases tipo ordem - desordem em reticulados CCC /1/. Do ponto de vista tecnológico as ligas CCC do sistema Fe-Al, na forma de intermetálicos ordenados ou simplesmente no estado desordenado, apresentam-se como potenciais candidatos a materiais para aplicações estruturais a alta temperatura, devido à sua boa resistência à corrosão e à oxidação, boa resistência mecânica a altas temperaturas, boa relação resistência mecânica/densidade e custos de produção relativamente baixos /2/. As aplicações tecnológicas, entretanto, ainda são limitadas devido à baixa tenacidade do material à temperatura ambiente /2,3/.

A onda recorde de interesse por intermetálicos iniciou-se com a descoberta por Liu et al. /19/ da ductilização do  $\text{Ni}_3\text{Al}$  por dopagem com Boro. Intermetálicos, entretanto, são usados para aplicações tecnológicas desde a pré-história. A Tabela 1 apresenta algumas das aplicações registradas de intermetálicos ao longo da história.

Ligas do sistema Fe-Al com até 50%at. de alumínio (~33% em peso de Al, vide Figura 1) apresentam-se em três possíveis estruturas à temperatura ambiente: desordenada CCC (A2), ordenada tipo FeAl (B2) e ordenada tipo  $\text{Fe}_3\text{Al}$  ( $D0_3$ ), ligas ternárias podem ainda apresentar a estrutura da fase de Heussler, tipo  $\text{Cu}_2\text{MnAl}$  ( $L2_1$ ). A transição entre as diferentes fases ordenadas com o aumento da temperatura ocorre tanto por meio de transições de fases de primeira quanto de segunda ordem /1/. A Figura 2 apresenta o diagrama de fases do sistema Fe-Al até  $x_{\text{Al}}=0,5$  calculado usando o método variacional de clusters (CVM) /6/ comparado com dados experimentais tomados da literatura.

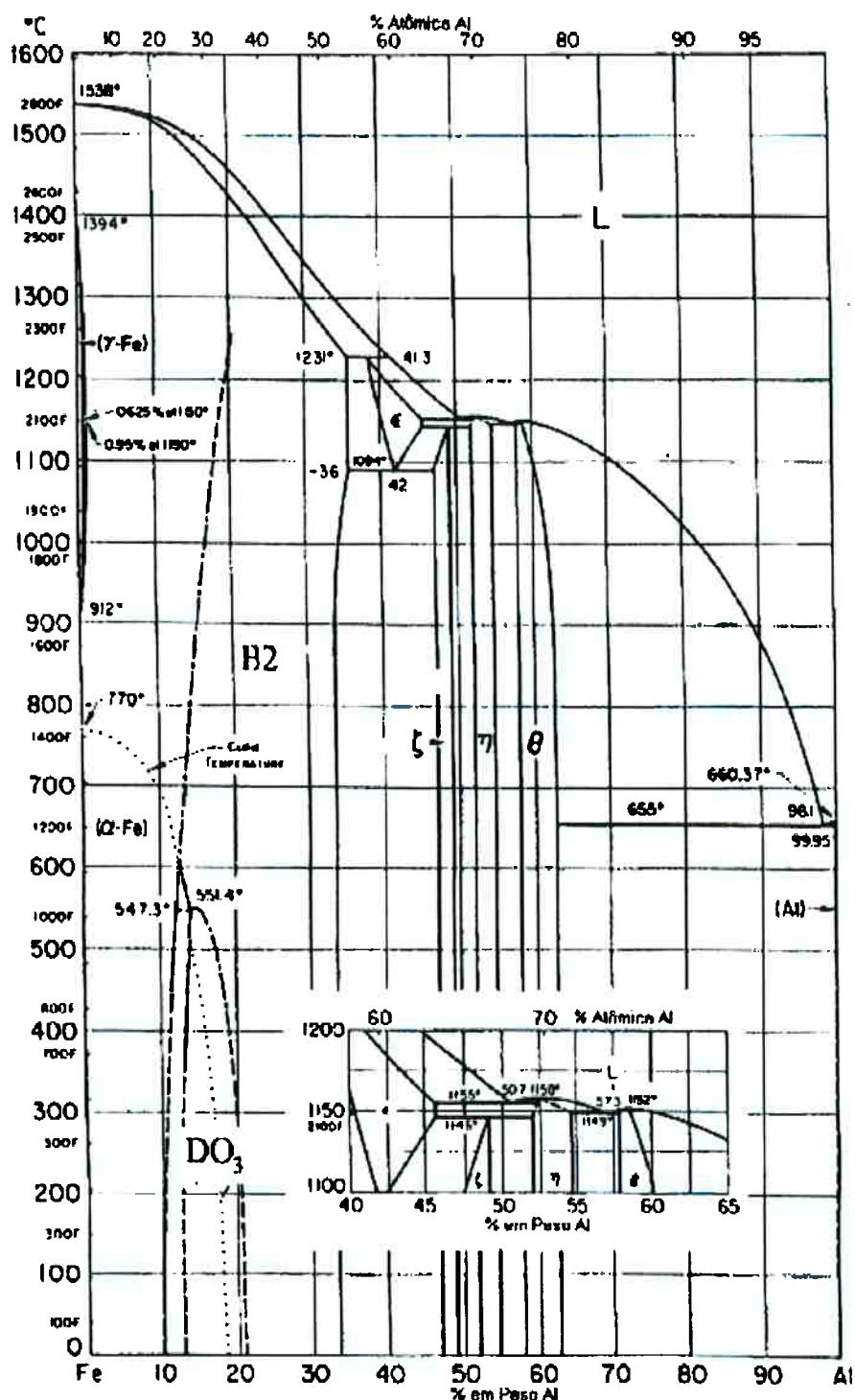
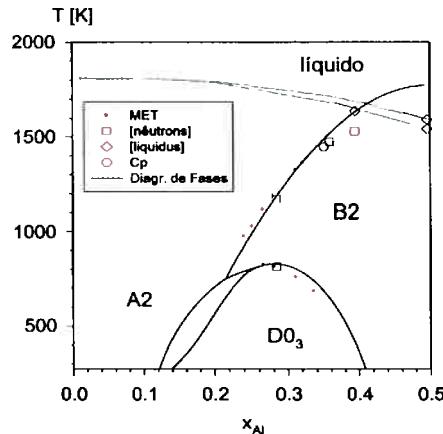


Figura 1 – Diagrama de fases de equilíbrio do sistema Fe-Al /14/



**Figura 2** – Detalhamento do diagrama de fases da Figura 1 na região de transição de fases, calculado por CVM (linhas) /6/ e resultados experimentais (pontos) /8/ referentes às transformações de fases entre super-reticulados baseados no reticulado CCC para o sistema Fe-Al. Linhas azuis indicam transformações de fases de segunda ordem, linhas pretas indicam transformações de fases de primeira ordem.

**Tabela I** – Histórico da utilização de intermetálicos adaptado a partir de /14/

Desde Aprox.	Material ou Processo	Fase	Aplicação
2500 A.C.	Cementação	Cu <sub>3</sub> As	Recobrimento de ferramentas de bronze (Egito, Bretanha)
100 A.C.	Latão amarelo Bronze de alto estanho	CuZn Cu <sub>31</sub> Sn <sub>8</sub>	Moedas, ornamentos (Roma)
600	Amálgama	Ag <sub>2</sub> Hg <sub>3</sub> + Sn <sub>6</sub> Hg	Espelhos (China)
1500	Amálgama	Cu <sub>4</sub> Hg <sub>3</sub>	Restauração odontológica (Alemanha)
1505	Amálgama	Sn <sub>8</sub> Hg	Superfície de espelhos (Veneza)
1540	Tipo de metal	SbSn	impressão
1910	Acutal	(Cu,Mn) <sub>3</sub> Al	Faca (alemanha)
1921	Permalloy	Ni <sub>3</sub> Fe	Liga de alta permeabilidade magnética
1926	Permendur	FeCo(-2V)	Liga magnética mole
1931	Alnico	NiAl-Fe-Co	Imã permanente
1935	Sendust	Fe <sub>3</sub> (Si,Al)	Cabeçotes Magnéticos
1938	Cu -Zn-Al Cu-Al-Ni	CuZn-Al (Cu,Ni) <sub>3</sub> -Al	Liga de efeito memória de forma
1950	Folha de papel alumínio	NiAl, CoAl	Superfície protetora
1956	Kanthal Super, Mosilit	MoSi <sub>2</sub>	Elementos resistivos de fornos
1961	Composto A15	Nb <sub>3</sub> Sn	Supercondutores
1962	Nitinol	NiTi	Liga de efeito memória de forma
1967	Imãs Co-Sm	Co <sub>5</sub> Sm	Imãs permanentes
1985	Alumineto de Níquel	Ni <sub>3</sub> Al(B)	Aplicações estruturais

A excelente resistência à corrosão e à oxidação destes materiais se deve à elevada concentração de alumínio na liga, que promove a formação de uma camada passiva de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  em sua superfície. Devido à alta entalpia de formação deste óxido, esta camada permanece estável mesmo a temperaturas onde o óxido de cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) sofre decomposição /4/. Estas propriedades tornam os aluminetos de ferro particularmente atrativos para aplicações a temperaturas moderadas e altas, onde concorrem com os aços inoxidáveis e aços resistentes ao calor ligados com cromo /4/. A grande diferença seria a vantagem de preço que o intermetálico tem em relação a estes concorrentes. /20/

Alguns estudos relacionam a baixa tenacidade da liga Fe-Al na temperatura ambiente com a interação da liga com o vapor de água existente na atmosfera /5/. Esses estudos mostram que a ductilidade em tração é fortemente ampliada (de 4% para 12%) quando o ensaio é executado em atmosfera livre de umidade (ou seja, vácuo ou oxigênio seco). O mecanismo proposto para a explicação deste fenômeno, denominado de fragilização ambiental, é a redução do vapor de água na ponta da trinca, segundo a reação  $3\text{H}_2\text{O} + 2(\text{Al})_{\text{liga}} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 6(\text{H}^+)_{\text{liga}}$ . O hidrogênio monoatômico assim produzido seria o responsável pela fragilização do material/5/. A análise do modo de fratura em ligas contendo de 25 a 50% atômicos de alumínio também parece sustentar este modelo, já que para baixos teores de alumínio (até 45%at.) a fratura em atmosfera contendo umidade ocorre por clivagem nos planos {100}, enquanto que a fratura em atmosfera livre de umidade é intergranular a um nível mais alto de tensão normal /6/.

