

CARACTERIZAÇÃO ELIPSOMÉTRICA DA LIGA AM60*

Jamille da Silva Carvalho Tona¹
Giselle Viana de Carvalho²
Mônica Aline Magalhães Gurgel³
Elivelton Alves Ferreira⁴
Michele Lemos de Souza⁴
Ladário da Silva⁵

Resumo

Busca-se, neste estudo por meio da técnica de elipsometria, a caracterização de propriedades ópticas da liga de magnésio industrialmente conhecida como AM60 (Mg-Al6-Mn). Esta liga tem ganhado destaque nas indústrias automobilística e de aviação devido as suas propriedades mecânicas e principalmente, relativa baixa densidade, característica essa interessante para aplicação em transporte. Foram realizados a preparação metalográfica e o ensaio de rugosidade superficial previamente às medidas dos parâmetros elipsométricos, e após a modelagem computacional satisfatória, obteve-se as propriedades ópticas da liga.

Palavras-chave: Liga AM60; Elipsometria; Propriedades Ópticas.

ELLIPSOMETRIC CHARACTERIZATION OF AM60 ALLOY

Abstract

In this study, the optical properties of the magnesium alloy AM60 (Mg-Al6-Mn) were investigated, using the ellipsometric technique. This alloy has gained attention in automotive and aviation industries because of its mechanical properties and relative low density, the most important characteristic for application in transport industry. Metallographic preparation and surface roughness test were performed before the ellipsometric parameters measurements, and after the proper computational modeling, the values for the optical properties of the alloy were satisfactorily obtained.

Keywords: AM60 Alloy; Ellipsometry; Optical properties.

¹ Engenheira de Produção, Mestranda em Engenharia Metalúrgica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica (PPGEM), Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR), Universidade Federal Fluminense (UFF), Volta Redonda, RJ - Brasil.

² Pós-graduada em Engenharia da Qualidade, Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ), Resende, RJ- Brasil.

³ Engenheira Metalúrgica, Mestre em Ciências de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica (PPGEM), Doutoranda em Ciências dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia (IME)

⁴ Doutor(a) em Química, Professor, Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas (ICEx), UFF, Volta Redonda, RJ – Brasil.

⁵ Físico, Doutor em Física, Professor, ICEx, UFF, Volta Redonda, RJ – Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Na constante busca por redução de peso, que entre outras vantagens, gera ganho considerável em desempenho, as indústrias automobilísticas e aeroespaciais têm optado e utilizado fortemente as ligas de Magnésio. Essas ligas apresentam boas propriedades como alta condutividade térmica e elétrica, baixa densidade, e alta resistência mecânica, que se sobressaem em comparação à materiais como plástico, ligas de Alumínio e aço [1]. Particularmente, a baixa densidade nas ligas de Mg é sua principal vantagem dentre os metais estruturais de engenharia. Além disso, essas ligas apresentam boa soldabilidade, grande eficácia em amortecimento, boa moldabilidade e são recicláveis [2]. Em contrapartida, a baixa resistência à corrosão se mostra como uma limitação ao uso de ligas de Mg [3]. As ligas de Mg-Al integram o tipo mais comum de ligas de Mg utilizadas, onde estudos revelam que o Al contribui consideravelmente à melhora da resistência à corrosão [2,3], assim como a adição de Mn também contribui para neutralização dos efeitos de oxidação, além de ganho em valores de resistência ao escoamento, à fadiga, e fluência [4].

As ligas de magnésio podem ser classificadas em duas categorias: trabalhadas (extrudados, laminados e trefilados) e fundidas. De acordo com a norma ASTM, a nomenclatura referencia-se segundo a composição química, e tratamentos termodinâmicos aplicados. O material estudado nesta pesquisa é classificado como uma liga AM60 (MgAl6Mn, ou Mg- 6%Al – 0,3%Mn) fundidas em moldes sob pressão [4].

