

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS

SHIRLEY VANESSA NAVAS DIAZ

UTILIZAÇÃO DA RADIAÇÃO SÍNCROTRON NO ESTUDO IN SITU DA
DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE METAIS CFC

PONTA GROSSA
2019

SHIRLEY VANESSA NAVAS DIAZ

**UTILIZAÇÃO DA RADIAÇÃO SÍNCROTRON NO ESTUDO IN SITU DA
DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE METAIS CFC**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Co-orientador: Dr. John Jairo Hoyos Quintero.

PONTA GROSSA
2019

N322 Navas Diaz, Shirley Vanessa
Utilização da radiação síncrotron no estudo *in situ* da deformação criogênica de metais cfc / Shirley Vanessa Navas Diaz. Ponta Grossa, 2019.
94 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais - Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki.

Coorientador: Prof. Dr. John Jairo Quintero.

1. Deformação criogênica. 2. E. Falha de empilhamento. 3. Taxa de deformação. 4. Estrutura cristalina. 5. Radiação síncrotron. I. Mitsuyuki, Osvaldo. II. Quintero, John Jairo. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. IV.T.

CDD: 669.1

SHIRLEY VANESSA NAVAS DIAZ

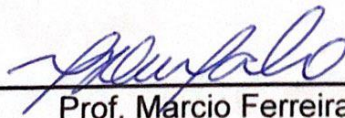
**UTILIZAÇÃO DA RADIAÇÃO SÍNCROTRON NO ESTUDO *IN SITU* DA
DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE METAIS CFC.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e
Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, para a
obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.
Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Ponta Grossa, 29 de Julho de 2019.



Prof. Osvaldo Mitsuyuki Cintho (Orientador)
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG)



Prof. Márcio Ferreira Hupalo
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG)



Danielle Cristina Camilo Magalhães
Dra. em Ciência e Engenharia de Materiais
Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR)

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Morgan Navas e Karen Diaz pelo seu amor, trabalho e sacrifício em todos estes anos, graças a você consegui chegar aqui e me tornar o que sou. Tem sido o orgulho e privilégio de ser sua filha, eles são os melhores pais.

Às minhas irmãs Sharon Navas e Hilary Navas por estarem sempre presentes e pelo apoio moral que me ofereceram ao longo desta fase da minha vida.

Ao meu querido esposo, Pedro Sanabria, pelo amor, apoio e encorajamento que ele me dá todos os dias para alcançar novos objetivos, e por todos os momentos únicos que passamos no processo.

Para minha bebê Emily Sophia, que é o melhor presente que eu poderia receber de Deus, meu maior tesouro e também a fonte mais pura de minha inspiração. Mesmo em tenra idade, você me ensinou e ainda me ensina muitas coisas nesta vida. Você foi minha maior motivação para completar com sucesso este projeto.

“A mente que se abre a uma nova ideia jamais voltará ao seu tamanho original”

Albert Einstein

AGRADECIMENTOS

Especial agradecimento ao professor Dr. Osvaldo Mitsuyuki, que foi importante apoio acadêmico e pessoal para poder definir e finalizar o trabalho de tese e que me permitiu compartilhar atividades relevantes para minha formação como estudante, pesquisador e como pessoa. Sua paciência e compreensão junto a sua sabedoria fizeram de minha formação uma experiência e aprendizagem frutífera.

Ao Prof. Dr. John Jairo Hoyos Quintero, pelo apoio e paciência em ensinar a interpretação de dados de difração de raios X, pelas valiosas sugestões acerca do campo de pesquisa e por transmitir conhecimentos de operação da linha XTMS.

Ao CNPEM e LNLS referente ao Proposal 20170966 pela disponibilização da estrutura para realização dos experimentos, especialmente ao Eng. Leonardo Wu, pelo apoio nos experimentos e pelas explicações sobre o funcionamento do anel síncrotron.

Agradecimentos à coordenação e professores do programa de pós-graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, pela formação em cada área e disciplina permitiu-me compreender que mais que um programa acadêmico é um espaço de aprendizagem para à vida.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, ao convenio entre a Organização de Estados Americanos – OEA e o Grupo Coimbra de Universidades BrasileirasGCUB, pelo financiamento da bolsa de estudos que me permitiu realizar o mestrado no Brasil.

Aos colegas da pós-graduação: Marcel Tadashi Izumi, Ana Luisa Terasawa Senra, Ricardo Sanson Namur, Maxwell Silva Azevedo pela colaboração nos experimentos em Campinas. Milene Yumi Maeda e Maurício de Castro pela colaboração nos experimentos na UEPG.

RESUMO

O comportamento mecânico dos metais depende do processo de deformação e das características do material em particular sua estrutura cristalina e energia de falha de empilhamento (EFE). O objetivo deste trabalho é o estudo da influência da deformação criogênica comparada com a temperatura ambiente (TA) e a taxa de deformação nas propriedades mecânicas do alumínio, cobre e prata, por meio de um sistema termomecânico (estação XTMS instalada no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais CNPEM – Campinas – Brasil) que contempla a difração de raios X durante a deformação por ensaio de tração. Os resultados mostraram que a temperatura criogênica tem-se um aumento da resistência e ductilidade simultâneo, tendo um aumento de alongamento mais significativo na taxa maior. Também apresenta um aumento na microdeformação e diminuição do tamanho médio de cristalito causando um aumento na densidade de discordâncias o qual sugere uma supressão parcial na recuperação dinâmica a baixa temperatura. O refinamento que apresenta-se é maior a temperatura criogênica manifestando-se com um menor tamanho de dimples nas superfícies de fratura.

Palavras-chave: Deformação Criogênica, Energia de falha de empilhamento, Taxa de deformação, Estrutura cristalina, Radiação Síncrotron, Difração de Raios X *in situ*.

ABSTRACT

The mechanical behavior of metals depends on the strain process and the characteristics of the material, in particular its crystalline structure and stacking fault energy (SFE). The objective of this work is the study of the influence of the cryogenic strain compared to the room temperature (RT) and the strain rate the mechanical properties of aluminum, copper and silver, by means of a thermomechanical system (XTMS station installed at CNPEM National Center for Energy and Materials Research - Campinas - Brazil) which considers X-ray diffraction during deformation by tensile test.. The results showed that the cryogenic temperature has an increase of the strength and ductility simultaneously, having a more significant increase of elongation in the higher strain rate. It also shows an increase in microstrain and decrease in the mean crystallite size causing an increase in discordance density, which suggests a partial suppression in dynamic recovery at low temperature. The refinement that is presented is higher at cryogenic temperature manifesting with a smaller size of dimples in the surfaces of fracture.

Keywords: Cryogenic deformation, Stacking fault energy, Strain rate, Crystalline structure, Synchrotron Radiation, X-Ray Diffraction *in situ*.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA. 1	-a) Estrutura cristalina cubica de fase centrada, (b) Sequência de empilhamento, (c) Direções	19
FIGURA. 2	-Representação de células de discordâncias distribuídas em grão encruado (a) Heterogêneo e (b) Homogêneo	20
FIGURA. 3	-Esquema microestrutural dum metal policristalino deformado por deslizamento. Os diferentes rasgos são mostrados em uma escala em aumento: a) Discordâncias, b) Células de discordâncias, c) bandas de deformação e transição dentro de um grão, d) bandas de cisalhamento	22
FIGURA. 4	-Deformação pelo sistema de maclagem. a) Representação do plano de maclação K1, b) formação da banda de maclação quando uma tensão de cisalhamento é exercida.....	24
FIGURA. 5	-Gráfico do encruamento por deformação, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica. As setas do lado direito indicam como o parâmetro Zener-Hollomon muda nos três processos.	27
FIGURA. 6	-Curva tensão-deformação do processo de recuperação dinâmica detalhando os aspectos microestruturais.	28
FIGURA. 7	-Desenvolvimento da microestrutura durante a recristalização dinâmica (a) - (d) Tamanho de grão longo inicial, (e) tamanho de grão inicial pequeno.....	29
FIGURA. 8	-Laboratório nacional de luz síncrotron.....	30
FIGURA. 9	-Esquema do laboratório nacional de luz síncrotron	31
FIGURA. 10	-Estação de difração de raios X e teste mecânico XTMS	32
FIGURA. 11	-Esquema do efeito nos picos de difração com respeito a deformação	33
FIGURA. 12	-Esquema organizacional do procedimento experimental	35
FIGURA. 13	-Dimensões e forma do corpo de prova adaptado	37
FIGURA. 14	-Microestrutura de Alumínio recozido. Tomada mediante microscopia óptica	39
FIGURA. 15	-Microestrutura do Cobre recozido. Tomada mediante microscopia óptica	39
FIGURA. 16	-Câmara da Gleeble 3S50®.....	40

FIGURA. 17	-Conjunto de suportes adaptados as corpos de prova para utilização na linha XTMS	41
FIGURA. 18	-Suporte das amostras (montagem experimental)	42
FIGURA. 19	-Detectores e ângulos de difração	42
FIGURA. 20	-Curvas tensão – deformação do alumínio a 298K	46
FIGURA. 21	-Curvas tensão – deformação do alumínio a 78K	47
FIGURA. 22	-Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras do alumínio a 298K	48
FIGURA. 23	-Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras do alumínio a 78K	49
FIGURA. 24	-Perfis de difração de raios X em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita)	50
FIGURA. 25	-Perfis de difração de raios X para três valores de deformação em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita)	51
FIGURA. 26	-Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) do alumínio a 298K	52
FIGURA. 27	-Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) do alumínio a 78K	53
FIGURA. 28	-Curvas tamanho médio do cristalito – deformação do alumínio a 298K	55
FIGURA. 29	-Curvas tamanho médio do cristalito – deformação do alumínio a 78K	55
FIGURA. 30	-Densidade de discordâncias – deformação do alumínio a 298K	56
FIGURA. 31	-Densidade de discordâncias – deformação do alumínio a 78K	56
FIGURA. 32	-Superfície de fratura das amostras de alumínio nas diferentes taxas de deformação a 298K	57
FIGURA. 33	-Superfície de fratura das amostras de alumínio nas diferentes taxas de deformação a 78K	58
FIGURA. 34	-Curvas tensão – deformação do cobre a 298K	59
FIGURA. 35	-Curvas tensão – deformação do cobre a 78K	59
FIGURA. 36	-Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras do cobre a 298K	61

FIGURA. 37	-Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras do cobre a 78K.....	61
FIGURA. 38	-Perfis de difração de raios X em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita).....	62
FIGURA. 39	-Perfis de difração de raios X para três valores de deformação em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita).....	63
FIGURA. 40	-Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) do cobre a 298K.....	64
FIGURA. 41	-Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) do cobre a 78K.....	65
FIGURA. 42	-Curvas tamanho médio do cristalito – deformação do cobre a 298K.....	66
FIGURA. 43	-Curvas tamanho médio do cristalito – deformação do cobre a 78K.....	67
FIGURA. 44	-Densidade de discordâncias – deformação do cobre a 298K.....	68
FIGURA. 45	-Densidade de discordâncias – deformação do cobre a 78K.....	68
FIGURA. 46	-Superfície de fratura das amostras de cobre nas diferentes taxas de deformação a 298K.....	69
FIGURA. 47	-Superfície de fratura das amostras de cobre nas diferentes taxas de deformação a 78K.....	70
FIGURA. 48	-Curvas tensão – deformação da prata a 298K.....	71
FIGURA. 49	-Curvas tensão – deformação da prata a 78K.....	71
FIGURA. 50	-Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras da prata a 298K.....	73
FIGURA. 51	-Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras da prata a 78K.....	73
FIGURA. 52	-Perfis de difração de raios X em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita).....	74
FIGURA. 53	-Perfis de difração de raios X para três valores de deformação em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita).....	75
FIGURA. 54	-Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) da prata a 298K.....	76

FIGURA. 55	-Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) da prata a 78K.....	77
FIGURA. 56	-Curvas tamanho médio do cristalito – deformação da prata a 298K.....	78
FIGURA. 57	-Curvas tamanho médio do cristalito – deformação da prata a 78K	79
FIGURA. 58	-Densidade de discordâncias – deformação da prata a 298K	80
FIGURA. 59	-Densidade de discordâncias – deformação da prata a 78K	80
FIGURA. 60	-Superfície de fratura das amostras da prata nas diferentes taxas de deformação a 298K.....	81
FIGURA. 61	-Superfície de fratura das amostras da prata nas diferentes taxas de deformação a 78K.....	82
FIGURA. 62	-Variação de propriedades mecânicas em função da taxa de deformação e da temperatura, obtidas em tração axial do Alumínio, Cobre e Prata. (a) Limite de escoamento, (b) Limite de resistência à tração, (c) Alongamento uniforme e (d) Expoente de encruamento.....	84
FIGURA. 63	-Perfis de difração de raios X para três valores de deformação a 298K e 78K com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ do (a) Alumínio, (b) Cobre e (c) Prata	86
FIGURA. 64	-Porcentagem de variação de propriedades mecânicas de acordo com a temperatura em função da energia de falha de empilhamento do Alumínio, Cobre e Prata. (a) Aumento de resistência à tração e (b) Aumento de alongamento uniforme.....	88