Diversos procedimentos têm sido empregados a fim de aumentar a tenacidade à temperatura ambiente dos aluminetos de ferro. Adições de cromo na ordem de 6% atômicos permitem a obtenção de valores de alongamento de até 6% na deformação à frio/7-9/. Outra estratégia corresponde à laminação a morno (isto é, a aproximadamente 600° C), resultando em alongamentos de até 8% à temperatura ambiente/10,11/. O efeito ductilizante, neste caso, é atribuído à formação de uma rede de contornos de baixo ângulo como resultado da laminação, que torna a deformação mais homogênea em todos os grãos do material/11/. Recentemente Huang et al. /12/ propuseram o uso de um tratamento termomecânico complexo, envolvendo ciclos de laminação a diferentes temperaturas e estágios de recristalização intermediários, desenhado para produzir valores elevados de alongamento em tração. Estes autores obtiveram 17,4% de alongamento e limite de resistência de 1082 MPa em uma liga contendo Cr, Zr e B, valores muito superiores aos anteriormente encontrados por outros grupos /11/.

Fenômenos associados à recristalização e recuperação dinâmicas também parecem estar vinculados à chamada superplasticidade de grão grosso, onde amostras com tamanho de grão elevado apresentam superplasticidade associada a uma drástica redução do tamanho de grão/13/. Estas observações demonstram que a compreensão dos processos associados à recristalização em ligas Fe-Al apresenta potencial não apenas acadêmico, mas também tecnológico.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras utilizadas nas experiências são partes de um lingote de liga ternária de ferro contendo 30%at. de alumínio e 6%at. de cromo. A liga foi produzida em forno de levitação no Instituto Max Plank para Pesquisa em Aços (Düsseldorf, Alemanha) e fundida em lingoteira de cobre com diâmetro de 25 mm e 500mm de comprimento. O cálculo de carga foi efetuado com precisão de 0,1%at. para os elementos de liga. O controle da composição final foi feito por comparação do peso das cargas e dos lingotes, que demonstrou não haver perdas significativas durante a preparação das ligas.

A partir do lingote foram primeiramente retiradas três amostras cortadas na direção transversal próximo à cabeça do mesmo, cerca de 10 mm abaixo da base do vazio de contração, para a análise da estrutura bruta de fusão e para as experiências de solubilização.

Uma amostra foi separada para o estudo da estrutura bruta de fusão e as duas restantes para homogeneização a 900°C (1173K) ao ar por tempos variáveis, seguido de témpera em água. Estas foram embutidas na seção transversal, ao contrário das laminadas que foram embutidas na direção longitudinal da chapa. A Tabela II apresenta o esquema de identificação que foi utilizado no presente trabalho bem como os respectivos ciclos de tratamento térmico, de laminação e recristalização estudados.

O lingote restante foi laminado em laminador experimental pertencente ao Laboratório de Processamento Termomecânico do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT). A laminação foi desenvolvida em duas etapas. A primeira foi feita à temperatura de 1000°C, envolvendo a transformação do lingote cilíndrico em uma placa com 10mm de espessura. Após a laminação a placa foi temperada em água. A segunda etapa envolveu a redução da espessura da placa para 5mm na temperatura de 700°C. A tira assim obtida foi temperada em água novamente, logo após o último passe de laminação. Foram retiradas amostras para caracterizar todos os passes.

Análise térmica diferencial (DTA) foi utilizada para determinação das temperaturas de ordenação da liga. A experiência se deu com temperaturas variando de 30°C até 1200°C, e foi realizada no Laboratório de Análises Térmicas com o DTA 409C.

Após essa etapa tiveram inicio as experiências de recristalização. Foram cortadas 5 amostras da placa deformada, com o esquema de tratamentos térmicos constando na Tabela II. Todas amostras foram embutidas na direção longitudinal para posterior análise por difração de elétrons retroespelhados.

**Tabela II-** Esquema de denominação das amostras e ciclos de tratamento térmico planejados no presente trabalho. Deformação:  $\epsilon = \ln A_0 / A_f$ ,  $A_0$  = área inicial,  $A_f$  = área final.

Amostra	Trat. Térmico/Temp. de Tratamento	Condições de Laminação
6Cr1	Bruta de fusão	---
6Cr2	900°C/5h (homogeneizada)	---
6Cr3	900°C/16h (homogeneizada)	---
6Cr-L1	1000°C (laminada)	Lingote → Placa de 10 X 45 mm, 10 passes, $\epsilon = 0,12$
6Cr-L2	700°C (laminada)	Placa 10 X 45 mm → 5 X 30 mm, 5 passes, $\epsilon = 1,1$
6Cr-rec1	800°C/1h (recristalizada)	---
6Cr-rec2	850°C/1h (recristalizada)	---
6Cr-rec3	900°C/1h (recristalizada)	Obs. Outras 2 amostras analisadas, com 5 e 20 minutos de tratamento
6Cr-rec4	950°C/1h (recristalizada)	---
6Cr-rec5	1000°C/1h (recristalizada)	---

As amostras foram preparadas metalográficamente para observação em microscópio óptico com polimento em pasta de diamante até granulometria de  $1\mu\text{m}$ .

As amostras foram atacadas com um reagente metalográfico composto por uma solução de uma parte em volume de ácido clorídrico, duas partes de ácido nítrico e três partes de ácido acético /14/. O tempo de ataque deve ser limitado a poucos segundos, em função de seu caráter agressivo.

A preparação de amostras para análise no microscópio eletrônico de varredura (MEV) requereu cuidados especiais. Pressões de polimento altas causam deformação superficial e consequente perda de qualidade da figura de difração. O procedimento descrito acima foi completado por polimento com sílica coloidal, que confere um excelente acabamento às amostras retirando qualquer risco remanescente e eliminando a camada superficial deformada.

A observação das amostras por microscópio eletrônico de varredura foi realizada em um microscópio Phillips XL-30 equipado com sistema de EBSD da TSL e espectrômetro de dispersão de energia EDAX, pertencente ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de

Materiais da Escola Politécnica da USP e em um microscópio Jeol JSM5800-LV também equipado com acessório para EBSD da TSL.

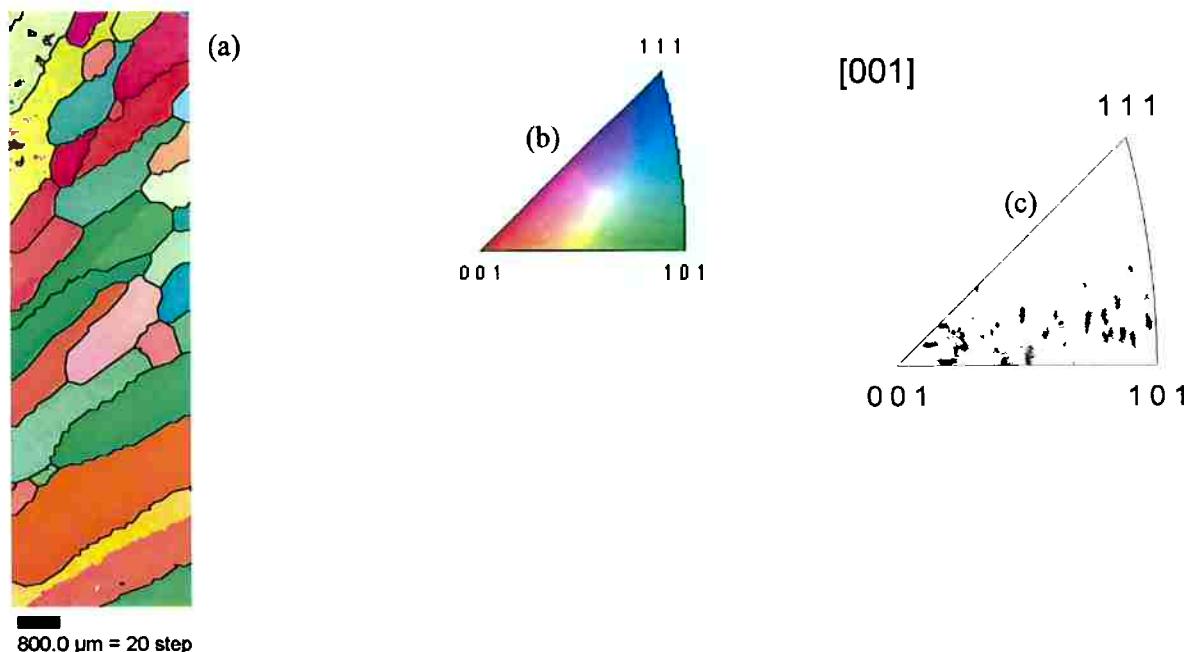
A textura da amostra 6Cr-L2 foi analisada por difração de raios-X em difratômetro Rigaku D/MAX-2000 com acessório para determinação de figuras de pólo.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1. Estado Bruto de Fusão e Solubilizado

A microestrutura e a textura das amostras 6Cr1, 6Cr2 e 6Cr3, de forma geral, indicam que a estrutura bruta de fusão da liga é caracterizada por grãos colunares grosseiros e alongados com uma forte textura radial no plano (111) (isto é, quase todos os grãos apresentam planos (111) perpendiculares à direção radial. A Figura 3 apresenta a micrografia de orientação (orientation image micrography, OIM) e a figura de polo inversa correspondente a esta amostra. De fato observa-se que não há polos próximos ao eixo [111] do triângulo cristalográfico e que todos os grão se distribuem de forma homogênea em uma faixa que vai de [100] a [101]. Tendo-se em conta que esta figura representa a seção transversal do lingote, isto implica que todos os polos (111) estão contidos ou se encontram a baixos ângulos da superfície analisada.