Devido ao crescimento na procura do AM60 para uso industrial, tem-se a constante necessidade de analisar suas propriedades e características, em especial as características dos óxidos presentes em seu substrato. As características desses óxidos podem influenciar várias propriedades, como a resistência à corrosão [5]. Este estudo abordará a caracterização das propriedades ópticas da AM60, por meio de elipsometria. Inicialmente será obtido as propriedades ópticas da camada de óxidos crescida naturalmente e para ser medido sua espessura.

A elipsometria consiste em um método de análise de propriedades ópticas de um material. Trata-se de ensaio não destrutivo, que avalia as mudanças no estado de polarização da luz incidente, mudança essa gerada pela reflexão (ou transmissão) na superfície plana da amostra analisada [6-9]. A equação fundamental da elipsometria, gerada pela mudança na fase e na amplitude da luz incidente provocada pela interação com a amostra pode ser expressada conforme equação 1, onde o parâmetro $\tan \Psi$ é a amplitude da razão entre os coeficientes de Fresnel R_p e R_s , e Δ representa a diferença entre as componentes fases p e s da onda eletromagnética [9].

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} = \tan \Psi e^{i\Delta} , (1)$$

Duas restrições quanto ao uso da elipsometria são observadas: a rugosidade da superfície da amostra que não pode ser grande quando comparada ao comprimento de onda incidente e a captura dos parâmetros elipsométricos deve ser realizada por incidência oblíqua [8]. É preciso na elipsometria, realizar a modelagem dos dados, a fim de avaliar as constantes ópticas, visto que não se trata de uma técnica direta [6-9]. A análise das medidas dos parâmetros elipsométricos é feita usualmente via construção de modelos matemáticos ópticos e adaptação do modelo computacional utilizado ao espectro medido, usando a comparação entre os valores medidos e os modelados como parâmetro de controle [9,10]. Um resultado típico dessa técnica é a

obtenção dos índices de refração (n), coeficiente de extinção (k) e espessuras das camadas de óxidos [8,9].

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A amostra utilizada no estudo em questão é uma liga AM60, recebida conforme figura 1, e apresenta composição química conforme Tabela 1, ambos abaixo.



Figura 1. Amostra do material AM60 no estado de recebimento. São visíveis as marcas-guia para corte de precisão.

Tabela 1. Composição química da amostra AM60 em percentual

Elemento	Concentração
Mg	93,4
Al	6,04
Mn	0,26
Si	0,018
Fe	0,004
Cu	0,004
Ni	<0,0015

A fim de garantir a máxima planicidade da amostra, requisito importante para realização do ensaio de elipsometria, e cuidados com a superfície, que podem afetar diretamente os resultados, tais como rugosidade superficial, foi realizado a preparação metalográfica da mesma no laboratório de metalografia da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (UFF-EEIMVR), de acordo com a metodologia adotada descrita abaixo (Tabela 2).

Tabela 2. Detalhes da metodologia de preparação metalográfica da amostra AM60

Etapa	Equipamento	Material	Descrição
Corte	Cortadeira de precisão	Disco de diamante	Corte da amostra, resultando em 3 pedaços.
Lixamento	Lixadeira dupla	Lixas 600, 1200, 2000 mesh	Etapas de lixamento das amostras. Realizado lavagem com água ultrapura e álcool etílico, e secagem com ar quente.
Polimento	Politriz	Pano e pasta de diamante de 1 microm.	Polimento após sequência de lixamento, com panos e pastas, realizando a lavagem com água

ultrapura e álcool isopropílico entre cada etapa.

Foi realizado inicialmente o ensaio de rugosidade superficial da amostra identificada como 1, considerada com melhor planicidade, por meio do Microscópio Confocal Interferométrico, marca Leica, modelo DCM3D, acoplado a uma mesa anti-vibratória, software LeicaSCAN com ampliação da lente utilizada em 10x. Foram realizadas medidas usando-se a norma DIN 4762, a fim de verificar a uniformidade da superfície, considerando a importância deste ensaio prévio ao ensaio de elipsometria.