LISTA DE TABELAS

TABELA 1	- Propriedades dos materiais de estudo.	18
TABELA 2	- Comportamento dos picos de difração com respeito a vários elementos da microestrutura.	34
TABELA 3	- Composição química dos materiais de estudo. Composição em massa (%)	36
TABELA 4	- Parâmetros do material de partida.	36
TABELA 5	- Dados para a preparação e aplicação do eletro-polimento.	38
TABELA 6	- Dados para a preparação e aplicação do ataque químico.	38
TABELA 7	- Parâmetros para ensaio na linha XRD1.	43
TABELA 8	- Propriedades mecânicas do alumínio obtidas do teste termomecânico nas diferentes condições.....	47
TABELA 9	- Redução de área nas superfícies de fratura do alumínio.	58
TABELA 10	- Propriedades mecânicas do cobre obtidas do teste termomecânico nas diferentes condições.....	60
TABELA 11	- Redução de área nas superfícies de fratura do cobre.....	70
TABELA 12	- Propriedades mecânicas da prata obtidas do teste termomecânico nas diferentes condições.....	72
TABELA 13	- Redução de área nas superfícies de fratura da prata.....	82
TABELA 14.	- Parâmetro de Zener-Hollomon.	84

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASM	American Society for Metals
CCC	Cúbica de Corpo Centrada (estrutura)
CFC	Cúbica de Face Centrada (estrutura)
CNPEM	Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais
DRX	Difração de raios X
EFE	Energia de falha de empilhamento (SFE - Stacking Fault Energy)
LNLS	Laboratório Nacional de Luz Síncrotron
LNNano	Laboratório Nacional de Nanotecnologia
LRT	Limite de resistência à tração
MEV-FEG	Microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (do inglês, Field Emission Gun)
RA	Redução de área na tração
TA	Temperatura Ambiente
TC	Temperatura Criogênica
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
UVX	Anel síncrotron instalado em Campinas
XRD1	Uma das linhas do anel síncrotron. Nela estão instalados diversos equipamentos que utilizam a fonte
XTMS	Estação experimental da linha XRD1 do anel síncrotron

LISTA DE SIMBOLOS

ϵ	Deformação
σ	Tensão
σ_Y	Limite de escoamento
ϵ_t	Alongamento total
n	Expoente de encruamento
σ_u	Limite de resistência à tração
ϵ_u	Alongamento uniforme
ρ	Densidade de discordâncias
\vec{b}	Vetor de Burgers
$\dot{\epsilon}$	Taxa de deformação plástica instantânea
Θ	Ângulo do pico de difração
$\Delta(2\theta)$	Posição do ângulo corrigido
ϵ	Deformação da amostra
T	Espessura da amostra
g	Distância entre o centro do detector e a região irradiada da amostra
$2\theta_{obs}$	Ângulo observado.
W	Ângulo do feixe incidente.
$I_{obs}(2\theta)$	Intensidade media
B	Largura à meia altura dos picos de difração
A_o	Área inicial
A_f	Área de fratura

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	16
2.	OBJETIVOS	17
2.1	OBJETIVO GERAL	17
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3.	REVISÃO DE LITERATURA.....	18
3.1	GENERALIDADES DOS METAIS.....	18
3.2	ESTRUTURA CRISTALINA.....	19
3.3	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA DE METAIS CFC	19
3.3.1	Metais que se Deformam por Deslizamento	21
3.3.2	Metais que são Deformados por Maclação.....	23
3.3.3	Diferenças na Deformação por Deslizamento e por Maclação	25
3.4	MECANISMOS DE RESTAURAÇÃO MICROESTRUTURAL	25
3.4.1	Recuperação Dinâmica.....	26
3.4.2	Recristalização Dinâmica.....	28
3.5	ENSAIO MECÂNICO E DIFRAÇÃO DE RAIOS X – SÍNCROTON	30
3.5.1	DRX - Microdeformação e Tamanho do Cristalito	32
4.	METODOLOGIA.....	35
4.1	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	35
4.2	MATERIAL DE ESTUDO	36
4.2.1	Análise Microestrutural	37
4.2.2	Ensaio Mecânico e Difração de Raios X in situ – linha XTMS	40
4.2.2.1	Parâmetros e condições.....	42
4.2.3	Análises Fractográfica	45
5.	RESULTADOS	46
5.1	RESULTADOS DAS AMOSTRAS DE ALUMÍNIO (AL).....	46
5.1.1	Efeito da Temperatura e Taxa de Deformação nas Propriedades Mecânicas	46
5.1.2	Difração de Raios X <i>in situ</i>	49
5.1.2.1	Curvas de microdeformação-deformação do ensaio termomecânico	51
5.1.2.2	Tamanho médio de cristalito em função da deformação	54
5.1.2.3	Densidade de discordâncias	55
5.1.3	Análise de Fratura com Microscopia Eletrônica de Varrido	57
5.2	RESULTADOS DAS AMOSTRAS DE COBRE (CU).....	59
5.2.1	Efeito da Temperatura e Taxa de Deformação nas Propriedades Mecânicas	59
5.2.2	Difração de Raios X <i>in situ</i>	61
5.2.2.1	Curvas de Microdeformação-deformação do ensaio termomecânico	63
5.2.2.2	Tamanho médio de cristalito em função da deformação	66
5.2.2.3	Densidade de discordâncias	67
5.2.3	Análise de Fratura com Microscopia Eletrônica de Varrido	69
5.3	RESULTADOS DAS AMOSTRAS DE PRATA (AG).....	71
5.3.1	Efeito da Temperatura e Taxa de Deformação nas Propriedades Mecânicas	71
5.3.2	Difração de Raios X <i>in situ</i>	73
5.3.2.1	Curvas de microdeformação-deformação do ensaio termomecânico	75
5.3.2.2	Tamanho médio de cristalito em função da deformação	78
5.3.2.3	Densidade de discordâncias	79
5.3.3	Análise de Fratura com Microscopia Eletrônica de Varrido	81

6.	DISCUSSÃO	83
6.1	EFEITO DA TEMPERATURA DE DEFORMAÇÃO E A TAXA DE DEFORMAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	83
6.2	EFEITO DA ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS	87
7.	CONCLUSÕES	89
7.1	EFEITO DA TEMPERATURA E TAXA DE DEFORMAÇÃO.....	89
7.2	EFEITO DA ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO.....	89
8.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	90
	REFERÊNCIAS.....	91

1. INTRODUÇÃO

A obtenção de metais e ligas com alta resistência e também com ductilidade e tenacidade é um tema de grande interesse tecnológico. Os processos de deformação em temperaturas criogênicas podem induzir o refinamento da microestrutura, aumento da densidade de defeitos e ativação adicional de mecanismos de deformação melhorando propriedades como resistência mecânica e ductilidade, (EDALATI, 2014; TOTH, 2014; DHAL, 2017) comparados com os deformados a temperatura ambiente. (CHIEM, 1983; BODNER, 1994)

O presente estudo foi realizado em metais que se caracterizam pelas elevadas condutividades térmica e elétrica, resistência a corrosão e serem metais de aplicações importantes ou atuarem como base de uma grande diversidade de ligas (WOODCRAFT, 2005). Com estrutura cristalina cúbica de fase centrada (CFC) e com diferentes energias de falha de empilhamento (EFE); utilizou-se o alumínio, o cobre e a prata possuem alta, média e baixa EFE respectivamente, possibilitando um estudo comparativo. Utilizaram-se metais puros minimizando a influência da presença de impurezas, fases e as variáveis que podem influenciar nas propriedades mecânicas, para melhor avaliar a influência da dos parâmetros investigados.

Investigou-se o comportamento mecânico em diferentes condições de temperatura e taxa de deformação no CNPEM (Centro Nacional de Pesquisa em Energia de Materiais) de Campinas na estação XTMS (X-Ray Diffraction and Thermomechanical Simulation) por meio de um ensaio termomecânico simultâneo com difração de raios X dedicada ao estudo de materiais metálicos sob condições controláveis de temperatura e pressão/deformação. No complexo de Laboratórios Multiusuário da UEPG (CLABMU) realizou-se análise das superfícies de fratura por meio do microscópio eletrônico de varredura de alta resolução.

Relativamente poucas investigações há sido realizadas com a capacidade de realizar ensaio termomecânico simultâneo com raios X podendo obter várias informações durante a deformação. Além disso os processos de deformação criogênica estão sendo atualmente muito estudados para obter metais com melhores propriedades mecânicas pelo que são de grande interesse industrial.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Caracterizar por meio da utilização da difração de raios x in situ o comportamento mecânico de metais de estrutura CFC de diferentes energias de falhas de empilhamento em temperatura criogênica.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Compreender os efeitos da temperatura e taxa de deformação no comportamento mecânico dos metais de interesse.
- Avaliar do efeito da energia de falha de empilhamento na deformação a temperatura ambiente e criogênica.
- Analisar a influência da microdeformação e o tamanho de cristalitos nas diferentes condições de deformação.
- Analisar e identificar as superfícies de fratura das amostras via microscopia eletrônica de varredura (MEV/FEG).
- Discutir os fatores e condições que influenciam na resposta mecânica e estrutural dos metais estudados.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1 GENERALIDADES DOS METAIS

Neste trabalho estudaram-se metais não ferrosos com estrutura cristalina cúbica de face centrada (o alumínio, o cobre e a prata) que correspondem aos materiais mais típicos empregados fundamentalmente como condutores. Seguindo do alumínio e do cobre, a prata é o de maior condutividade, mas o seu uso como material elétrico é muito limitado devido a seu alto custo além de ser um metal de baixa resistência mecânica e muito dúctil. O cobre puro é o material mais utilizado como condutor elétrico do que o alumínio e a prata, devido ao fato de que no estado puro possui maior dureza, alta ductilidade e maior capacidade de encruamento que o alumínio, além de elevada resistência à tração e estabilidade à corrosão. O alumínio ocupa o terceiro lugar por condutividade, mas tem uma densidade muito baixa entre os metais. Ao selecionar um condutor é necessário considerar a resistência mecânica do mesmo (GOMES, 1987). Algumas propriedades físico-químicas e mecânicas são apresentadas na Tabela 1.

TABELA 1 - Propriedades dos materiais de estudo

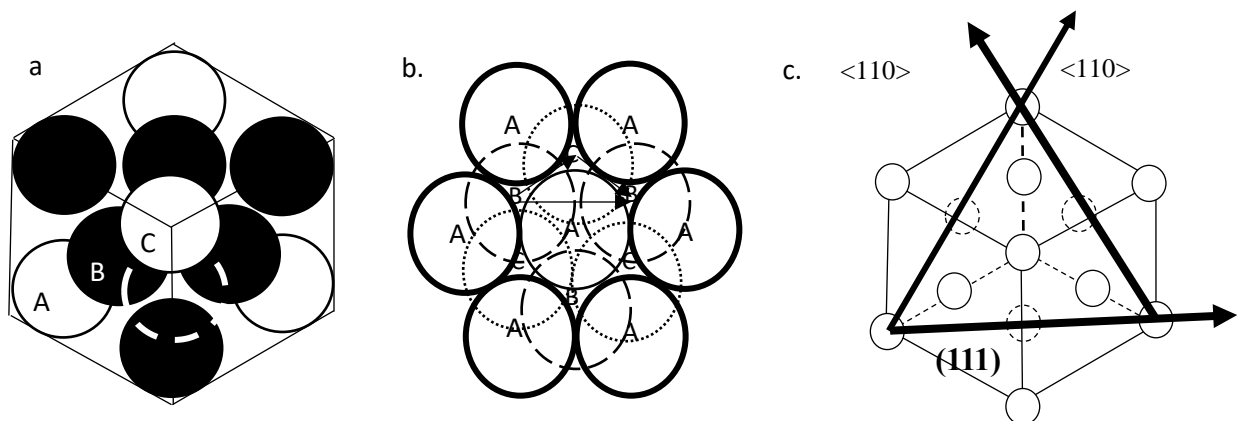
Propriedades	Alumínio (Al)	Cobre (Cu)	Prata (Ag)
Propriedades físico-químicas			
Temperatura de Fusão (°C)	660	1083	962
Temperatura de recuperação (°C)	198,12	325,46	288,57
Temperatura de recristalização (°C)	200-600	375-650	250-500
Menor distância Interatômica (nm)	0,286	0,255	0,289
Energia de ativação para a deformação, (kJ-mol)	165	196	184
Condutividade térmica (W/m.K)	222	388	428
Condutividade elétrica (S/m)	37,7x10 ⁶	58,108x10 ⁶	63x10 ⁶
Raio atômico (nm)	0,143	0,128	0,126
Densidade (a 20°C) (g/cm ³)	2,71	8,94	10,49
Propriedades mecânicas			
EFE (mJ/m ²)	150 a 166	40 a 78	16 a 22
Módulo de elasticidade (GPa)	62	125	74
Módulo de cisalhamento (GPa)	25	46	30
Tensão de Escoamento (MPa)	117	333	289
Limite de resistência à tração (MPa)	124	344	296

Fonte: Tabela adaptada de ASM, 1990; SMALLMAN, 2014.