As amostras solubilizadas não apresentaram evolução significativa da microestrutura durante o tratamento térmico /15/, provavelmente devido a seu caráter grosso.



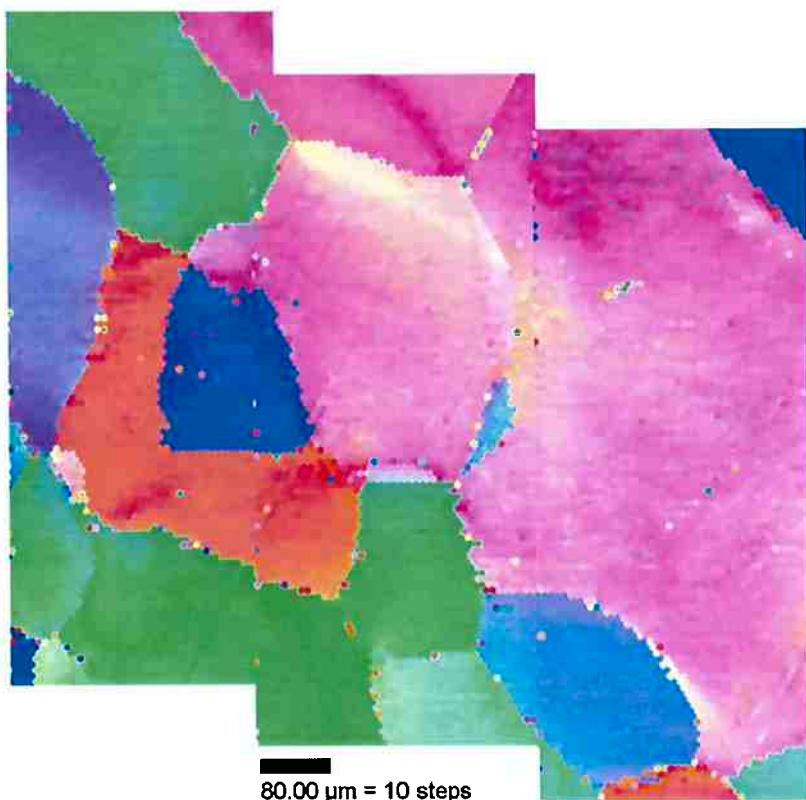
**Figura 3-** Micrografia de orientação (a), código de cores para associação das direções no triângulo cristalográfico (b) e figura de polo inversa (c) obtida para a amostra 6Cr1.

### 3.2. Amostra laminada a 1000°C

O primeiro passe de laminação, a 1000°, foi realizado com a mínima redução aceita pelo laminador, para observarmos como a amostra se comportaria. Logo nesse primeiro passe já apareceram trincas laterais no lingote, indicando que a laminação desse material seria difícil, inclusive os grãos grosseiros de caráter colunar existentes na liga ajudaram a fragilizar ainda mais o material. Porém, como efeito da deformação local e possível recristalização do intermetálico, os outros passes de laminação, ainda que com pouca redução, foram mais fáceis.

A **Figura 4** apresenta a micrografia de orientação correspondente à amostra 6Cr-L1. A imagem apresentada é uma montagem de três varreduras na amostra e apresenta, portanto, uma área mais ampla que a convencional. Outra característica desta imagem é que não foi empregado nenhum filtro de redução de ruídos. Observou-se que a aplicação destes filtros descaracterizava a microestrutura observada, tornando os contornos de grão mais facetados do que são na realidade. De fato, os contornos de grão apresentam curvatura suave e alguns contornos são côncavos, indicando que a microestrutura encontrava-se em evolução durante o processo de laminação à essa temperatura.

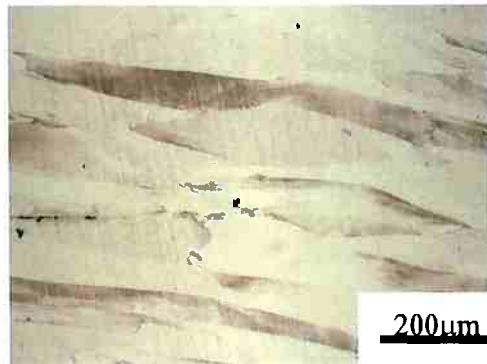
Um aspecto interessante da microestrutura da amostra 6Cr-L1 é que, apesar da microestrutura estar totalmente recristalizada, há "clusters" de grãos com direções de planos normais muito próximos /16/. Todos os contornos visíveis na figura são de alto ângulo contendo desorientações variando por volta de 45°. A origem destes clusters parece ser os grãos colunares da amostra bruta de fusão, embora ainda não seja claro o mecanismo que causa a preservação de memória da orientação original durante a recristalização. Este comportamento se deve, provavelmente, à combinação da microestrutura grosseira do lingote de partida e da baixa deformação imposta ao lingote nesta etapa de laminação.



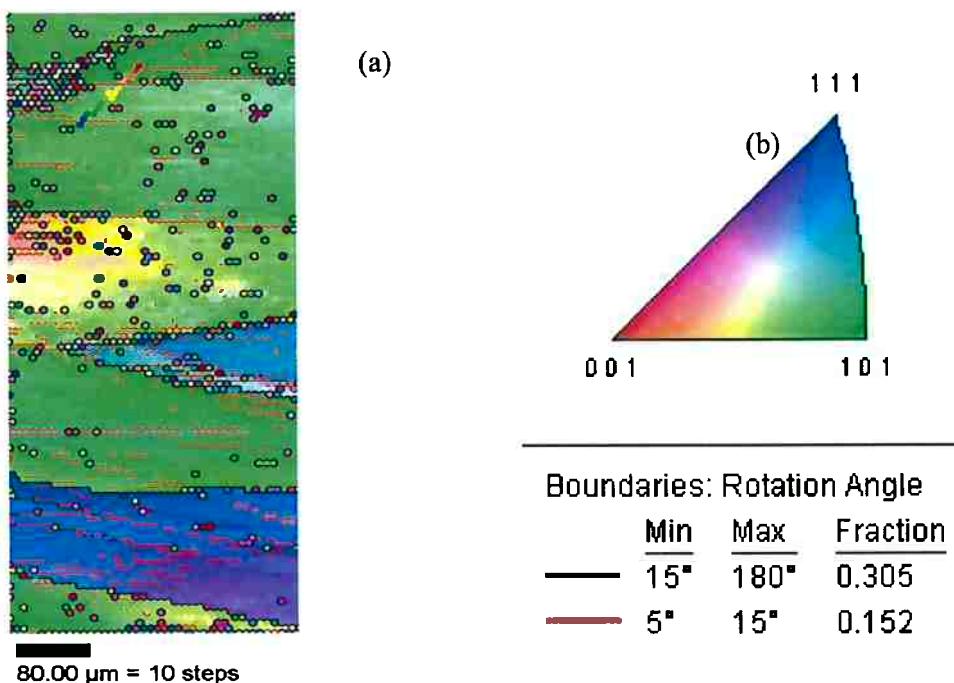
**Figura 4-** Micrografia de orientação da amostra 6Cr-L1. O código de cores apresentado na Figura 3b deve ser usado para interpretação da figura. Observe a diferença de escala com a Figura 3.

### 3.3. Amostra laminada a 700°C

A **Figura 5** apresenta a micrografia óptica da amostra 6Cr-L2. A observação da microestrutura mostra claramente que a mesma encontra-se encruada e que não há evidência de recristalização atuando nesta temperatura. A **Figura 6** apresenta a micrografia de orientação da liga 6Cr-L2. Observa-se a presença de alguns contornos de baixo ângulo (em vermelho na Figura) e a grande variação de orientações dentro de um mesmo grão, característica do estado encruado.