Neste estudo, foi utilizado o Elipsômetro Espectrométrico, marca SEMILAB, modelo GES 5S, que possui polarizador rotativo com microspot, e a capacidade de realizar além de elipsometria, medidas fotométricas de transmitância e reflectância, a fim de obter propriedades ópticas, elétricas e espessuras camadas de filmes finos. Este equipamento se encontra localizado no Laboratório Multiusuários de Caracterização de Materiais (LMCM) no Instituto de Ciências Exatas da UFF em Volta Redonda, RJ.

Após as etapas de preparação metalográfica e medida da rugosidade superficial, foram realizadas as medidas de parâmetros elipsométricos (Ψ e Δ) da amostra utilizando o ângulo de incidência de 75° . Após as medidas, procedeu-se com a construção do modelo e uso da base de dados ("nk-files") [10] para o substrato e para os óxidos presentes nas liga e leis de dispersão apropriadas [9-10].

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Avaliação topográfica e ensaio de rugosidade superficial

A avaliação topográfica foi realizada a fim de garantir a uniformidade das superfícies das amostras. Como exemplo, segue abaixo a superfície da amostra 1 nas figuras 2 e 3.

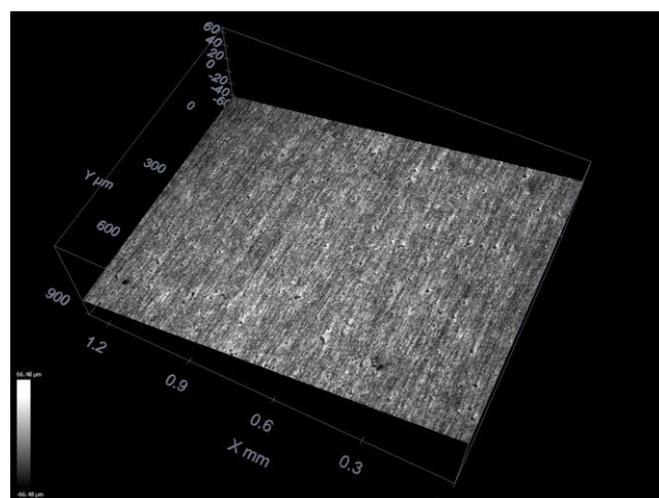


Figura 2. Imagem da topografia em 3D da amostra identificada como 1.

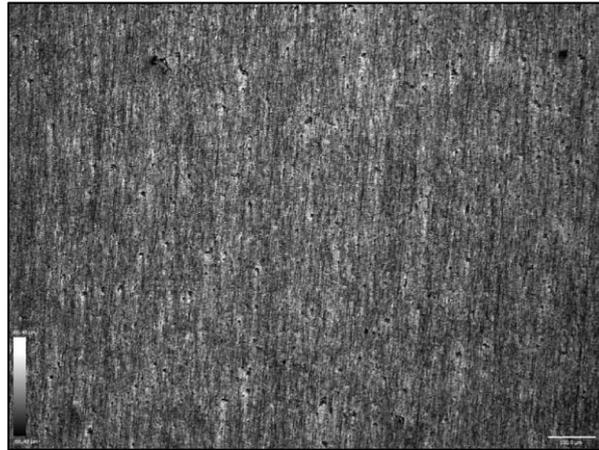


Figura 3. Imagem em 2D da superfície da amostra analisada identificada como 1.

A planicidade da amostra é crítica para análise de elipsometria e após garantida essa característica por microscopia confocal, foi realizado então a análise de elipsometria para a obtenção das propriedades ópticas.

3.2 Ensaio de elipsometria

No ensaio de elipsometria, após as medidas, foi realizada a modelagem usando o software SEA [10]. Este software contém a base de dados do elipsômetro para os metais do substrato, Mg, Al e Mn, e permite o uso das leis de dispersão apropriadas para os diferentes e principais óxidos da camada acima do substrato (MgO, Al₂O₃ e MnO). Com esse modelo foi possível obter resultados para as curvas modeladas de $\tan \Psi$ e $\cos \Delta$ em função do comprimento de onda. A comparação dessas curvas com as obtidas durante a medida é exibida nas Figuras 4 e 5 para a amostra 1. Pode-se verificar que há ótima concordância entre os valores medidos e os modelados, fato corroborado pelos valores dos coeficientes R^2 obtidos, mínimo igual a 0,98 para a faixa de comprimentos de onda utilizada.