3.2 ESTRUTURA CRISTALINA

O presente estudo foi feito com metais de estrutura cristalina cúbica de face centrada que em geral tem baixa resistência mecânica mas alta ductilidade, e é formada por um empilhamento de planos atômicos de máxima densidade atômica. As discordâncias se movimentam através dos planos mais compactos da família (111) que tem um vale menos profundo com isso a energia para escorregar é menor. Nestas famílias, pode ocorrer o deslizamento de parte dos planos com a dissociação de discordâncias em parciais que altera a ordem de empilhamento e gera o que se chama falha de empilhamento. A este defeito cristalino está associada uma energia que está relacionada com a distância média entre as discordâncias parciais. A figura 1a apresenta a estrutura CFC, a figura 1b a sequência de empilhamento e a figura 1c as direções (MEYERS 2009).

FIGURA. 1- a) Estrutura cristalina cubica de fase centrada, (b) Sequência de empilhamento, (c) Direções



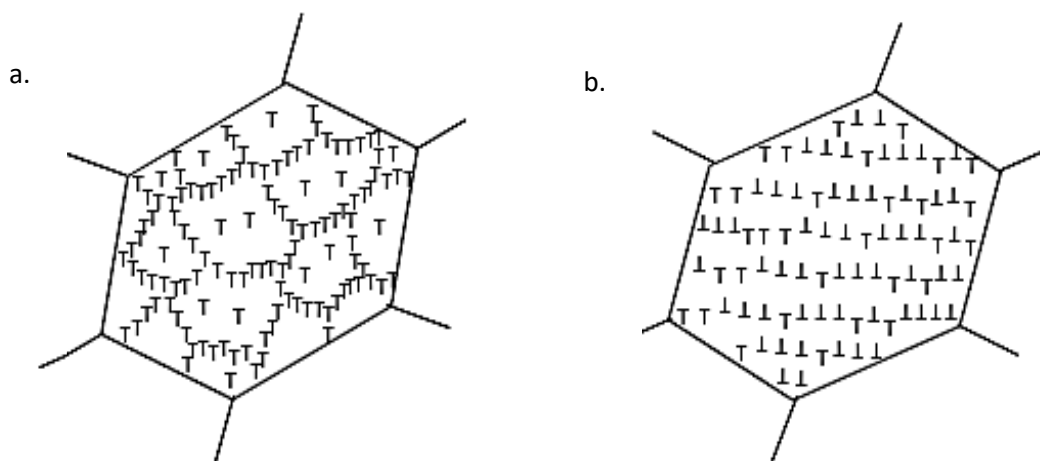
Fonte: Adaptado de MICHALAK, J. T, 1973.

3.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA DE METAIS CFC

Sabe-se que a capacidade de deformação plástica do material depende da capacidade das discordâncias de movimentassem-se. A distribuição das discordâncias no metal deformado depende da estrutura cristalina, EFE, temperatura e taxa de deformação. Em metais CFC com baixa energia de empilhamento (prata) suas discordâncias tem baixa mobilidade devido ao fato das discordâncias parciais estarem muito afastadas entre si, e tenderam a ter uma distribuição plana na microestrutura como mostra a figura 2b. Por enquanto em metais de alta EFE (como

o alumínio) as discordâncias parciais estão mais próximas umas a outras, onde as discordâncias tem maior mobilidade e a ocorrências de aniquilação ou rearranjo de discordâncias são mais frequentes apresentando uma distribuição de discordâncias heterogênea (figura 2a) (CHINH, 2010).

FIGURA. 2 - Representação de células de discordâncias distribuídas em grão encruado (a) Heterogêneo e (b) Homogêneo



Fonte: Adaptado de PADILHA, 2005; HULL, 2011.

As direções e planos associados com o deslizamento e maclação correspondem a um sistema com o maior tensão cisalhante crítica resultante e são diferentemente orientados de um grão a outro em metais policristalinos. Em geral os processos de deslizamento e maclação iniciam num grão e são limitados ao grão, e podem facilmente ser distinguidos de aqueles ocorrendo em grãos adjacentes.

A deformação não pode ser pensada como homogênea em qualquer grão do agregado. (DIETER, 1988) Quando um cristal simples é deformado, este é usualmente livre para alterar sua forma pela ação da força externa. Esta liberdade não ocorre para grãos individuais de um agregado policristalino que são submetidos a forças exercidas por cada um dos átomos adjacentes que está-se deformando de uma única maneira.

Será necessária que a contiguidade deva ser mantida para que a deformação continue e isso é uma consequência direta desta necessidade de que o processo de deformação será diferente em várias partes de um grão em particular, levando ao

desenvolvimento de não-homogeneidade de deformação em cada grão e no policristal de uma forma geral.

A deformação e forças impostas entre os átomos vizinhos afetam a escolha e o número de sistemas deslizantes operando, portanto, existem duas consequências importantes desta atividade de deslizamento:

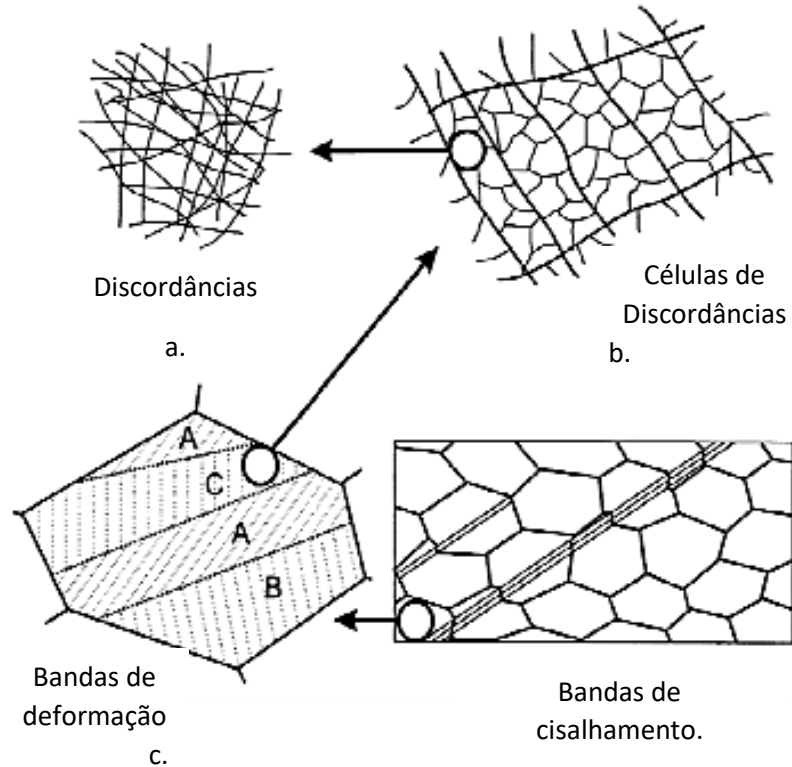
- O processo de deslizamento e sua variação dentro e entre grãos, determina fortemente as microestruturas deformadas;
- As mudanças na orientação, consequência da plasticidade do cristal, determinam as texturas de deformação (BOWEN, 2000; PETRYK, 2007).

3.3.1 Metais que se Deformam por Deslizamento

Metais de alta a média energia de falha de empilhamento, como o alumínio e o cobre, são deformadas por deslizamento. Na maioria dos casos, a deformação é heterogênea porque os cristais geralmente trocam de orientação durante a deformação, origina regiões de orientação diferente que se desenvolvem dentro dos grãos originais. Esta subdivisão do grão ou fragmentação, tem sido reconhecida há muitos anos, embora só recentemente os aspectos das microestruturas resultantes tornaram-se razoavelmente claros. Sabe-se que existe uma ampla gama de escalas de comprimento, desde nanômetros a milímetros, nos quais a microestrutura é dividida durante a deformação. (HATHERLY, 2004)

As principais características das microestruturas metálicas deformadas de média a alta energia de falha de empilhamento são classificadas de acordo com o nível de heterogeneidade como mostrado na Figura 3, para uma amostra deformada num plano de compressão.

FIGURA. 3 - Esquema microestrutural dum metal policristalino deformado por deslizamento. Os diferentes rasgos são mostrados em uma escala em aumento: a) Discordâncias, b) Células de discordâncias, c) bandas de deformação e transição dentro de um grão, d) bandas de cisalhamento



Fonte: Adaptado de HATHERLY, 2004.

Uma breve descrição das características e sua formação durante a deformação é apresentada abaixo:

- **Discordâncias:** podem existir discordâncias de várias estruturas aleatórias (Figura 3.3a), particularmente após baixas deformações. Nos metais que não formam uma estrutura semelhante a uma célula, esse arranjo difuso de discordâncias é encontrado mesmo em grandes deformações.
- **Células ou Subgrãos:** Em muitos metais, a maioria das discordâncias produzidas na deformação formam os limites das células ou subgrãos (Figura 3.3b), que são os menores elementos de volume na microestrutura deformada. Algumas paredes celulares podem estar alinhadas ou ter orientações diferentes.

- **Bandas de transição:** Verifica-se geralmente que os grãos individuais dentro da amostra, particularmente em materiais de grão grosso, são subdivididos em grande escala durante a deformação (Figura 3.3c) em regiões de orientação diferente como consequência dos esforços não homogêneos transmitidos por grãos vizinhos ou a instabilidade intrínseca do grão durante a deformação plástica. As bandas de transição resultantes são deformadas em diferentes sistemas de deslizamento e podem desenvolver orientações amplamente divergentes. As regiões estreitas entre as bandas de deformação, que podem ser difusas ou marcadas, são chamadas de bandas de transição.
- **Bandas de cisalhamento:** A Figura 3.3d mostra uma amostra policristalino na qual a tensão de cisalhamento intensa ocorreu em planos inclinados para o plano de laminação. Essas bandas de cisalhamento, que são de natureza não cristalográfica, poderiam passar por muitos grãos e até mesmo se espalhar pela amostra. Essas bandas são o resultado da instabilidade plástica e podem ser consideradas equivalentes à formação do pescoço que ocorre num teste de tração.

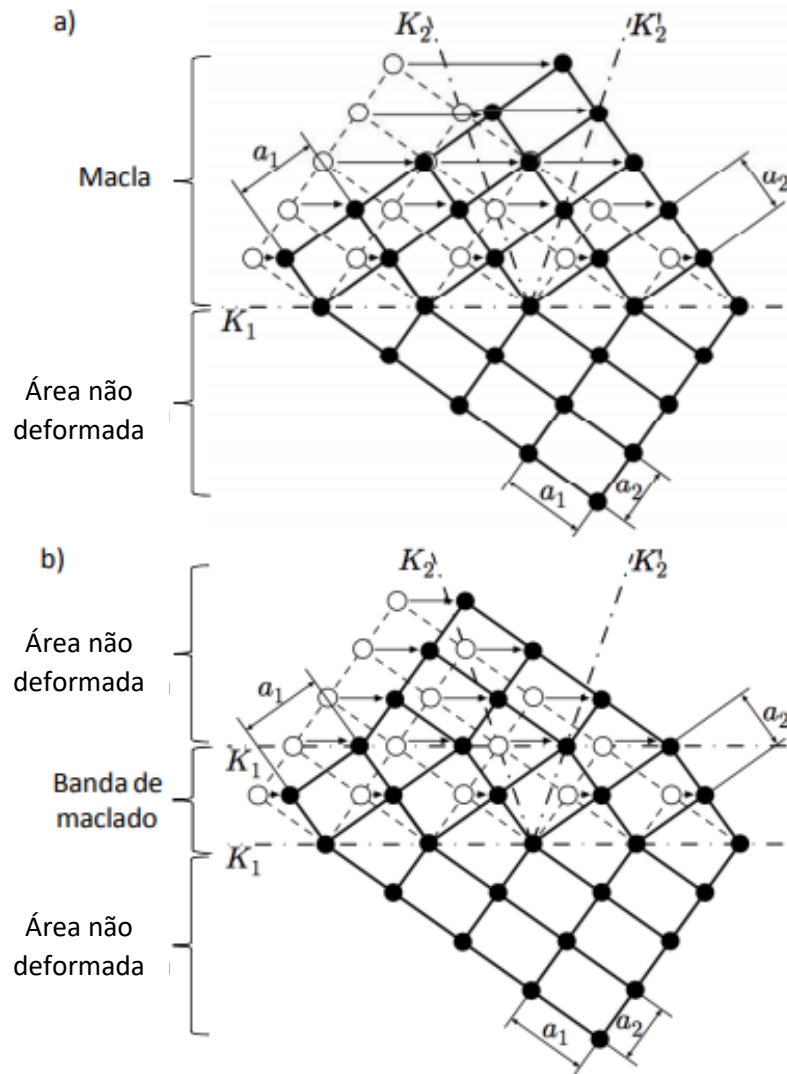
3.3.2 Metais que são Deformados por Maclação

O segundo mecanismo importante pelo qual os metais se deformam é o processo conhecido como maclação. A maclação mecânica é uma deformação na qual parte de átomos da rede se movimentam conjuntamente de maneira paralela ao plano conhecido como plano de maclagem (DIETER, 1988).