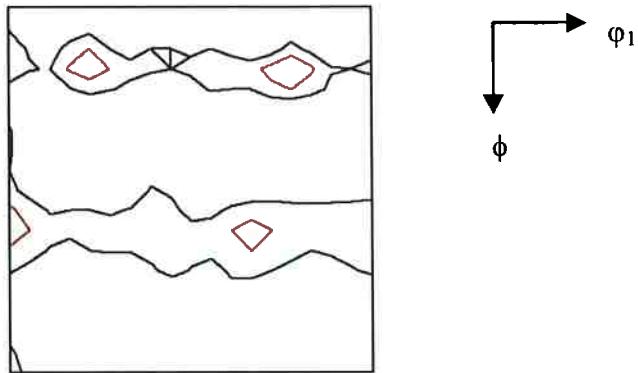


**Figura 5-** Micrografia óptica da liga 6Cr-L2. Nota-se a microestrutura encruada.



**Figura 6-** Micrografia de orientação (a) e código de cores para as orientações de grãos e para o caráter dos contornos de grão. A imagem não foi filtrada para evitar a introdução de artefatos devidos ao algoritmo de correção.

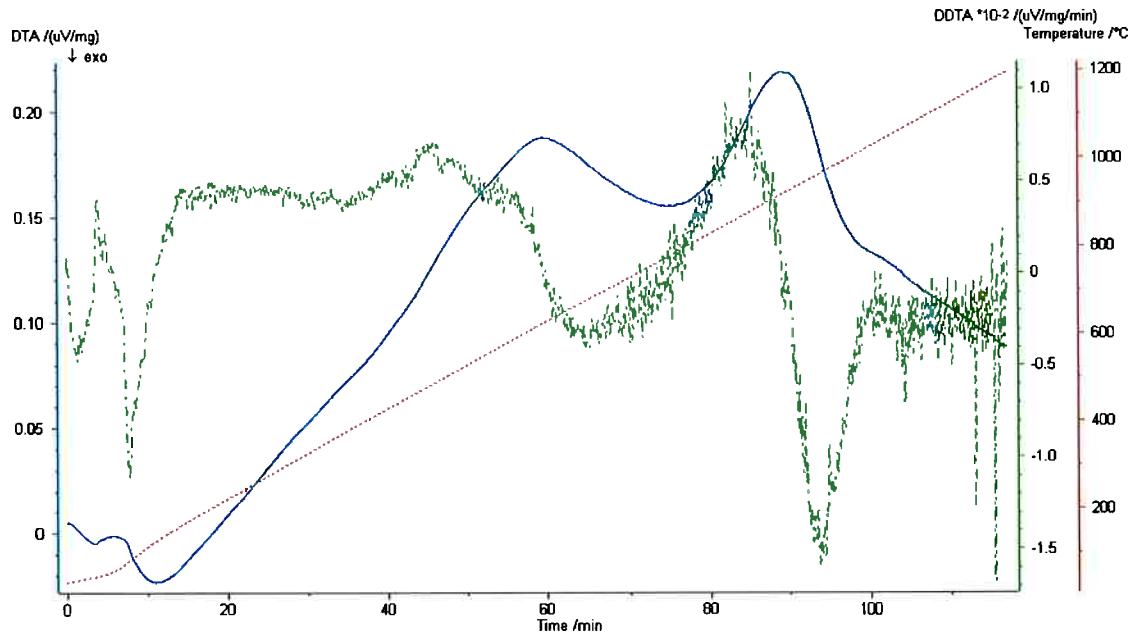
Por fim, a **Figura 7** apresenta a seção a  $\varphi_2 = 45^\circ$  da função de distribuição de orientações (ODF) obtida a partir das figuras de polo de difração de raios-X para a amostra 6Cr-L2. Nota-se que há um leve reforço ao longo dos planos (111), com concentrações ao longo das direções  $<110>$ , e outro ao longo dos planos (115) com concentrações ao longo das direções  $<120>$ .



**Figura 7** - Seção a  $\phi_2 = 45^\circ$  da função de distribuição de orientações (ODF) obtida a partir das figuras de polo de difração de raios-X para a amostra 6Cr-L2.

### 3.4. Análise Térmica

Variando-se a temperatura na amostra de 30°C até 1200°C pudemos construir o gráfico abaixo, de acordo com os resultados.

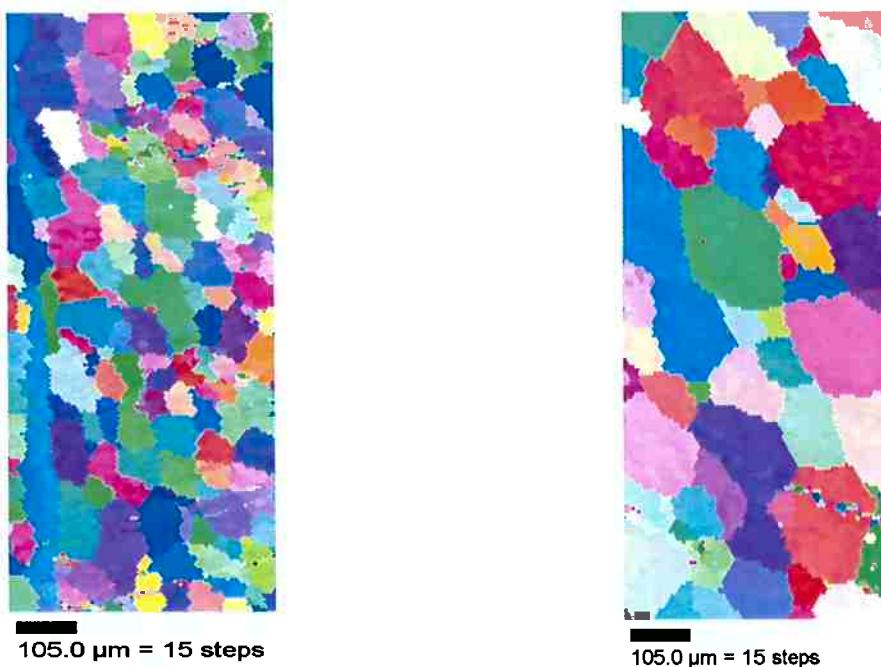


**Figura 8** – DTA da amostra com a curva de aquecimento, curva de DTA e a derivada da DTA pelo tempo.

A grande variação da linha de base do termograma se deve, possivelmente, à liberação de calor durante os processos de recuperação e recristalização da amostra deformada. Pela análise da derivada do termograma pode-se identificar apenas um sinal endotérmico a 1020°C. Este sinal corresponde provavelmente à transição B2/A2 da amostra.

### 3.5. Amostras Recristalizadas

Os tratamentos de recristalização foram feitos nas temperaturas de 800, 850, 900, 950 e 1000°C durante 1 hora. Na temperatura de 900°C foram feitos ainda tratamentos preliminares de 5 e 20 minutos, para observar a evolução da recristalização (**Figura 9**).

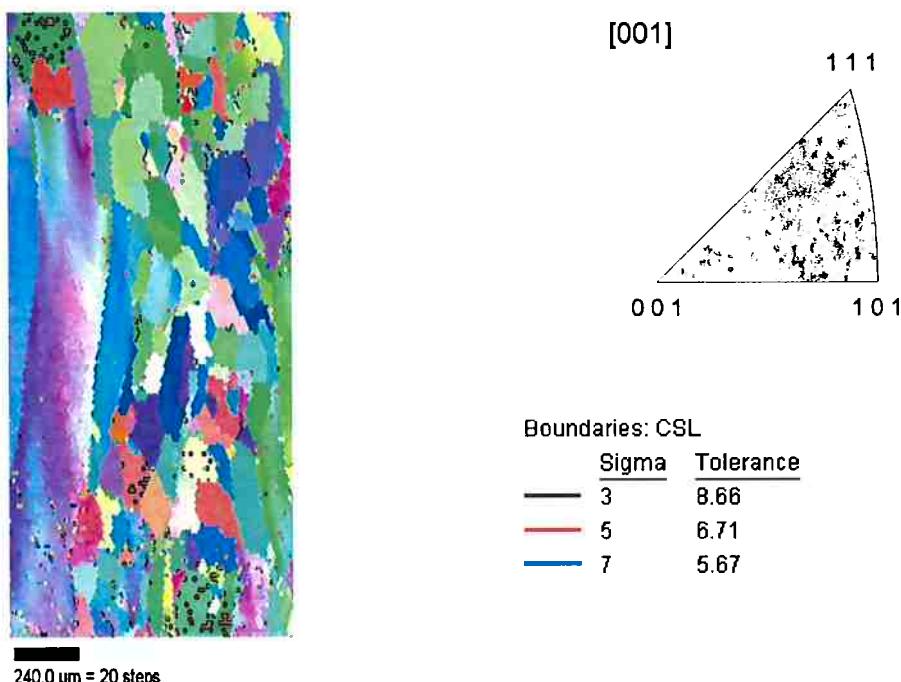


**Figura 9** – Micrografia de orientação das amostras 6Cr-rec 3 recristalizadas em 5 minutos (a) e 20 minutos (b), com código de cores definido nas figuras anteriores.