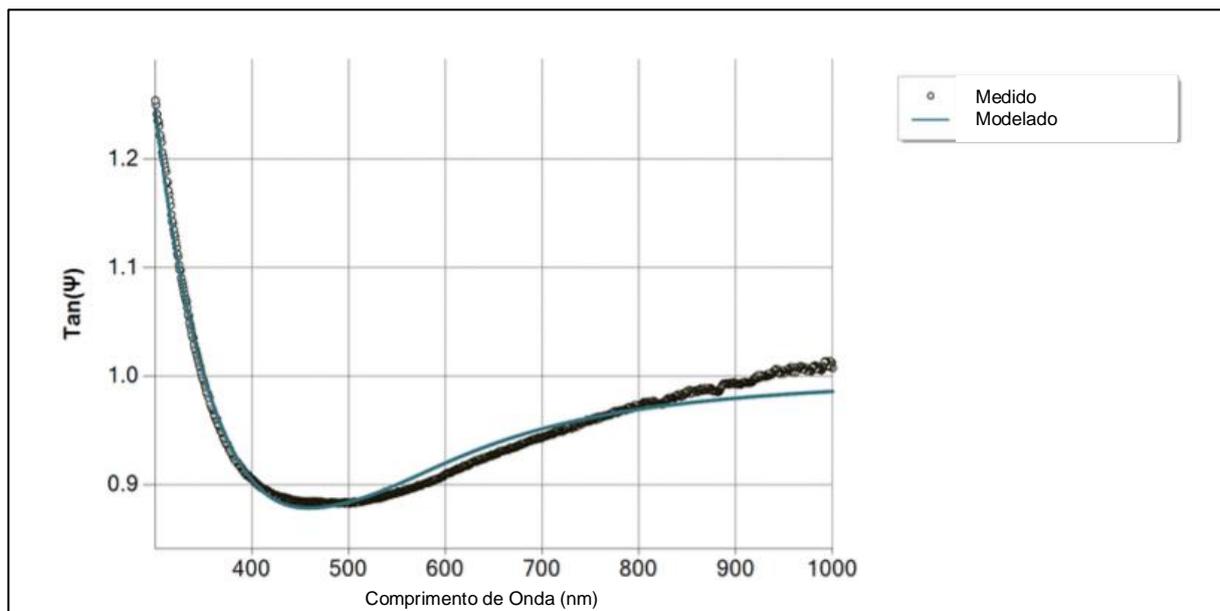


Figura 4. Comparação das curvas medida (em preto) e modelada (em azul) de $\tan(\Psi)$ para a amostra 1.