A Figura 4 mostra uma representação clássica de uma macla. A figura 4a representa uma seção perpendicular da superfície numa rede cúbica na qual o plano de dimensionamento identificado como K1 é mostrado. Se uma tensão de cisalhamento for aplicada, o cristal apresentará uma faixa de dimensionamento em torno do plano da macla Figura 4b. As regiões acima e abaixo do plano de maclagem não são deformadas. As referidas regiões que compartilharam planos de átomos na banda de maclação formam uma imagem espelhada através do plano de maclação. Em uma rede cristalina simples como esta, cada átomo na banda de maclação é movido por uma tensão de cisalhamento homogênea a uma distância proporcional à sua distância do plano de maclação. Na figura 4b, os círculos não preenchidos indicam

as posições originais dos átomos na rede cristalina que mudaram de posição e os círculos preenchidos são as posições finais desses átomos.

FIGURA. 4 - Deformação pelo sistema de maclagem. a) Representação do plano de maclação K_1 , b) formação da banda de maclação quando uma tensão de cisalhamento é exercida



Fonte: Adaptado de DIETER, 1988.

A deformação por maclação é geralmente mais difícil de ativar do que o movimento de discordâncias e é o principal modo de deformação que ocorre em metais com estrutura cristalina de CFC com $EFE < 25 \text{ mJm}^{-2}$, embora também possa ocorrer em metais CFC e CCC com valores altos EFE se a deformação ocorrer a baixas temperaturas e altas taxas de deformação. Portanto, a baixas temperaturas, é

comum a deformação ser causada por maclação, assim como em metais com baixo número de sistemas deslizantes e em metais com estrutura hexagonal. (BACON, 2001; WU, 2008).

3.3.3 Diferenças na Deformação por Deslizamento e por Maclação

Existem características que diferenciam a deformação por deslizamento e maclação. No deslizamento, a orientação do cristal acima e abaixo do plano de deslizamento é a mesma antes e depois da deformação, enquanto a deformação por maclação resulta em uma orientação diferente ao longo do plano de maclação. Considera-se que a deformação por deslizamento ocorra em múltiplos espaçamentos atômicos diferentes, ao passo que, ao unir os movimentos dos átomos, são muito menores que uma distância atômica.

Outra distinção é que o deslizamento ocorre em planos relativamente grandes, enquanto que em uma região maclada de um cristal, cada plano atômico está envolvido na deformação. Quão rapidamente o modo de deformação é apresentado é outro critério de distinção, desde que maclas podem ser formadas em tão pouco como alguns microsegundos, enquanto o deslizamento requer um atraso de muitos milissegundos antes de uma banda de deslizamento ser formada (HUMPHREYS, 1995; WU, 2013; ZHAO, 2008).

3.4 MECANISMOS DE RESTAURAÇÃO MICROESTRUTURAL

Existem muitas descrições do comportamento mecânico dos metais. Os mecanismos de restauração atuam de maneira diferente em cada material, mas em geral são responsáveis pela ductilidade a altas temperaturas e as propriedades finais do metal ou liga ao promover mudanças microestruturais. A microestrutura final após a deformação depende principalmente do metal e de sua microestrutura característica (tamanho de grão original, teor de soluto, tamanho e forma das partículas constituintes) e depende da interação dos mecanismos restauração dinâmicos e estáticos dadas com os parâmetros de deformação: temperatura, tensão, deformação e velocidade de deformação.

O parâmetro mais importante em que a natureza do material tem o maior efeito sobre o grau de recuperação é a energia de falha de empilhamento. Isso ocorre porque em metais com alta energia falha de empilhamento, os fenômenos de

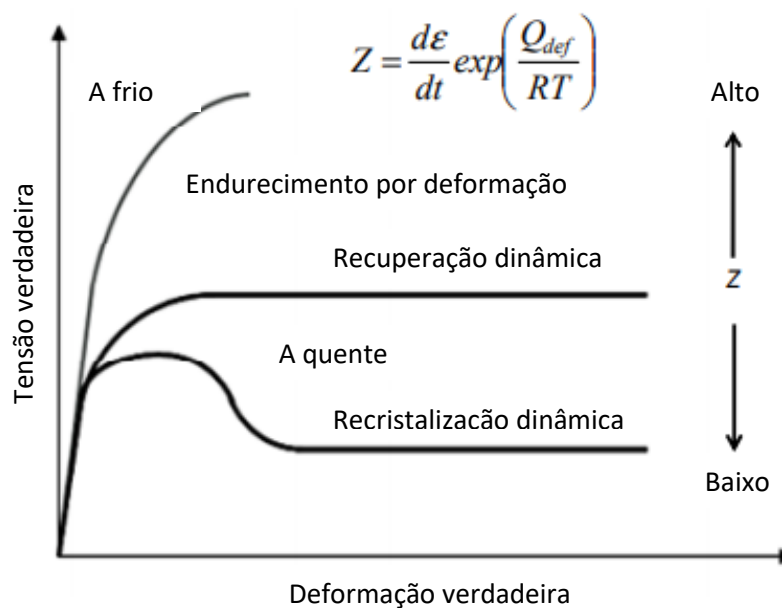
escalagem de discordâncias e deslizamentos cruzados são mais fáceis de se apresentarem e estes são os principais mecanismos pelos quais a recuperação em um material ocorre. Por causa do acima mencionado, quanto maior a energia de falha de empilhamento em um metal, maior a recuperação. Por outro lado, em metais com baixa energia de falha de empilhamento, a recuperação será menor (HUMPHREYS, 2004; PANIGRAHI, 2011; XIAO, 2009).

3.4.1 Recuperação Dinâmica

Eventos dinâmicos são aqueles em que ocorrem mudanças microestruturais durante a deformação. Os processos termomecânicos mais importantes são o encruamento, a recuperação dinâmica e a recristalização dinâmica. A difusão é ativada neste estágio de alta temperatura assim que as discordâncias são ativadas durante a deformação plástica. A microestrutura predominante da recuperação dinâmica é uma estrutura bem definida de grãos e sub-grãos. O nível de tensão depende dos parâmetros de temperatura, deformação e velocidade de deformação.

Os mecanismos de recuperação dinâmicos neutralizam o trabalho experimentado na deformação plástica durante a deformação. A forma das curvas de tensão-deformação indica os mecanismos de recuperação que estiveram ativos. Diagramas de tensão-deformação de testes mecânicos caracterizam-se por um aumento da força de deformação prossegue até um valor constante, como é mostrado na figura 5 e esta estabilidade é determinada pelo equilíbrio entre as gamas de acumulação de discordâncias do mecanismo de encruamento e redução de discordâncias por recuperação. As curvas de tensão-deformação características de metais que sofrem recuperação dinâmica e recristalização dinâmica distinguem-se pelo aumento de valores de tensão, até que eles atinjam um valor máximo, neste passo a nucleação de novos grãos durante o curso da deformação. A curva de tensão exibe um ponto máximo com uma queda subsequente para um estado de valores estacionários. O valor deste estado estável representa o equilíbrio entre o trabalho de endurecimento, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica (KUHLMANN, 1998).

FIGURA. 5 – Gráfico do encruamento por deformação, recuperação dinâmica e recristalização dinâmica. As setas do lado direito indicam como o parâmetro Zener-Hollomon muda nos três processos



Fonte: Adaptado de VERLINDEN, 2007.

A curva tensão-deformação da figura 6, mostra que a recuperação dinâmica começa com um aumento de tensão à medida que as discordâncias interagem e se multiplicam. No entanto, à medida que a densidade de discordâncias aumenta e, portanto, a força motriz, a taxa de recuperação também aumenta. Durante este período, uma microestrutura de contornos de grãos de baixo ângulo e sub-grãos é desenvolvida como na recuperação estática. Numa certa deformação, a taxa de encruamento por deformação e recuperação atinge um equilíbrio dinâmico, pois a densidade de discordâncias permanece constante e um valor constante de tensão é obtido, o que a diferencia da recuperação estática na qual o metal aumenta ductilidade (GAO, 2011; ZANG, 2009).

FIGURA. 6 - Curva tensão-deformação do processo de recuperação dinâmica detalhando os aspectos microestruturais



Fonte: Adaptado de VERLINDEN, 2007.

3.4.2 Recristalização Dinâmica

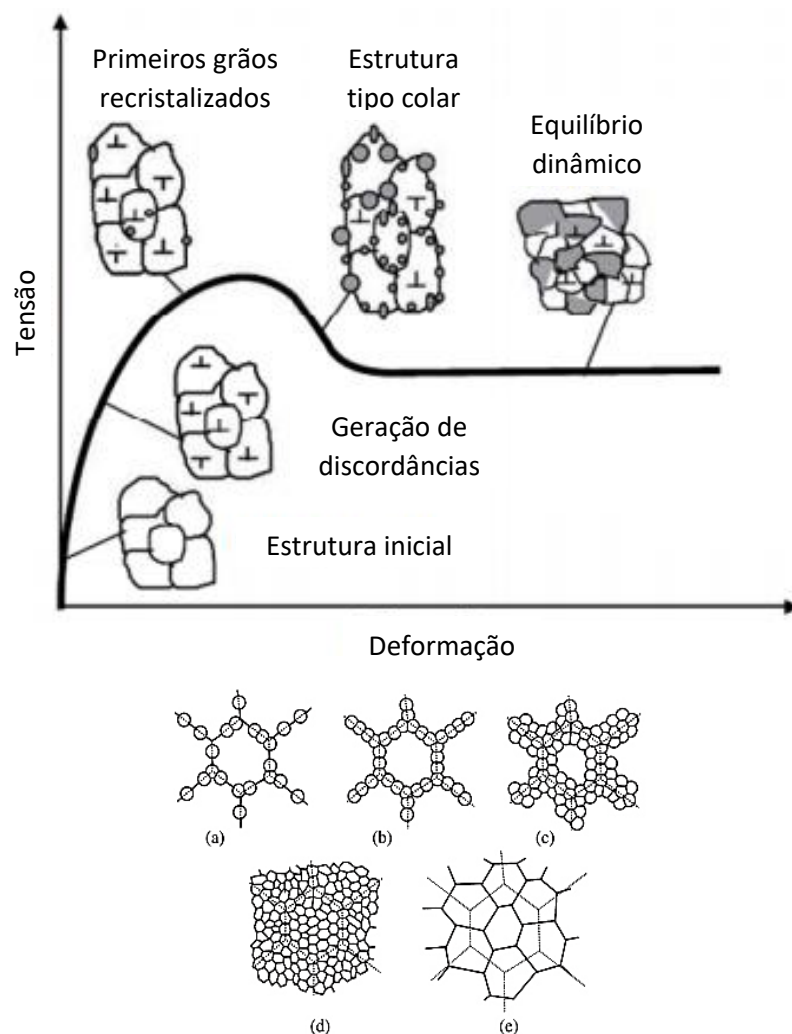
Em metais com baixa energia de falha de empilhamento, a recristalização dinâmica pode ocorrer após ou simultaneamente com a recuperação dinâmica. Embora uma estrutura fraca de sub-grãos seja formada durante o estágio inicial de deformação, a densidade de discordâncias continua aumentando à medida que a deformação prossegue até atingir o valor crítico. A alta densidade de discordâncias fornece a energia de deformação suficiente para que ocorra recristalização dinâmica. Os elementos que sofrem um alto grau de recristalização dinâmica em ordem decrescente são: Níquel, γ Ferro, Cobre e Prata.

Assim, em processos em que a recuperação é lenta, como aqueles com baixa ou média energia de falha de empilhamento, como cobre, níquel e ferro austenítico, a recristalização pode ser realizada quando uma condição de deformação crítica é alcançada. Uma explicação geral do que seria recristalização dinâmica é a seguinte: grãos novos originam-se nos contornos de grãos originais, mas à medida que o material continua a deformar, a densidade de discordâncias dos novos grãos aumenta, portanto a força motriz para o crescimento de grãos para, e os grãos

recristalizados acabam parando de crescer. Um fator adicional é a nucleação de grãos nos contornos de grãos de outros.

Como mostra a Figura 7 a curva típica de um material que passa por recristalização dinâmica geralmente exibe um pico amplo e o efeito de tamanhos menores de grãos com maior deformação é mais evidente em deformações relativamente pequenas. Isso se torna menos óbvio à medida que a deformação aumenta e cessa em alguma deformação crítica. Um tamanho inicial menor também reduz o tamanho de grão recristalizado devido a um potencial aumento nos locais de nucleação causado pelo aumento na área dos contornos dos grãos (KIM, 2007; SHANMUGASUNDARAM, 2006; PANIGRAHI, 2010).