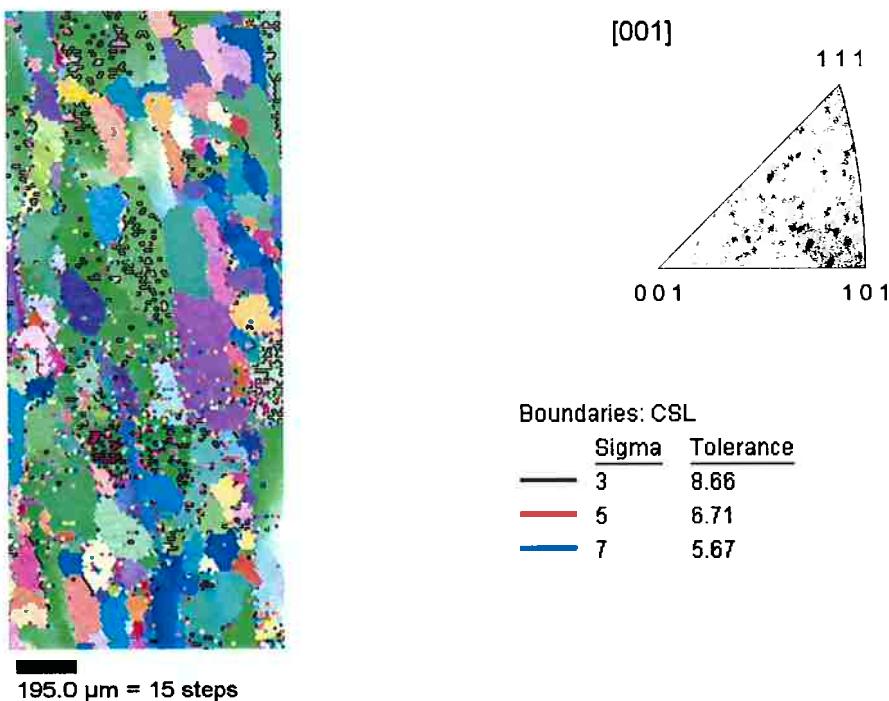
Visivelmente a amostra 6Cr-rec3a (5 minutos de tratamento) ainda apresenta sinais de encruamento enquanto que 6Cr-rec3b (20 minutos de tratamento) já sofreu recristalização e considerável crescimento de grão. As experiências, então, foram realizadas para detalhar

melhor a textura de recristalização utilizando tratamentos isocronais de 1 hora de duração, garantindo assim a recristalização das amostras e a caracterização correta da textura de recristalização.

A partir das análises preliminares, começamos os ensaios propriamente ditos. As primeiras amostras analisadas estavam bem abaixo da temperatura de transição ordem-desordem da liga (de acordo com o DTA previamente realizado), a 800°C e 850°C. As Figuras 10 e 11 apresentam as micrografias de orientação, incluindo os contornos especiais (CSL)  $\Sigma=3$ ,  $\Sigma=5$  e  $\Sigma=7$ , e as figuras de pólo inversas dessas amostras.



**Figura 10** –Micrografia de orientação, figura de pólo inversa e legenda do destaque dos contornos de grão da amostra recristalizada a 800°C, bem abaixo da temperatura de ordenação.



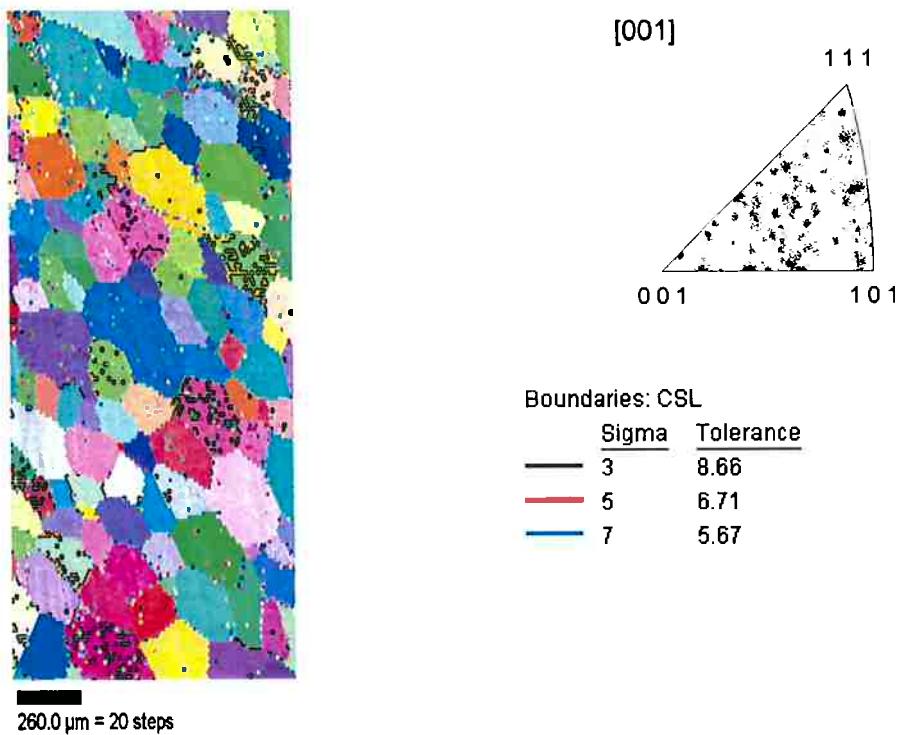
**Figura 11 - Micrografia de orientação, figura de pólo inversa e legenda do destaque dos contornos de grão da amostra recristalizada a 850°C, bem abaixo da temperatura de ordenação.**

Podemos perceber pela análise da figura de pólo inversa [001] destas amostras que existe uma concentração de direções ao longo de  $<101>$  a  $<111>$ .

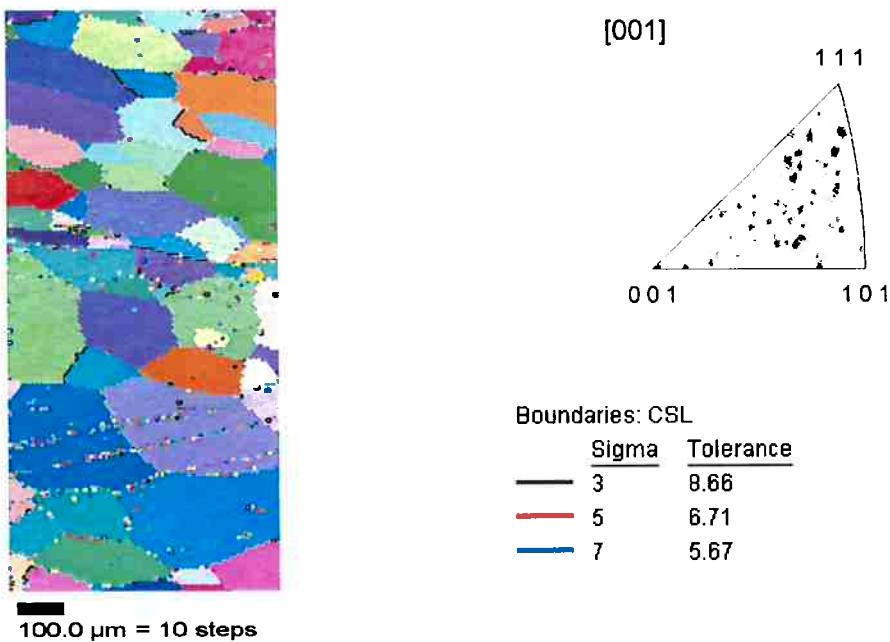
O mecanismo de formação dessa textura admite duas hipóteses básicas. Na primeira, assume-se que de alguma forma a textura de deformação está sendo preservada na recristalização. Na segunda, assume-se que a textura é gerada durante a recristalização e está associada ou à formação de contornos especiais de baixa energia ou a uma anisotropia da mobilidade dos contornos. A formação de contornos especiais é descartada pelos resultados apresentados nas figuras 10 e 11, já que apenas poucos contornos apresentam valores baixos de  $\Sigma$ . Iremos retornar a estes pontos mais adiante.

Logo após foram realizados os ensaios com temperatura próxima e acima da temperatura de transição ordem-desordem, a 900°C, 950°C e 1000°C. Diferentemente dos casos anteriores, não se observa textura preferencial, como podemos ver nas **Figuras 12, 13 e 14**. A **Figura 13** (950°C) não pode ser levada em conta, pois a varredura foi feita em um

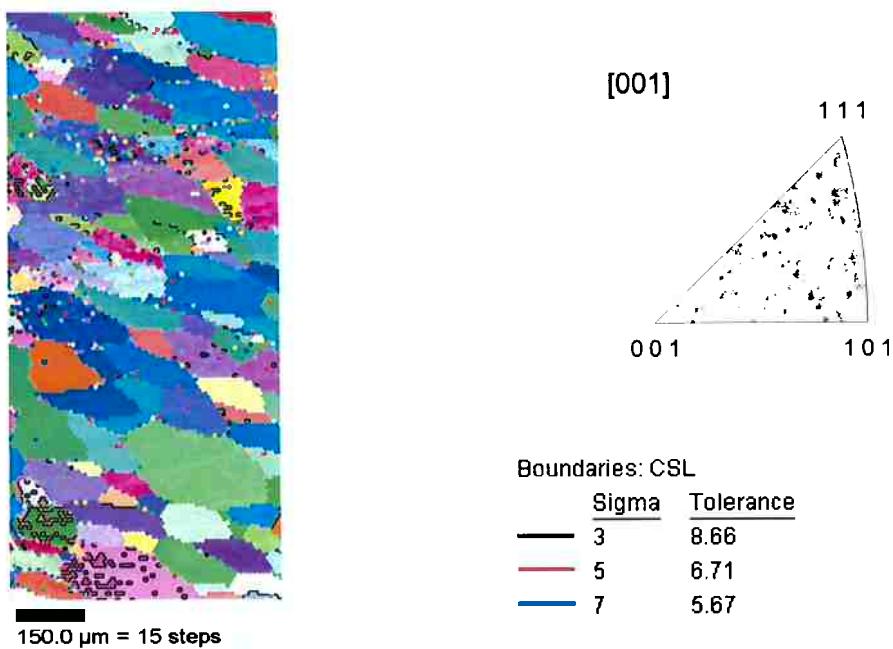
pequeno número de grãos, mascarando o resultado e atrapalhando a estatística do software de análise. Isso fica evidente quando observamos o caráter discreto da figura de pólo inversa, com pequenas concentrações de pontos, cada uma representando um grão. Nas outras duas amostras (**Figura 12 e 14**) a distribuição de pontos na figura de pólo inversa é bem dispersa, sugerindo a inexistência de textura.