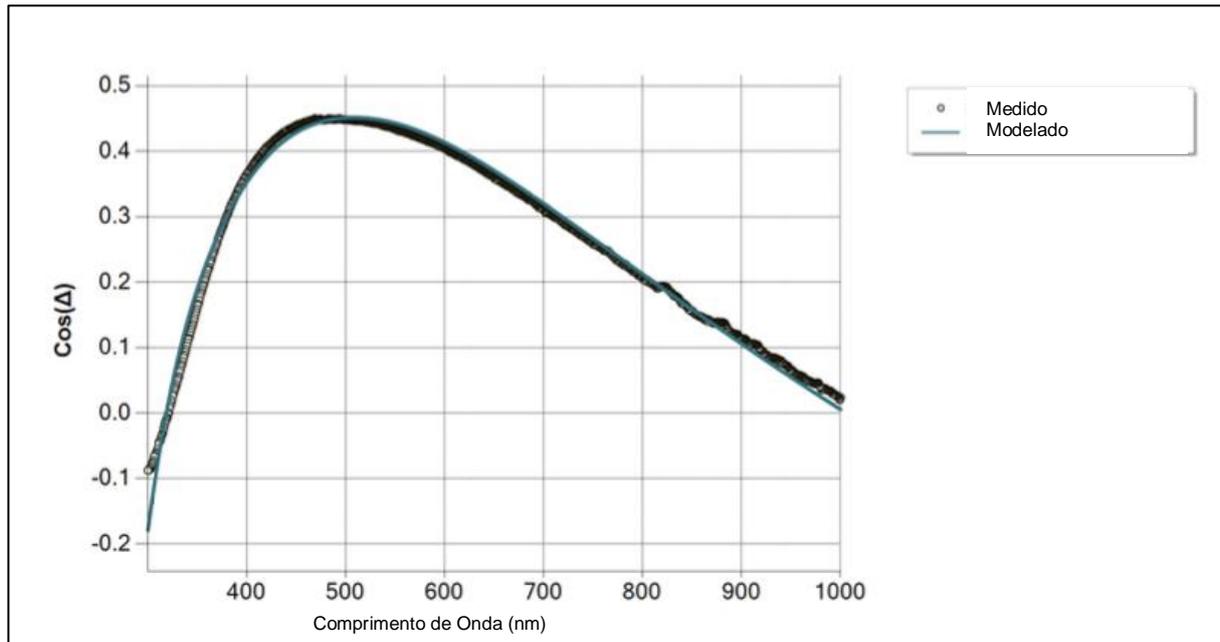


Figura 5. Comparação das curvas medida (em preto) e modelada (em azul) de $\cos(\Delta)$ para a amostra 1.

A concordância obtida entre os valores medidos e modelados caracterizam um bom ajuste entre o modelo e a medida, o que dá segurança para a obtenção das propriedades ópticas, especificamente, o índice de refração (n) e o coeficiente de extinção (k) em função do comprimento de onda. Esses parâmetros são exibidos nas figuras 6 e 7, respectivamente, para a camada de óxidos da amostra 1, crescida naturalmente.