FIGURA. 7 - Desenvolvimento da microestrutura durante a recristalização dinâmica (a) - (d) Tamanho de grão longo inicial, (e) tamanho de grão inicial pequeno

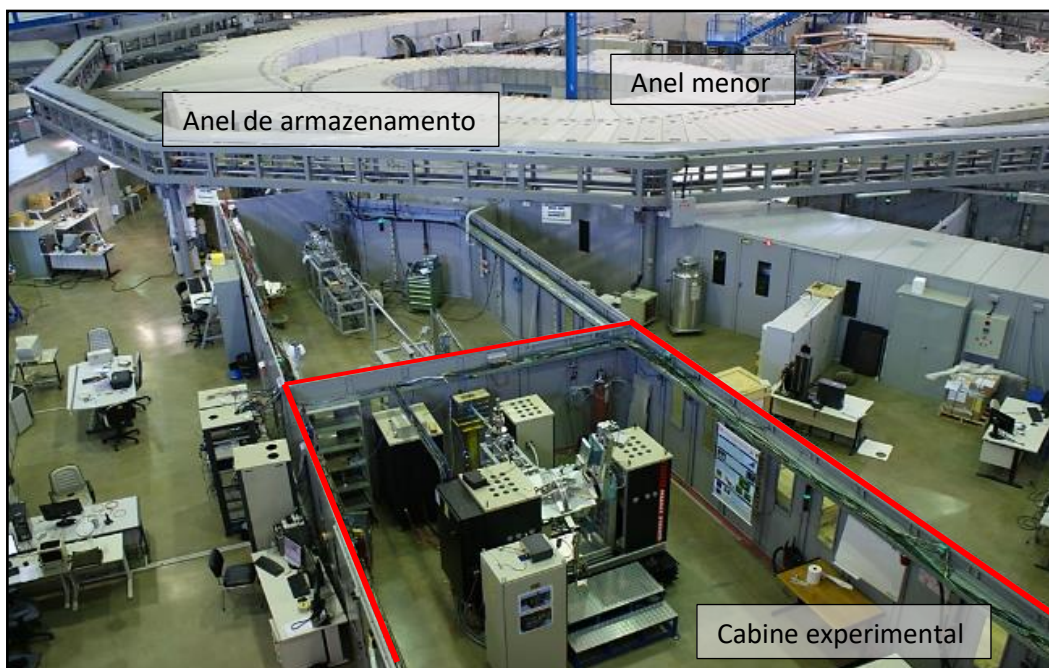


O tamanho de grão recristalizado é também dependente da temperatura. Em baixas temperaturas, grãos mais recristalizados são obtidos devido à menor mobilidade dos contornos de grão e conseqüentemente menor taxa de crescimento dos grãos recristalizados. Uma menor taxa de crescimento promove nucleação adicional durante a recristalização, o que conseqüentemente resulta em grãos recristalizados menores (ASM, Handbook v. 9, 2004).

3.5 ENSAIO MECÂNICO E DIFRAÇÃO DE RAIOS X – SÍNCROTON

No Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), em Campinas, está localizado o Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) mostrado na figura 8. Este consta de dois anéis para a geração de radiação síncrotron e cabines experimentais (linhas de luz) que permitem a medição simultânea de difração de raios X (DRX) enquanto estes são submetidas a condições termomecânicas controladas.

FIGURA. 8 - Laboratório nacional de luz síncrotron

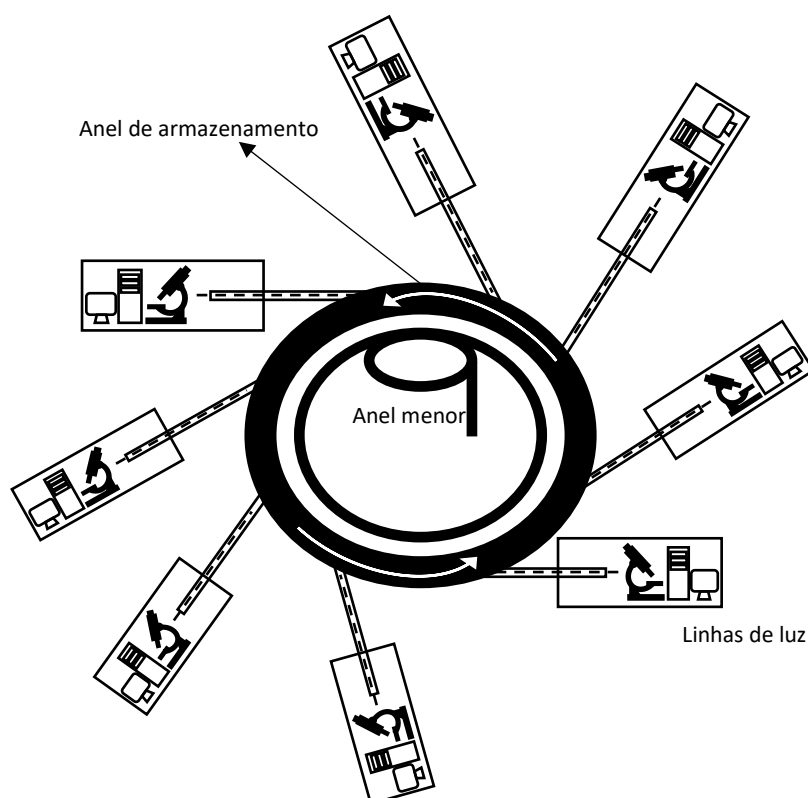


Fonte: A autora.

A figura 9 apresenta o esquema do LNLS onde os elétrons começam sua jornada em um acelerador linear e são conduzidos a um acelerador (anel menor) onde eles ganham velocidade e são inseridos no anel maior (anel de armazenamento) com cerca

de 30 m de diâmetro, onde circulam quase na velocidade da luz. Eles são mantidos girando no acelerador ao longo do dia, onde para ganhar e manter energia eles passam por tubulações com vácuo e campos de raio frequência, ao passar por ímãs ou magnetos especialmente desenvolvidos para mudar a trajetória dos elétrons. Estes são forçados a mudar o curso o que faz com que emitam uma luz de alto brilho (luz síncrotron) (CNPEM, 2017).

FIGURA. 9 - Esquema do laboratório nacional de luz síncrotron



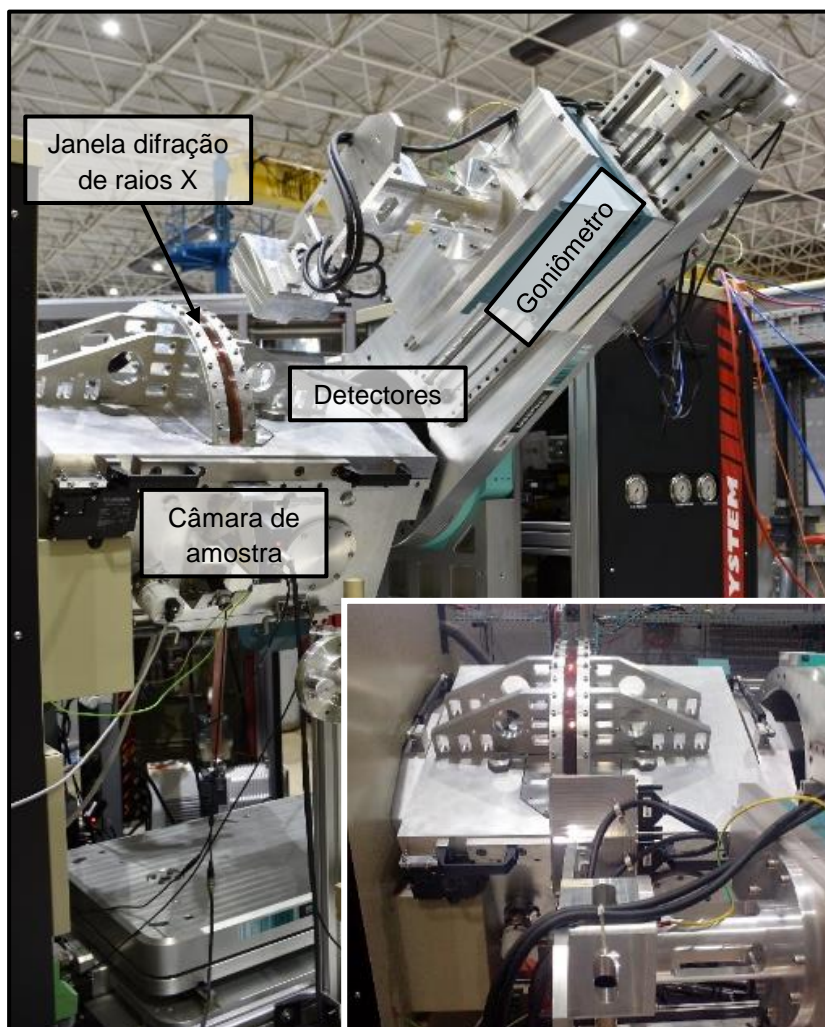
Fonte: A autora.

A luz síncrotron gerada pelos elétrons é direcionada para as cabines experimentais. A cabine experimental XTMS (X-Ray Diffraction and Thermomechanical Simulation) da figura 10, é dedicada ao estudo de materiais metálicos sob condições controláveis de temperatura e pressão/deformação. O feixe de raios X utilizado na estação precisa ser alinhado periodicamente e no momento esse processo envolve vários softwares.

Esta cabine permite que o material de interesse seja submetido a uma alta gama de condições termomecânicas com alta precisão; espectros de difração com tempo de aquisição entre cada espectro de ordem de alguns segundos. Os experimentos

são programados com instruções sequenciais e são sincronizados pelo software Syncsim. Nele o usuário define as etapas experimentais, onde os parâmetros térmicos, mecânicos e de aquisição de dados podem ser configurados de forma independente (ABREU, 2014).

FIGURA. 10 - Estação de difração de raios X e teste mecânico XTMS



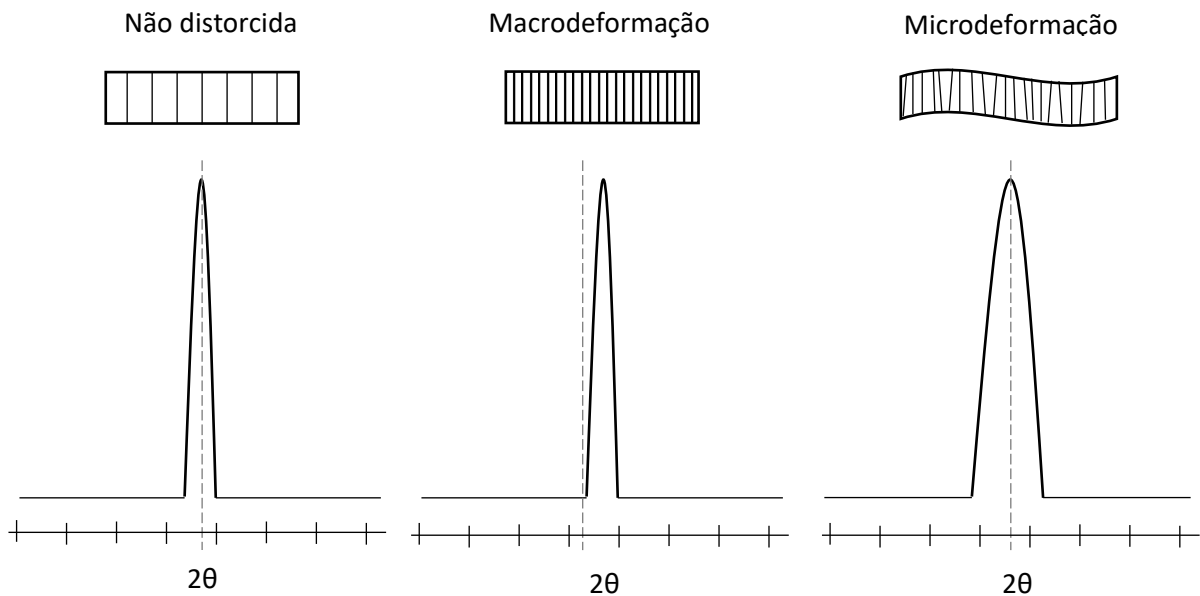
Fonte: A Autora.

3.5.1 DRX - Microdeformação e Tamanho do Cristalito

O perfil do pico de difração pode fornecer várias informações sobre o material. O tamanho do cristal e distorções de rede são os principais fatores que afetam a extinção do pico. O tamanho de grão é uma quantidade específica e as distorções de rede estão relacionadas com a distribuição dos espaçamentos interplanares, que pode

ser afetado pelos diferentes defeitos da rede, o efeito conhecido como microdeformação. Este é caracterizado por pequenas variações de deformação na rede. A figura 11 apresenta um esquema do efeito para um longo e curto alcance de deformação nos picos de difração $2\theta_0$ correspondente ao ângulo de Bragg para uma rede não distorcida, uma rede com macro deformação e outra com microdeformação.

FIGURA. 11 - Esquema do efeito nos picos de difração com respeito a deformação



Fonte: Adaptado de KRIVOGLAZ, 1969; UNGÁR, 2004.

Entre os elementos microestruturais que causam microdeformação estão discordâncias, falhas de empilhamento, maclação, contornos de grão, contornos de subgrão, heterogeneidade química, defeitos pontuais, precipitados e inclusões. Estes também causam distorções nos picos de difração, assimetria de pico, alargamento de pico anisotrópico e mudanças na forma do pico. A Tabela 2 mostra o efeito de vários elementos da microestrutura nos picos de difração (KRIVOGLAZ, 1969; UNGÁR, 2004).

TABELA 2 - Comportamento dos picos de difração com respeito a vários elementos da microestrutura

Fontes de deformação	Aberrações máximas				
	Mudança do pico	Alargamento do pico	Assimetria do pico	Alargamento do pico anisotrópico	Forma do pico
Discordâncias		X	X	X	X
Falha de empilhamento	X	X	X	X	X
Maclagem	X	X	X	X	X
Microtensões		X			
Contornos de grão	X	X			
Subgrãos	X	X			
Tensão interna	X				
Heterogeneidades químicas	X	X	X		
Defeitos pontuais					X
Precipitados e inclusões			X		X

Fonte: Adaptado de KRIVOGLAZ, 1969; UNGÁR, 2004.