**Figura 12** - Micrografia de orientação, figura de pólo inversa e legenda do destaque dos contornos de grão da amostra recristalizada a 900°C, próxima da temperatura de ordenação.

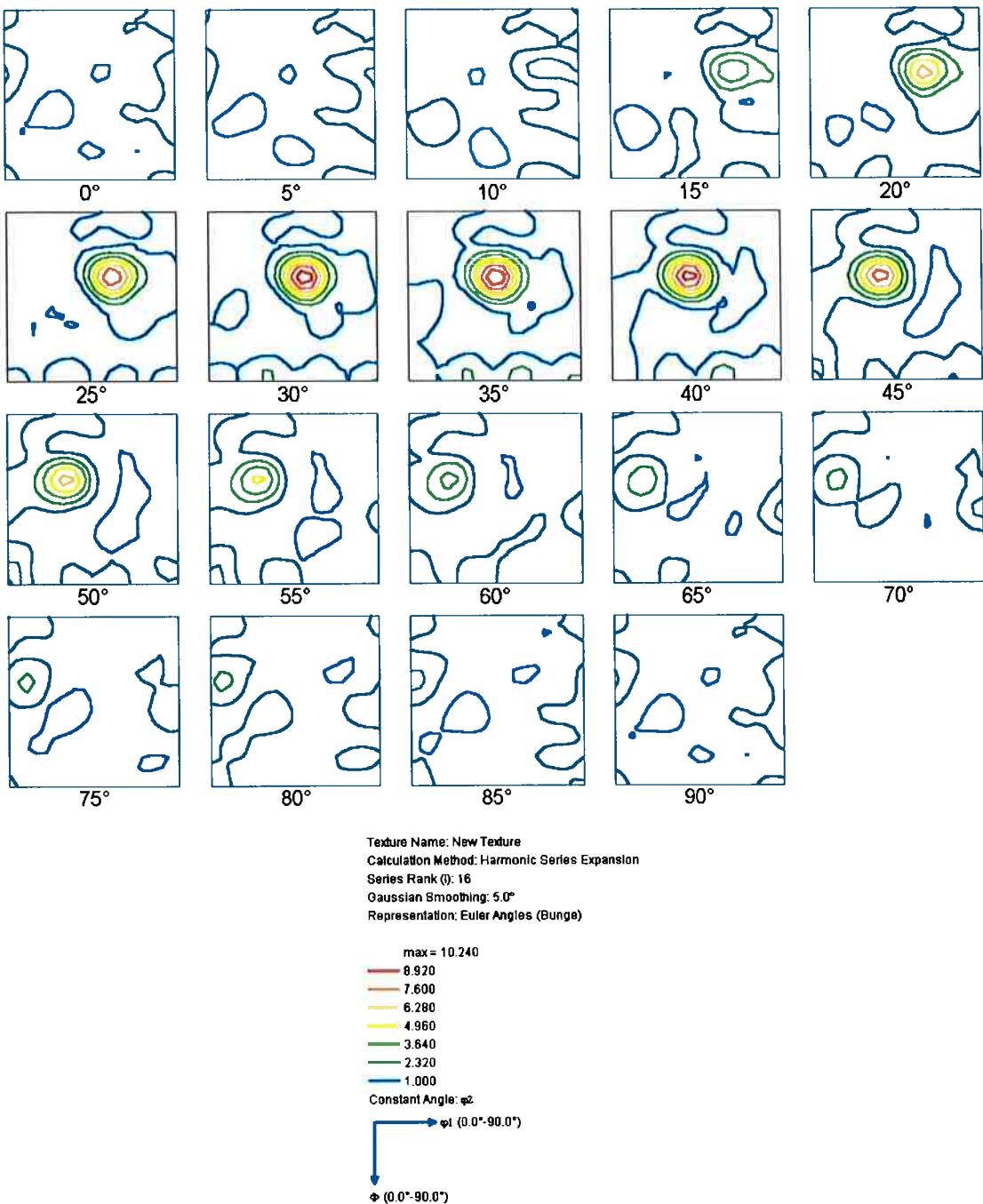


**Figura 13** - Micrografia de orientação, figura de pólo inversa e legenda do destaque dos contornos de grão da amostra recristalizada a 950°C, próxima da temperatura de ordenação.



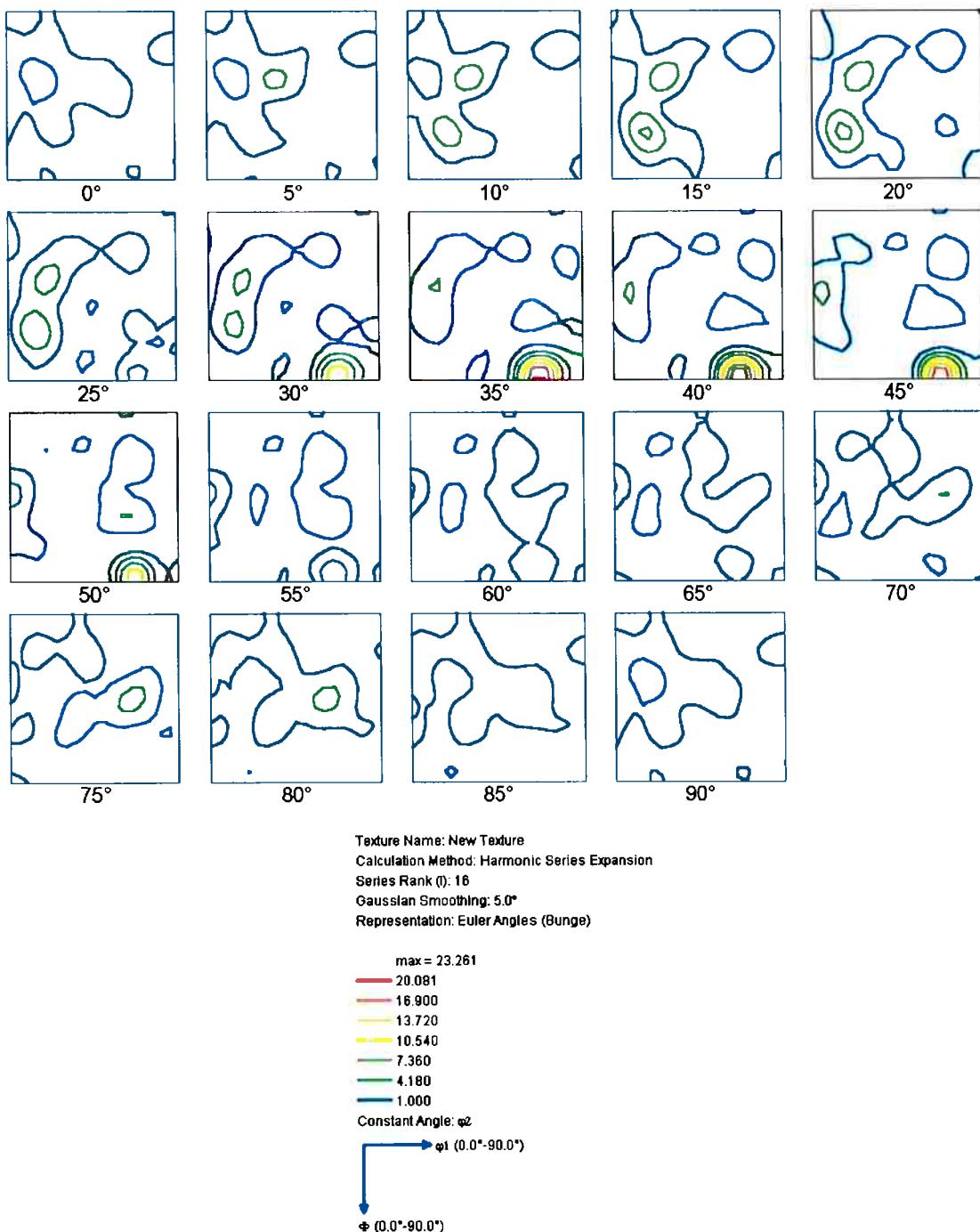
**Figura 14** - Micrografia de orientação, figura de pólo inversa e legenda do destaque dos contornos de grão da amostra recristalizada a 1000°C, acima da temperatura de ordenação.

Um aspecto interessante das amostras é que a geometria dos grãos deformados se manteve após a recristalização. Podemos ver claramente os grãos alongados, porém não mais deformados.