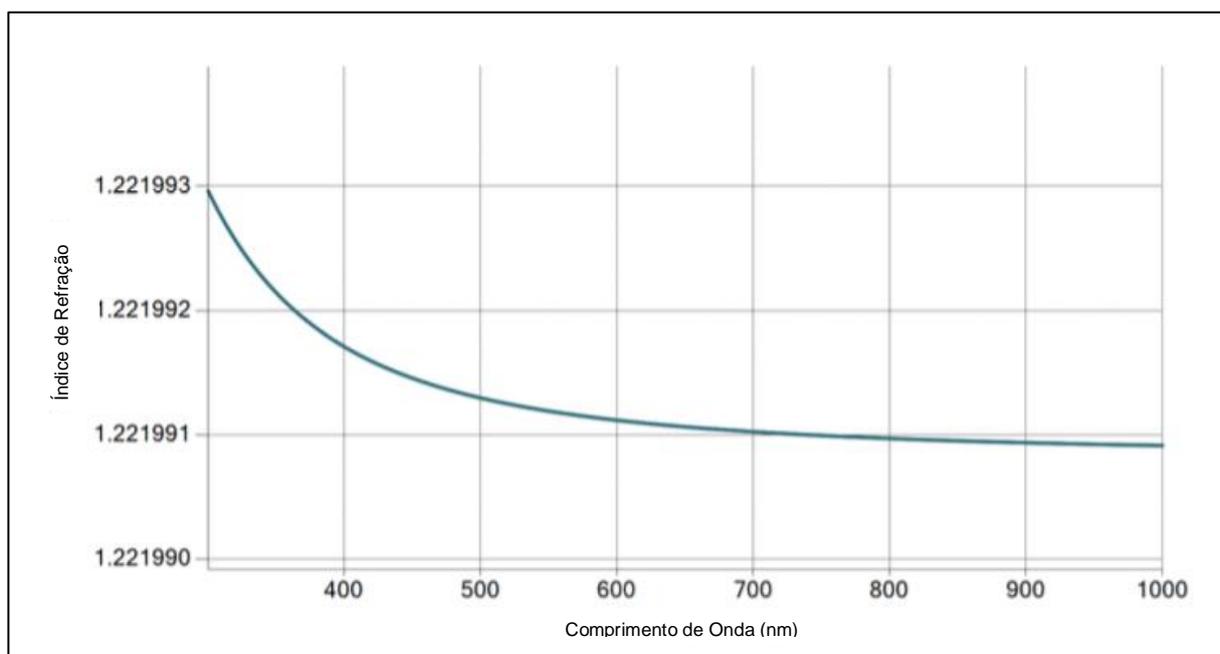


Figura 6. Índice de refração (n) em função do comprimento de onda para a camada de óxidos AM60.

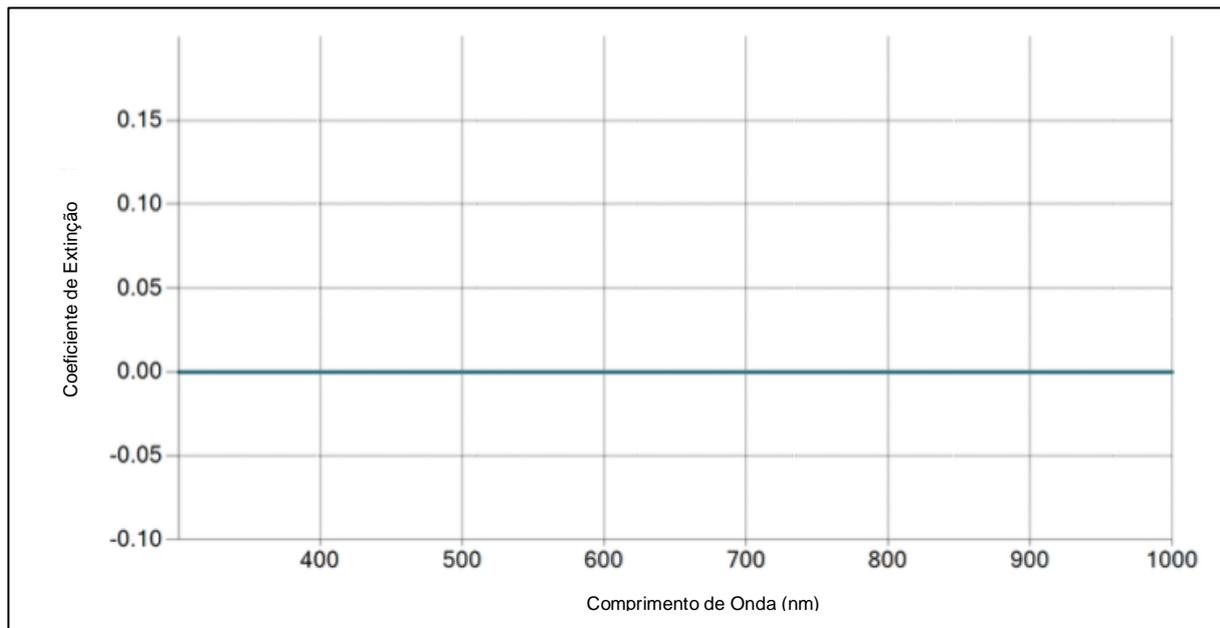


Figura 7. Coeficiente de extinção (k) em função do comprimento de onda para a camada de óxidos AM60.

A amostra foi modelada como uma camada de óxidos, sem estrutura e sobre a qual existe ar. Os resultados mostram que a abordagem usada é capaz de obter as propriedades ópticas, e a próxima etapa deste trabalho envolverá o crescimento (anódico) de óxidos de forma controlada no substrato dessa amostra. Além das propriedades ópticas, também foi medido a espessura dessa camada de óxidos, via elipsometria, obtendo 73nm. Esse resultado apresenta razoável acordo com os estudos recentes de Lee et al. [11], que obtiveram cerca de 60nm de espessura de óxido para a mesma liga usando microscopia eletrônica de transmissão. Pretende-se, na próxima etapa, investigar a variação das propriedades ópticas em função da espessura da camada de óxido, e avaliar se há o aparecimento de uma possível estrutura interna dessa camada [11,12], podendo haver, nesse caso, uma segregação entre os tipos de óxidos. Isso, pois se houver estrutura na camada de óxidos e a camada mais interna for de óxido de alumínio, há relatos de uma melhoria na resistência à corrosão [2,11,12].