A largura total a meia altura dos picos de difração é causada pelo tamanho de cristalito pequeno e microdeformação nas amostras muito deformadas. A microdeformação reflete a evolução da microestrutura e a alta densidade de defeitos de rede (principalmente densidade de discordâncias) causada pela deformação plástica. O tamanho médio do cristalito e a microdeformação podem ser calculadas por diferentes métodos a partir do alargamento da linha de difração de raios X (UNGAR, 1998).

As revisão anterior abarca os temas mais sobresalientes, que permitem compreender o comportamento mecânico dos metais estudados. A metodologia usada e os resultados obtidos descreve-se nas seções seguintes, onde se complementam com a avaliação das propriedades mecânicas.

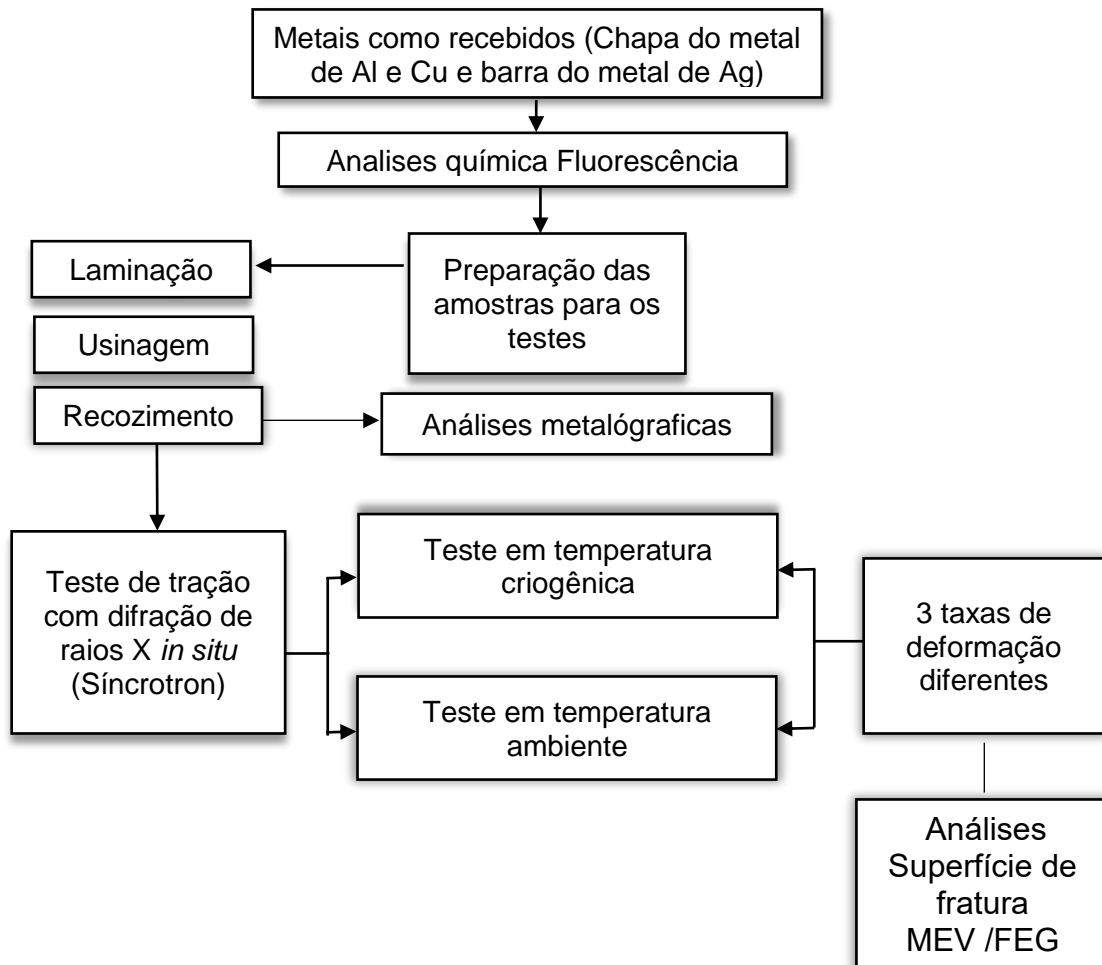
4. METODOLOGIA

Este capítulo descreve os materiais e técnicas experimentais usados durante a realização do trabalho. A etapa inicial apresenta o estado de entrega dos metais correspondentes ao alumínio, cobre e prata, logo apresenta-se as técnicas utilizadas para a avaliação dos fatores que influem nas propriedades mecânicas.

4.1 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental executado para o teste de tração com difração de raios X *in situ* (Síncrotron) e as análises da superfície de fratura são mostrados na Figura 12.

FIGURA. 12 - Esquema organizacional do procedimento experimental



4.2 MATERIAL DE ESTUDO

Os materiais utilizados no presente estudo foram o cobre, alumínio e prata comercialmente disponíveis. A tabela 3 apresenta as análises químicas na UTFPR o equipamento utilizado foi um espectrômetro de emissão ótica, marca Shimadzu, modelo PDA 7000. A partir do estado de recebimento a prata foi cortada e laminada utilizando-se o laminador de laboratório Fenn, com diâmetro dos cilindros de 108mm para obtenção de uma chapa nas espessuras dos demais materiais em estudo. Os corpos de prova de todos os materiais foram produzidos com dimensões de 35 mm de comprimento, 8 mm de largura e 1,5 mm de espessura, conforme mostrado na figura 13 e posteriormente foram submetidos a recozimento. A tabela 4 apresenta os parâmetros anteriormente mencionados.

TABELA 3 - Composição química dos materiais de estudo. Composição em massa(%)

Material	Al	Cu	Ag	Si	Fe	Zn	Cr	Ca
Alumínio	97,136	-	-	2,378	0,463	0,024	-	-
Cobre	-	98,498	-	1,227	-	-	-	0,274
Prata	-	0,165	98,690	0,243	0,476	-	0,426	-

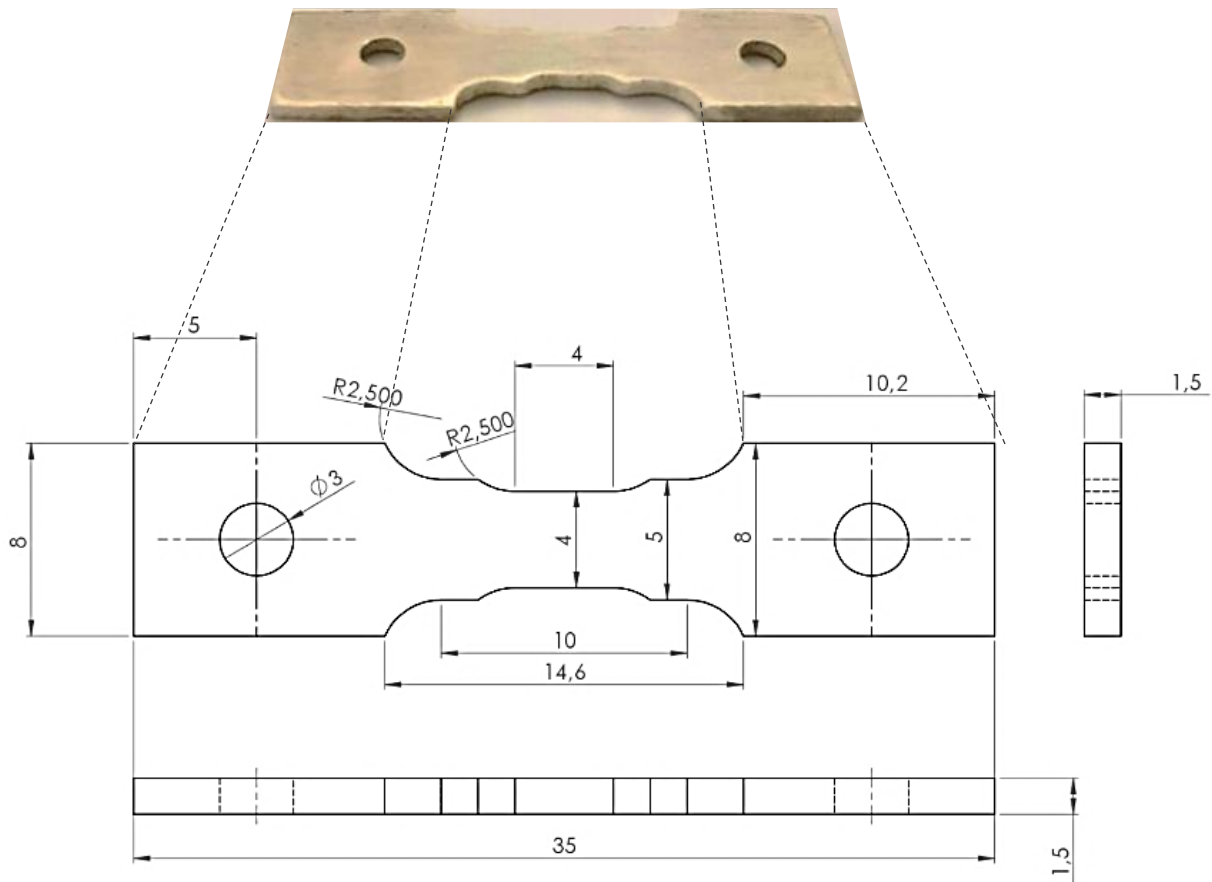
Nota: Al: Alumínio, Cu: Cobre, Ag: Prata, Si: Silício, Fe: Ferro, Zn: Zinco, Cr: Crômio, Ca: Cálcio.
Fonte: A autora.

TABELA 4 - Parâmetros do material de partida

Metal	Material de partida		Recozido	
	Espessura chapa	Barra seção quadrada	Temperatura	Tempo
Alumínio	1,56 mm	-	345°C	15 min
Cobre	1,73 mm	-	345°C	15 min
Prata	-	30 mm	400°C	15 min

Fonte: A autora.

FIGURA. 13 - Dimensões e forma do corpo de prova adaptado



Fonte: A autora.

4.2.1 Análise Microestrutural

A caracterização microestrutural foi feita nas cabeças das amostras de alumínio e cobre. Estas foram submetidas ao processo de desbaste superficial mediante o uso de lixa de 100, 220, 320, 400, 600 e 1500 mesh e posteriormente polidas no sistema de eletro-polimento modelo Eletromet 4, da Buehler. A Tabela 5 apresenta a composição dos eletrólitos utilizados no polimento eletrolítico.

TABELA 5 - Dados para a preparação e aplicação do eletro-polimento

Amostra	Proporções da solução	Tempo (s)	Carga do teste (volt)	Amperes
Alumínio	800 ml de Etanol 60 ml de Ácido Perclórico (HClO ₄) 140 ml de água deionizada.	30	25	1,3
Cobre	250 ml de Etanol 250 ml de ácido Fosfórico (H ₃ PO ₄) 500 ml de água deionizada.	20	90	2,4

Fonte: Adaptada de ASM, 2004.

A preparação e aplicação do ataque químico foram baseados na informação apresentada na tabela 6.

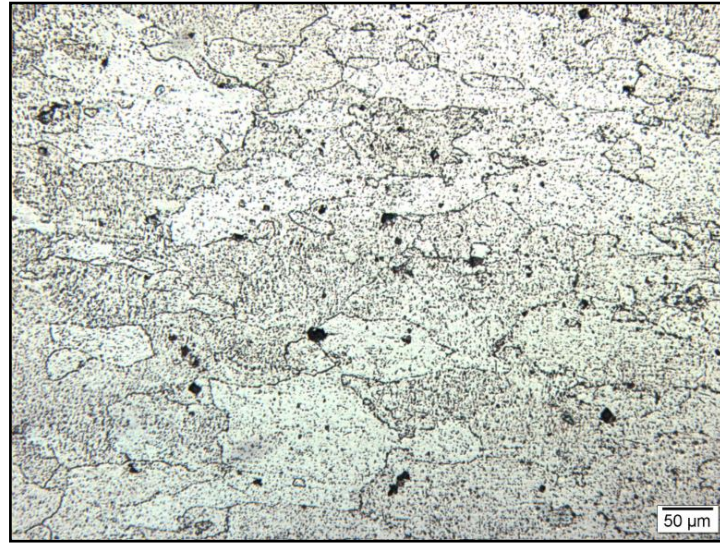
TABELA 6 - Dados para a preparação e aplicação do ataque químico.

Amostra	Proporções da solução	Tempo de imersão
Alumínio	4 ml de ácido fluorídrico (HF-40%) 15 ml de ácido Clorídrico (HCl) 90 ml água destilada.	20s.
Cobre	5 g de Cloreto Férrico (FeCl ₃) 50 ml de ácido Clorídrico (HCl) 100 ml de água destilada.	15s.

Fonte: Adaptada de ASM, 2004.

Para um exame prévio da microestrutura e morfologia das amostras foi utilizado o microscópio metalográfico. A figura 14 mostra a micrografia do alumínio onde pode-se apreciar uma estrutura monofásica de alumínio com uma distribuição irregular do tamanho de grão, observando-se frequentemente algumas inclusões dispersas na matriz metálica. Estas inclusões podem ser associadas com impurezas como silício, ferro e zinco, que foram detectadas pela análise química.