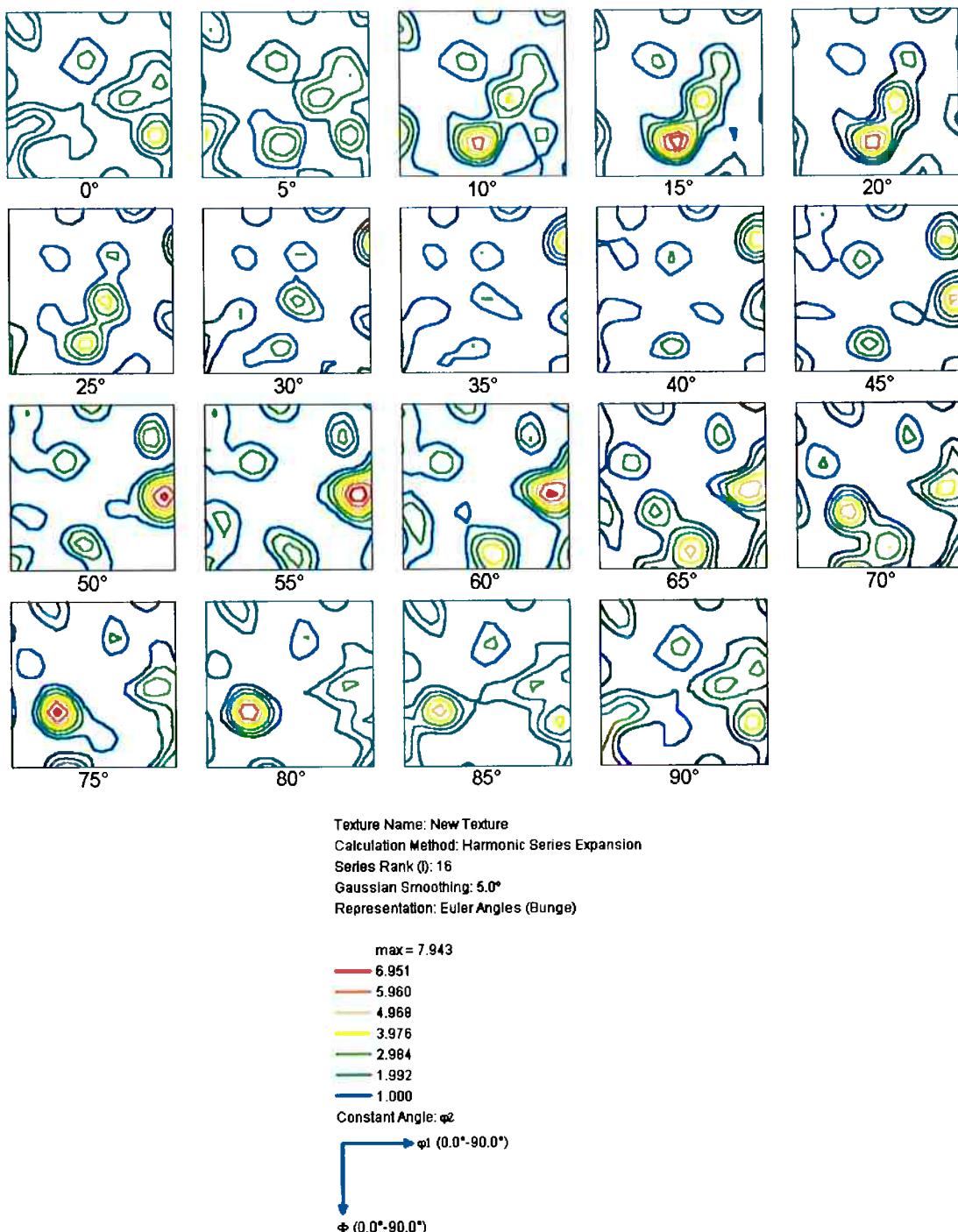
**Figura 15 – ODF da amostra recristalizada a 800°C**

A ODF da amostra recristalizada a 800°C nos mostra uma textura primária se extendendo ao longo do plano (560) na direção  $<6-512>$  com intensidade de 9,3 vezes o aleatório até o plano (450) na direção  $<5-410>$  com intensidade de 9,5 vezes o aleatório. O máximo do plano (110) encontra-se próximo da direção  $<2-25>$  com 7,1 vezes o aleatório.



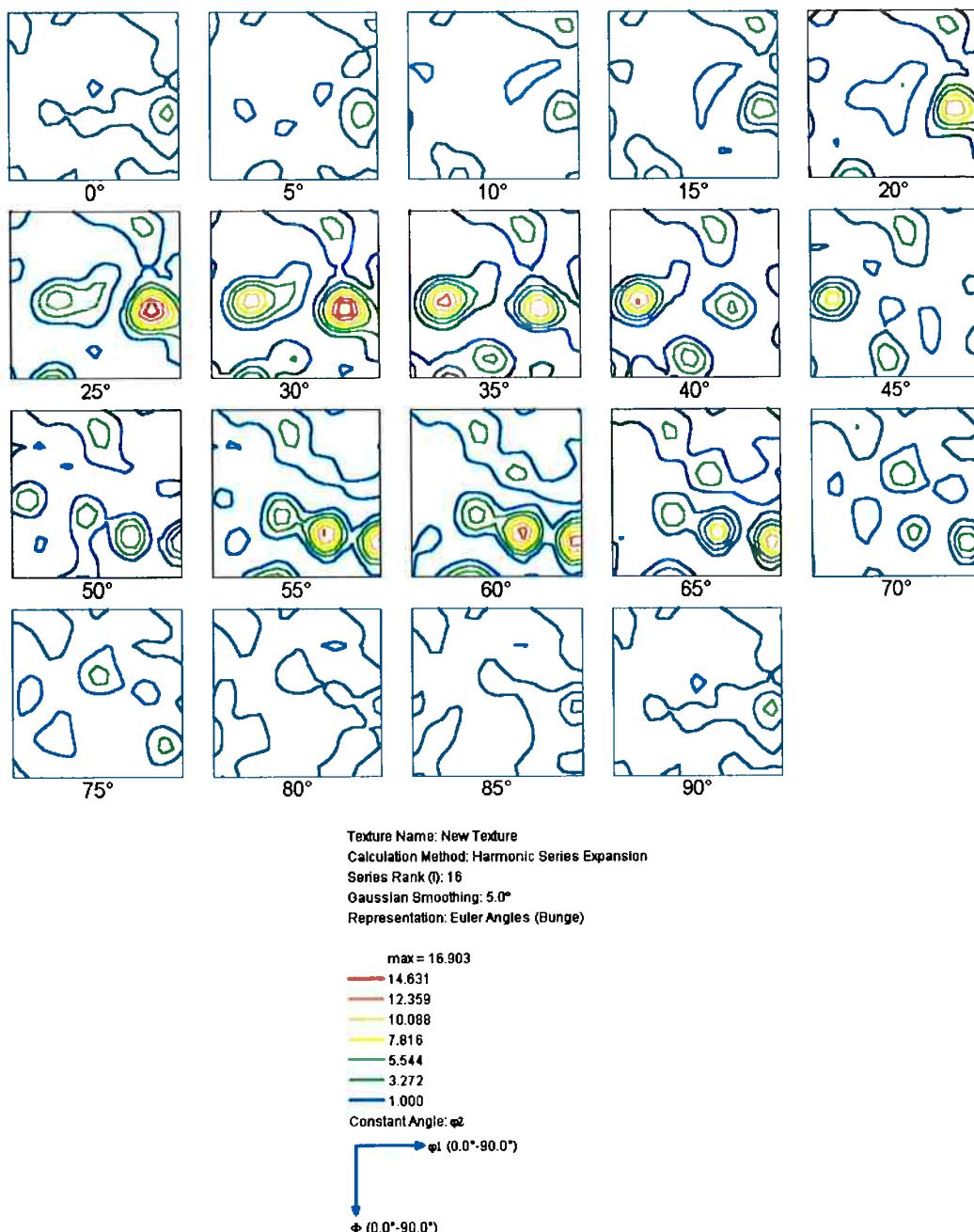
**Figura 16 – ODF da amostra recristalizada a 850°C**

A ODF da amostra recristalizada a 850°C nos mostra uma textura primária se extendendo ao longo do plano (110) na direção <1-13> com intensidade de 18,9 vezes o aleatório até (560) na direção <6-519> com intensidade de 22,6 vezes o aleatório.