4 CONCLUSÃO

Foi utilizado neste estudo a técnica de elipsometria para caracterização das propriedades ópticas e medida da espessura da camada de óxidos da amostra da liga de Mg denominada AM60. A modelagem computacional dos dados apresentou-se de forma adequada e satisfatória para os dados, permitindo obter as curvas de dispersão para os índices de refração (n) e coeficiente de extinção (k) para a camada óxidos e sua espessura. Esses resultados preliminares nos dão segurança quanto ao uso da técnica para seu uso na próxima etapa que envolvera a análise dos óxidos crescidos controladamente na amostra, a fim de investigar suas propriedades ópticas, possível estrutura e inferir sua resistência à corrosão.

Agradecimentos

Os autores agradecem às agências brasileiras: Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) – Projeto 314685/2009-0, Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) — Projetos E26/110.321/2012 e E26/110.655/2013, à Pró-Reitoria de Pesquisa, Pós-Graduação e Inovação (PROPPi) da Universidade Federal Fluminense (UFF) – Projeto 23069.004676/2014-97 pelo apoio financeiro, à FINEP pela compra do Elipsômetro Espectrométrico SEMILAB GES 5S e do Microscópio Confocal Interferométrico LEICA DCM3D.

REFERÊNCIAS

- 1 Cheng YL, Qin TW, Wang HM, Zhang Z. Comparison of corrosion behaviors of AZ31, AZ91, AM60 and ZK60 magnesium alloys. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*. 2009; 19: 517- 524.
- 2 Tan Q, Atrens A, Mo N, Zhang MX. Oxidation of magnesium alloys at elevated temperatures in air: A review. *Corros. Sci*. 2016; 112: 734 – 759.
- 3 Silva A. Evaluation of corrosion resistance of AM60 magnesium alloy. 21th International Congress of Mechanical Engineering. 2011: 1-8.
- 4 Catorceno LLC. Estudo do encruamento, recristalização e crescimento de grão em chapa da liga de magnésio AZ31B (Mg – 3%Al – 1%Zn – 0,3%Mn). Tese de Doutorado. Escola Politécnica. USP; 2013.
- 5 Nordlien JH, Nişancıoğlu K, Ono S, Masuko N. Morphology and structure of oxide films formed on MgAl alloys by exposure to air and water. *J. Electrochem. Soc*. 1996; 143(8): 2564-2572.
- 6 Oka M. Elipsometria. LSI USP. 2000 [acesso em 24 de Abril de 2017]; 1.1: 01-10. Disponível em: <http://www.lsi.usp.br/~dmi/manuais/Elipsometria.pdf>.
- 7 Nunes N. Caracterização elipsométrica de nióbio metálico. 71 Congresso Anual ABM Week. 2016; 1: 1-7.
- 8 Gonçalves D, Irene EA. Fundamentals and applications of spectroscopic ellipsometry. *Quim. Nova*. 2002;25(2): 794-800.
- 9 Fujiwara H. Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications. Japanese Edition, Tokyo: John Wiley & Sons Ltd; 2003.
- 10 Csermely Z, Horvath Z, Hanyecz I, Lugosi L. Spectroscopic Ellipsometry Analyzer – SEA User's Reference Manual. Semilab Co, Budapest, Hungary, 2012.
- 11 Lee TW, Kim HG, So MG, Lee JK, Kim, SK, Park WJ, Kim WY, Kim S, Lim, SH. Microstructure evaluation of oxide layers in CaO-added Mg alloys. *J. Alloys and Compd*. 2015; 635: 5-10.
- 12 Czerwinski F. Magnesium Alloys – Corrosion and Surface Treatments. InTech, Rijeka, Croatia, 2011.