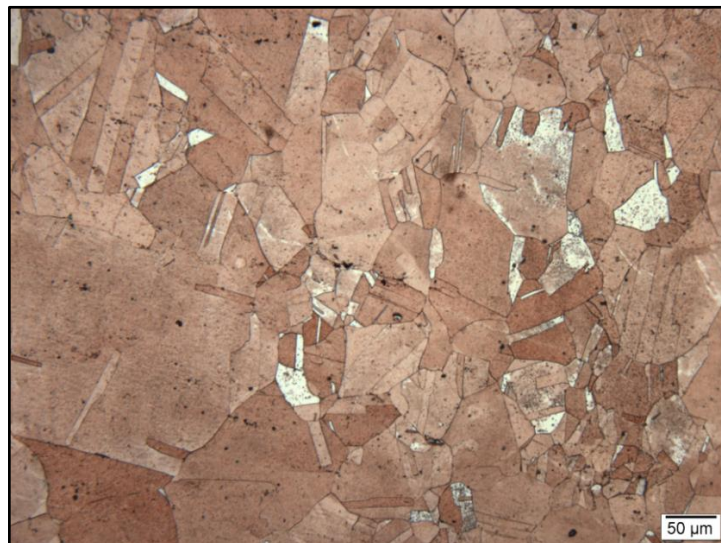
FIGURA. 14 - Microestrutura de Alumínio recozido. Tomada mediante microscopia óptica



Fonte: A autora.

A Figura 15 apresenta a microestrutura do cobre, com grãos equiaxiais grandes com algumas maclas de recozimento. Esta microestrutura é típica do cobre recozido. Durante o recozimento o crescimento dos grãos de cobre é menos pronunciado que no alumínio. Isto poderia ser atribuído ao aparecimento das maclas de recozimento no cobre, porque elas limitam o crescimento de grãos.

FIGURA. 15 - Microestrutura do Cobre recozido. Tomada mediante microscopia óptica



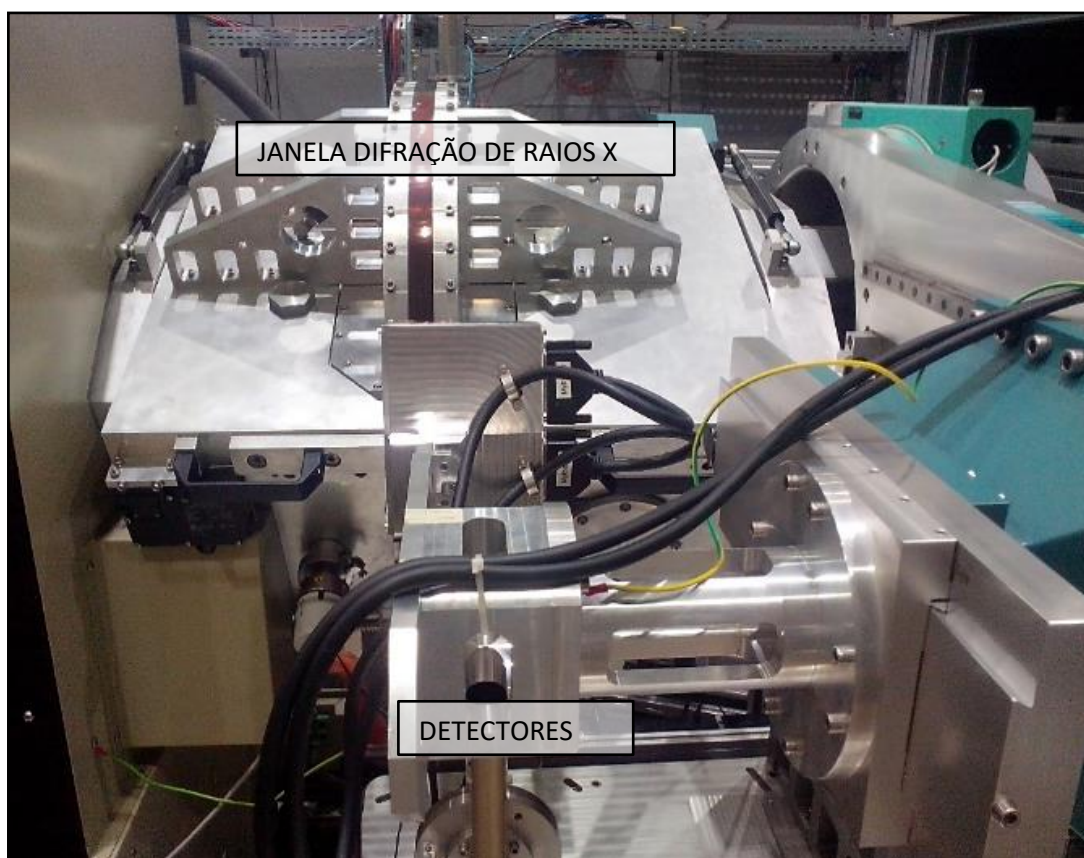
Fonte: A autora.

4.2.2 Ensaio Mecânico e Difração de Raios X in situ – linha XTMS

No presente trabalho utilizou-se o simulador termomecânico da linha XTMS (Gleeble 3S50[®]) que permite a realização de testes termomecânicos ocorrendo simultaneamente com a difração de raios X. Isto possibilita o entendimento dos mecanismos de deformação e evolução microestrutural nas diferentes condições de temperatura e taxa de deformação. A utilização da fonte Síncrotron permite um maior paralelismo do feixe e maior intensidade dos picos de difração, permitindo a obtenção de dados mais confiáveis. (ABREU, 2014., CNPEM, 2017).

A figura 17 mostra a câmara da Gleeble 3S50[®]. A janela de DRX da câmara foi desenhada para que o feixe incidente possa alcançar a amostra. O goniômetro de alta resolução está montado ao redor do simulador, permitindo o posicionamento do detector no ângulo desejado com respeito do feixe incidente na superfície da amostra.

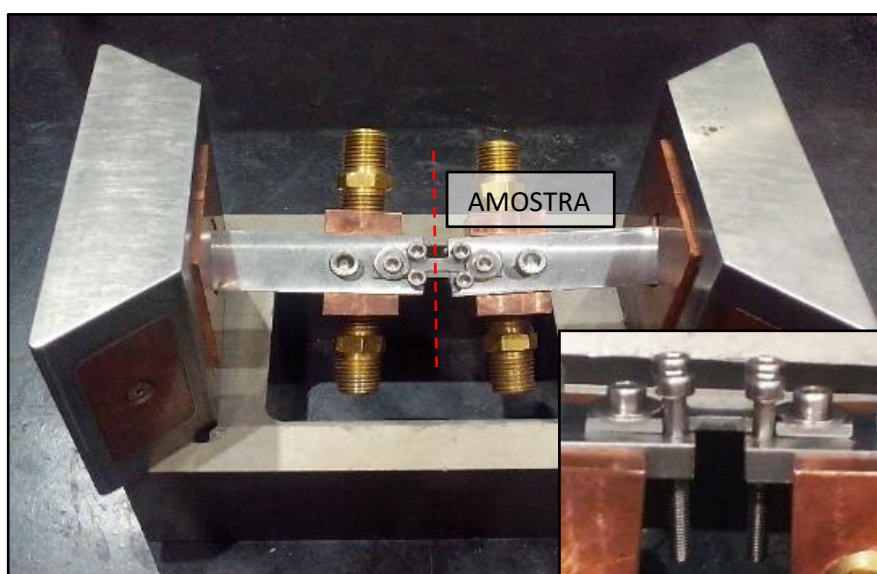
FIGURA. 16 - Câmara da Gleeble 3S50[®]



Fonte: A autora.

Durante o ensaio, são medidas as forças e a deformação correspondentes até a ruptura do corpo de prova. Para o teste no simulador termomecânico Gleeble 3S50 em temperatura criogênica, os corpos de prova devem ser reprojitados. Como mostra a Figura 18 foi desenvolvido um suporte para adaptar às amostras as garras do Gleeble 3S50 para a realização de testes em baixas temperaturas. As garras de aço adicionadas podem controlar a deformação na área central das amostras que são pequenas.

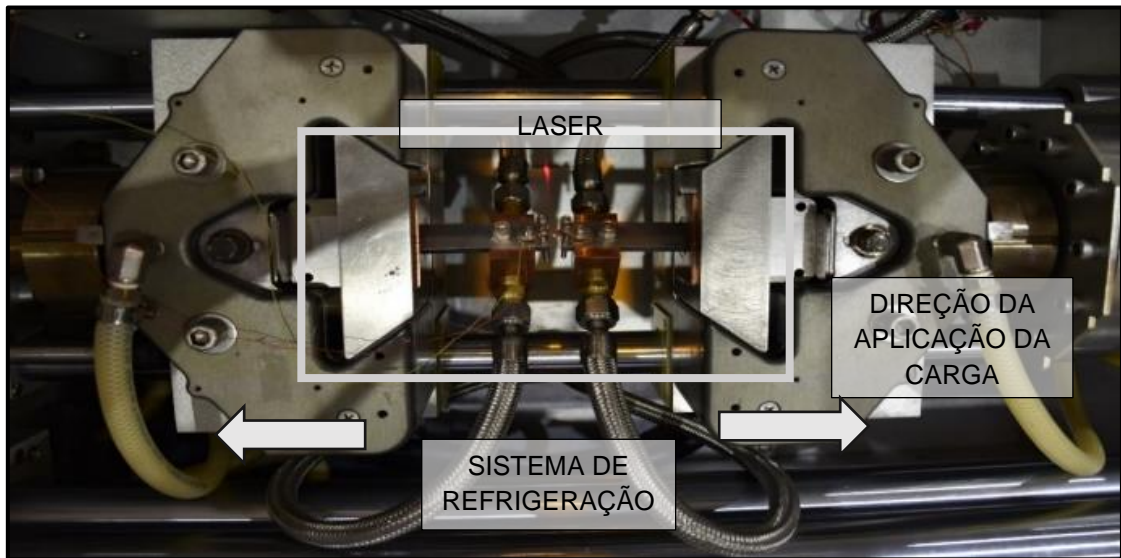
FIGURA. 17 - Conjunto de suportes adaptados as corpos de prova para utilização na linha XTMS



Fonte: A autora.

Como se mostra na Figura 19, os suportes adaptados são fixados nas garras de uma máquina de ensaio para assegurar que o feixe de raios X não mude na aplicação de esforços crescentes na sua direção axial. O sistema contempla um sistema de resfriamento com nitrogênio líquido, com taxas de resfriamento de até -150°C/s , e também permite um ajuste da temperatura sub uma atmosfera controlada, o sistema de refrigeração evita diminuir o vácuo obtendo uma maior qualidade de dados de raios X a temperatura criogênica. A resolução dos termopares é dependente dos termopares utilizados e são próximas de $0,2^{\circ}\text{C}$.

FIGURA. 18 - Suporte das amostras (montagem experimental)

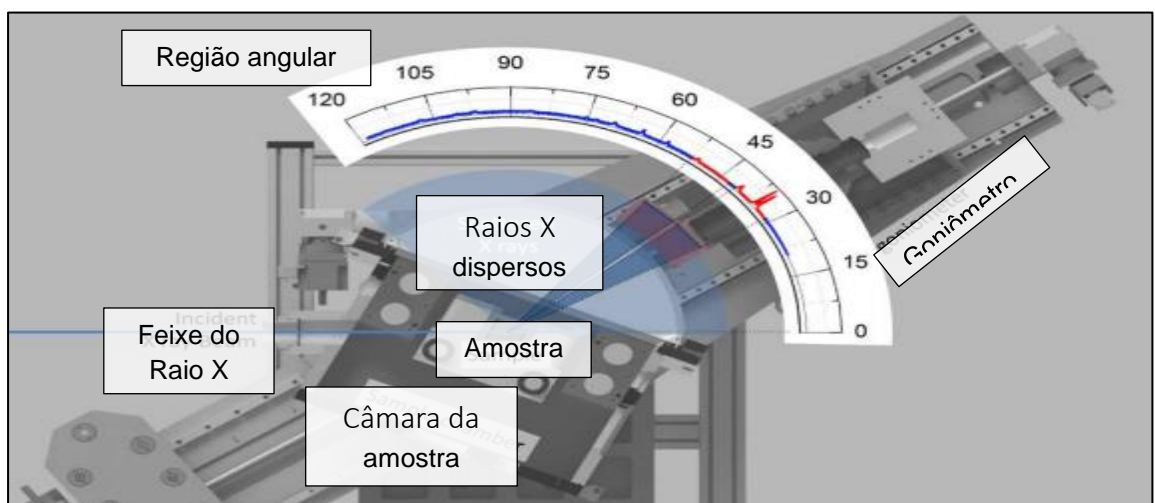


Fonte: A autora.

4.2.2.1 Parâmetros e condições

Neste trabalho as medidas de difração foram realizadas usando dois detectores posicionados a 365 mm de distância da amostra, com ângulos de difração para valores de 2θ de 23 a 48 ° com tempos de aquisição em intervalos de detecção de 3 segundos como mostra a Figura 20. Os parâmetros utilizados para o ensaio são apresentados na Tabela 7.