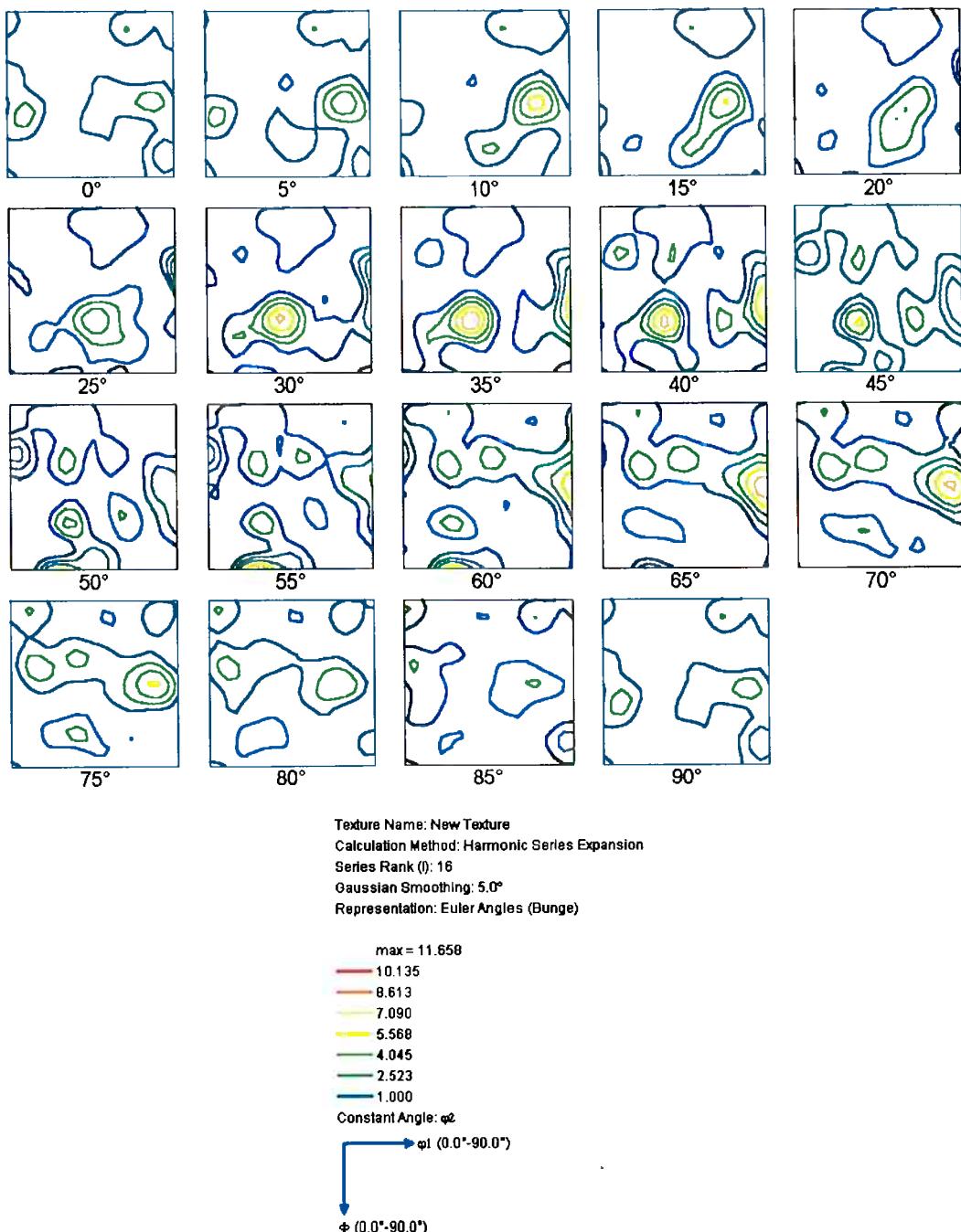
**Figura 17 – ODF da amostra recristalizada a 900°C**

A ODF da amostra recristalizada a 900°C nos mostra uma intensidade de 7,4 vezes ao longo do plano (283) na direção <8–58>, mostrando a textura, se presente, é consideravelmente mais fraca que no caso das amostras anteriores.



**Figura 18 – ODF da amostra recristalizada a 950°C**

Os resultados dessa amostra (950°C) não podem ser considerados, já que a varredura foi feita em um pequeno número de grãos, mascarando o resultado e atrapalhando a estatística do software de análise. Isto pode introduzir artefatos na ODF, gerando máximos espúrios. O resultado mostra, entretanto, que a textura, caso existente, é qualitativamente diferente das obtidas nos tratamentos a 800°C e 850°C.



**Figura 19 – ODF da amostra recristalizada a 1000°C**

A ODF da amostra recristalizada a 1000°C nos mostra uma intensidade primária de 8 vezes o aleatório ao longo do plano (232) na direção <4–65>, sugerindo a inexistência de textura na amostra.

A análise comparativa das ODFs das amostras tratadas a 900°C, 950°C e 1000°C não permitem identificar nenhuma regularidade, reforçando a hipótese da inexistência de textura nestas amostras. Os picos observados seriam, assim, resultado da flutuação estatística, em função do número relativamente baixo de grãos analisados em cada secção. A eliminação da textura de deformação e a mudança da geometria dos grãos de alongados para eqüiaxiais é postulada por Morris e Morris-Muñoz et al. /6/ como causa para a redução da tenacidade dos aluminetos de ferro recristalizados em comparação com o material processado por laminação a morno.

#### **4. CONCLUSÕES**

A análise da microestrutura e da mesotextura das amostras investigadas neste trabalho permitem concluir que a estrutura bruta de fusão da liga Fe-30Al-6Cr solidifica-se com uma estrutura colunar caracterizada por grãos grosseiros e apresenta uma forte textura radial na fibra {111}(uvw), provavelmente correspondendo à direção de crescimento dos braços primários das dendritas da fase CCC desordenada (A2).

A mesotextura da amostra laminada a 1000°C apresenta "clusters" de grãos com direção normal muito próxima, apesar de haver ocorrido recristalização durante ou após a laminação. Provavelmente esta correlação entre as orientações de diversos grãos é herdada da estrutura bruta de fusão, o mecanismo responsável por esta "memória" microestrutural ainda não está claro e deve ser investigado posteriormente. A análise da amostra da liga laminada a 700°C mostra que esta se encontra encruada. A textura da amostra encruada apresenta um reforço de intensidades nos planos {111} e {115} com algumas direções preferenciais (respectivamente <110> e <120>).

O ensaio de DTA na liga permite concluir que a temperatura de transição da fase ordenada B2 para desordenada (A2) é provavelmente 1020°C.

Nas amostras recristalizadas, ficou evidente que 5 minutos em 900° C não são suficientes para começar a recristalização, e que 20 minutos já são suficientes. As amostras recristalizadas abaixo da temperatura de transição ordem-desordem apresentaram textura preferencial na faixa de direções que vai de <101> a <111>. As amostras recristalizadas nas temperaturas próximas e acima da temperatura de desordenação não apresentaram textura,

como esperado. Um aspecto inusitado nas amostras analisadas foi que a geometria dos grãos deformados se manteve mesmo após a recristalização.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. C. G. SCHÖN; G. INDEN **Journal de Chimie Physique**, vol. 94, pp. 1143-51, 1997.
2. C. T. LIU; J. STRINGER; J.N. MUNDY; L.L. HORTON; P. ANGELINI **Intermetallics**, vol. 5, pp. 579-96, 1997.
3. M.V. NATHAL; C.T. LIU **Intermetallics**, vol. 3, pp. 77-81, 1995.
4. S. C. DEEVI; V. K. SIKKA; C. T. LIU **Progr. Mat. Sci.**, vol. 42, pp. 177-92, 1997.
5. C.T. LIU; C.G. MCKAMEY; E.H. LEE **Scripta Met. Mater.**, vol. 24, pp. 385-90, 1990.
6. D.G. MORRIS; M.A. MORRIS-MUÑOZ **Intermetallics**, vol. 7, pp. 1121-9, 1999.
7. A.A. COUTO **Influência do teor de cromo e dos tratamentos térmicos na microestrutura e comportamento mecânico de ligas intermetálicas ordenadas à base de Fe<sub>3</sub>Al** 1998. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP). Tese de doutoramento.
8. P.I. FERREIRA; A.A. COUTO; J.C.C. DEPAOLA **Mat. Sci. Eng.**, vol. A193, pp. 165-9, 1995.
9. F. KRÁL **Microstructure and mechanical properties of Fe<sub>3</sub>Al with chromium** 1996. ETH-Zürich, Zurique - Suiça. Tese de doutoramento.
10. C.G. MCKAMEY; D.H. PIERCE **Scripta Met. Mater.**, vol. 28, pp. 1173-6, 1993.
11. D.G. MORRIS; M. LEBOEUAF **Acta Met. Mater.**, vol. 42, pp. 1817-23, 1994.
12. Y.D. HUANG; W.I. YANG; Z.Q. SUN **Mat. Sci. Eng.**, vol. A263, pp. 75-84, 1999.
13. D. LIN; D. LI; Y. LIU **Intermetallics**, vol. 6, pp. 243-56, 1998.
14. J.C.C. DEPAOLA **Efeito de tratamentos térmicos e da adição de cromo nas propriedades mecânicas de ligas Fe-24%at. Al** 1998. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP). Dissertação de mestrado.
15. B.G. SCURACCHIO; C.G. SCHÖN In: **Anais do I Workshop sobre Textura e Relações de Orientação** eds. A.P. TSCHIPTSCHIN; A.F. PADILHA; C.G. SCHÖN; H. GOLDENSTEIN; N.B. LIMA; F.J.G. LANDGRAF; I.G.S. FALLEIROS. pp. C7-C15 (cdrom), 2001. Editora da EPUSP. São Paulo - SP.

16. F.J.G. LANDGRAF; R. TAKANOHASHI; M.F. DE CAMPOS In: **Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**, eds. A.P. TSCHIPTSCHIN; A.F. PADILHA; C.G. SCHÖN, F.J.G. LANDGRAF, H. GOLDENSTEIN; I.G.S. FALLEIROS; N.B. LIMA. São Paulo - SP: Editora da EPUSP, 2001. pp. 161-188.
17. C.G. SCHÖN; G. INDEN Concentration dependence of the excess specific heat capacity and of the thermodynamic factor for diffusion in FCC and BCC ordering systems **Acta Mater.**, vol. 46, pp. 4219-31, 1998.
18. G. INDEN; W. PEPPERHOFF Experimental study of the order-disorder transition in BCC Fe-Al alloys **Z. Metallk.**, vol. 81, pp. 770-3, 1990.
19. C.T. LIU; C.L. WHITE; J.A. HORTON **Acta Metall** 33, pp.213; 1985.
20. C.G. SCHÖN In: **Anais do I Workshop sobre Textura e Relações de Orientação** eds. A.P. TSCHIPTSCHIN; A.F. PADILHA; C.G. SCHÖN; H. GOLDENSTEIN; N.B. LIMA; F.J.G. LANDGRAF; I.G.S. FALLEIROS. pp.235, 2001. Editora da EPUSP. São Paulo - SP.