FIGURA. 19 - Detectores e ângulos de difração.



Fonte: A autora.

TABELA 7 - Parâmetros para ensaio na linha XRD1

Parâmetros	Dados
Faixa de energia	12 KeV
Comprimento de onda	1,0332 Å
Ângulo de difração para valores de 2θ	23 ° a 48°
Taxas de deformação	1x10 ⁻³ , 5x10 ⁻⁴ e 2x10 ⁻⁴
Temperaturas aproximadas	298K (TA) e 78K (TC)

Fonte: A autora.

O ajuste dos picos foi realizado por meio de uma função gaussiana usando o software IgorPro[®]. Durante os experimentos a superfície de difração é afetada pelas mudanças nas dimensões da amostra, dependendo da temperatura e a tensão. A posição dos picos de difração é corrigido tendo em conta a mudança homogênea ao longo da seção transversal da amostra (equação 1).

$$\Delta(2\theta) = \text{Tan}^{-1}\left(\left(\varepsilon\right)\left(\frac{t}{g}\right)\left(\frac{\sin(2\theta_{obs})}{\sin(w)}\right)\right) \quad (1)$$

$\Delta(2\theta)$: Posição do ângulo corrigido

ε : Deformação da amostra

t: Espessura da amostra

g: Distância entre o centro do detector e a região irradiada da amostra.

2θ_{obs}: Ângulo observado.

W: Ângulo do feixe incidente.

O fator da temperatura não foi considerado porque esta permanece constante durante todo o teste. A temperatura é controlada por termopares fixos na amostra, resultando em deformação induzida pela variação de temperatura praticamente nula. Deste modo se pode calcular a microdeformação pela fórmula de Stokes e Wilson, de acordo com a Equação 2. Onde: β é a largura à meia altura dos picos de difração, corrigidos pelo fator instrumental, e θ é o ângulo de difração.

$$\varepsilon = \beta/4 \tan \theta \text{ (rad)} \quad (2)$$

O tamanho de cristalito é estimado pela equação 3 de Scherrer com análises de perfis; o fator instrumental foi determinado analiticamente com base em medidas realizadas com padrões de ítria (Y_2O_3) de elevada pureza (HOYOS, 2018).

$$D = 0,94\lambda/\beta \cos \theta \quad (3)$$

A densidade de discordâncias pode-se avaliar em base ao tamanho médio de cristalito (d) e a microdeformação $(\varepsilon^2)^{1/2}$, por meio da equação 4, sendo b o valor absoluto do vetor de Burgers (GONG, 2013).

$$\rho = \frac{2\sqrt{3} (\varepsilon^2)^{1/2}}{d_{XRD} b} \quad (4)$$

Para obter as curvas de tensão e deformação verdadeiras, na região de plasticidade uniforme, até o ponto de carga máxima, são utilizadas as seguintes equações 5 e 6, onde σ_i é a tensão de engenharia e ε_i a deformação de engenharia.

$$\sigma_v = \sigma_i (1 + \varepsilon_i) \quad (5)$$

$$\varepsilon_v = \ln (1 + \varepsilon_i) \quad (6)$$

A taxa de encruamento Θ é a inclinação da curva tensão-deformação e pode ser definida pela equação 7 onde σ é a tensão verdadeira e ε a deformação verdadeira.

$$\Theta = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right)_\varepsilon \leq \sigma \quad (7)$$

O parâmetro Zener – Hollomon Z é geralmente usado para representar os efeitos combinados da taxa de deformação e a temperatura de deformação pela seguinte equação 8, onde Q é a energia de ativação para deformação relacionada para deformação, R é o constante dos gases ideais.

$$\ln Z = \ln \dot{\varepsilon} + \frac{Q}{RT} \quad (8)$$

4.2.3 Análises Fractográfica

A análise da superfície de fratura da seção transversal da zona de fratura dos corpos de prova testados em temperaturas ambiente e criogênica, foi feita por meio do microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV-FEG do inglês, Field Emission Gun), modelo MIRA3, da TESCAN®, instalado no Complexo de Laboratórios Multiusuário da UEPG (CLABMU). O objetivo das análises consiste em obter imagens de alta resolução dos rasgos das superfícies de fratura, onde a partir destas é possível calcular a redução percentual de área utilizando o software Image J. O cálculo da redução de área é feito pela equação 9, que depende da área inicial (A_0) da seção transversal do corpo de prova na área útil e a área de fratura (A_f).

$$\%RA = \frac{A_0 - A_f}{A_0} \times 100 \quad (9)$$

As ferramentas experimentais realizadas permitiram estudar o comportamento mecânico de metais CFC sub deformação criogênica. Os resultados obtidos apresentam a resposta mecânica dos metais avaliados.

5. RESULTADOS

A seguir são apresentados os resultados obtidos dos testes para os metais alumínio, cobre e prata em temperatura ambiente e criogênica para diversas taxas de deformação. São avaliadas a influência da temperatura de deformação, taxa de deformação e energia de falha de empilhamento nas propriedades mecânicas de cada material.

5.1 RESULTADOS DAS AMOSTRAS DE ALUMÍNIO (Al)

5.1.1 Efeito da Temperatura e Taxa de Deformação nas Propriedades Mecânicas

As figuras 20 e 21 apresentam as curvas de tensão-deformação de engenharia e verdadeiras para os testes de tração das amostras de alumínio com taxas de deformação $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. Em ambas as temperaturas, a resistência mecânica e ductilidade aumentaram com o aumento da taxa de deformação. Para cada taxa de deformação, a diminuição da temperatura de deformação aumentou simultaneamente a ductilidade e a resistência mecânica.

FIGURA. 20 - Curvas tensão – deformação do alumínio a 298K

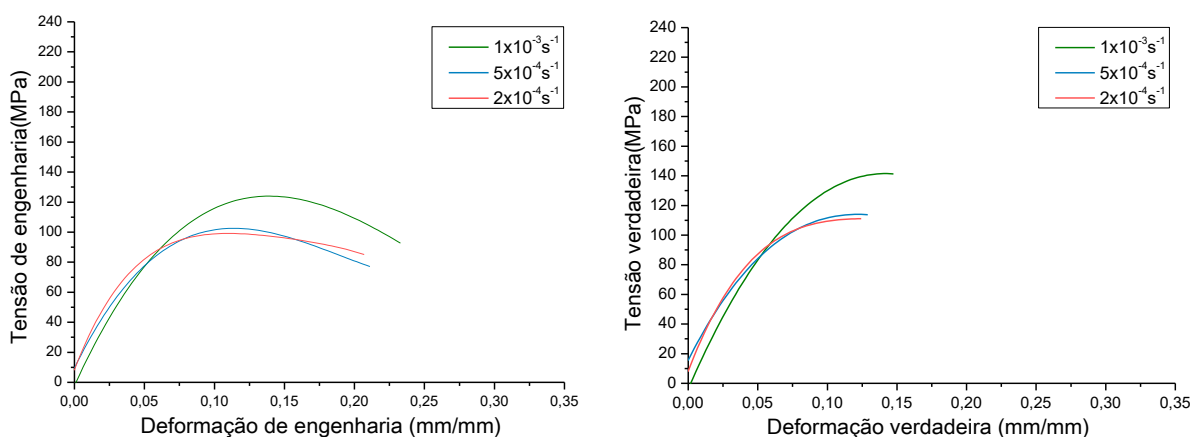
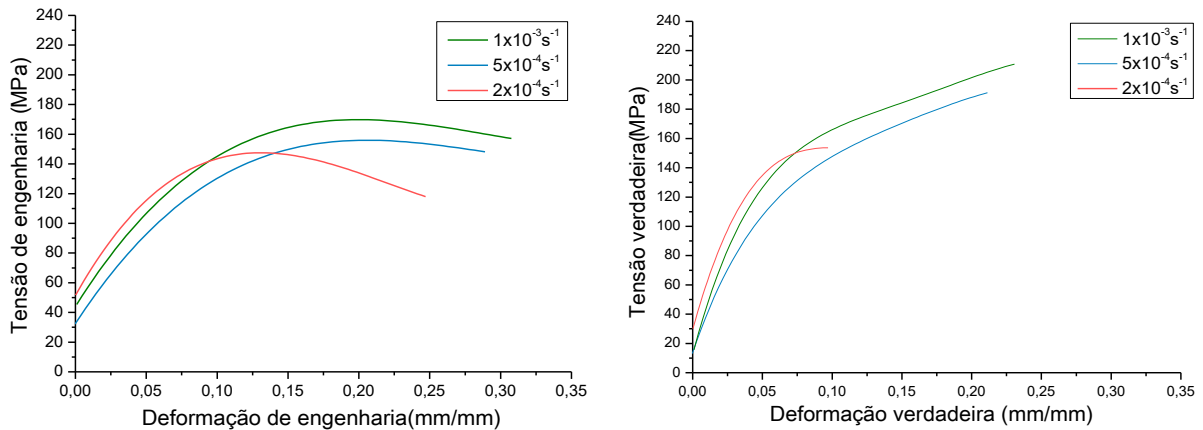


FIGURA. 21 - Curvas tensão – deformação do alumínio a 78K



As propriedades mecânicas são resumidas na tabela 8. Observa-se que a redução da temperatura de deformação provocou um aumento simultâneo σ_y , σ_u , ϵ_t e ϵ_u , em toda a faixa de taxas de deformação utilizada. O limite de resistência aumentou 33%, 39% e 37% nas taxas de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ respectivamente. O alongamento uniforme aumentou de 37%, 35% e 27% com a diminuição da temperatura de deformação respectivamente para as mesmas taxas de deformação. Em temperatura ambiente, o expoente de encruamento (n) aumentou ligeiramente com a diminuição da taxa de deformação. Porém, o expoente de encruamento aumentou com a diminuição da temperatura de deformação, sendo maior na taxa de deformação mais alta. Este parâmetro avalia a sensibilidade do material ao encruamento medido na região plástica das curvas tensão-deformação verdadeiras (YANG, 2010).

TABELA 8 – Propriedades mecânicas do alumínio obtidas do teste termomecânico nas diferentes condições

$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	T° ($^\circ\text{K}$)	σ_Y (MPa)	ϵ_t (%)	n	σ_u (MPa)	Aumento σ_u (%)	ϵ_u (%)	Aumento ϵ_u (%)
1×10^{-3}	78	97,7	0,31	0,41	173,1	33,6	0,22	37,5
	298	84,9	0,23	0,22	129,5		0,16	
5×10^{-4}	78	82,0	0,28	0,36	151,9	39,4	0,19	35,7
	298	76,2	0,22	0,23	108,9		0,14	
2×10^{-4}	78	78,0	0,23	0,28	145,8	37,0	0,14	27,3
	298	64,6	0,21	0,26	106,4		0,11	

Nota: σ_Y : Limite de escoamento; ϵ_t : Alongamento total; n : Expoente de encruamento; σ_u : Limite de resistência à tração; ϵ_u : Alongamento uniforme.

As taxas de encruamento (primeira derivada das curvas de tensão-deformação verdadeiras) são apresentadas nas figuras 22 e 23, para as taxas de deformação $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. A taxa de encruamento é afetada pela temperatura. Observou-se que a taxa de encruamento diminui mais rapidamente para as amostras deformadas em temperatura ambiente do que em temperatura criogênica. Isto resulta numa diminuição do alongamento uniforme (interseção das curvas) para as amostras deformadas em temperatura ambiente. As amostras deformadas em temperatura ambiente, a maior inclinação da taxa de encruamento no ponto de interseção sugere uma maior recuperação dinâmica (DANIELLE, 2017).

FIGURA. 22 - Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras do alumínio a 298K

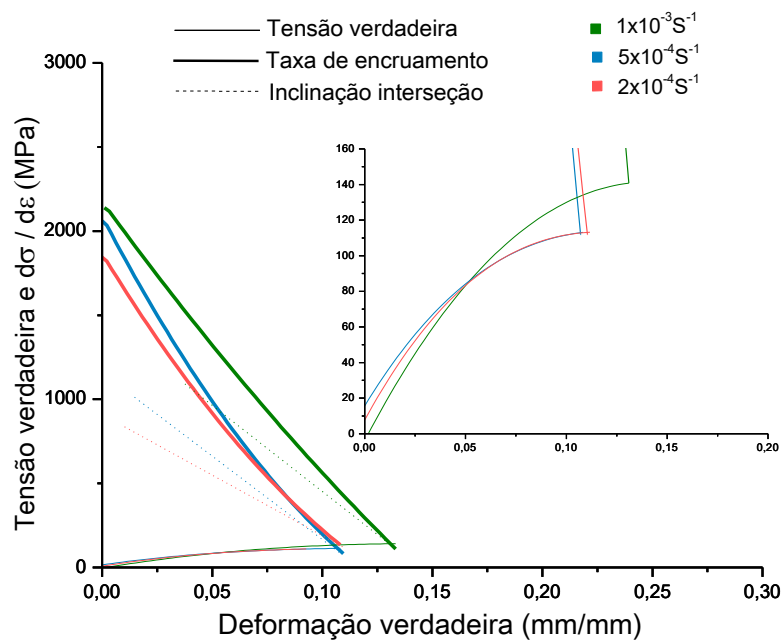
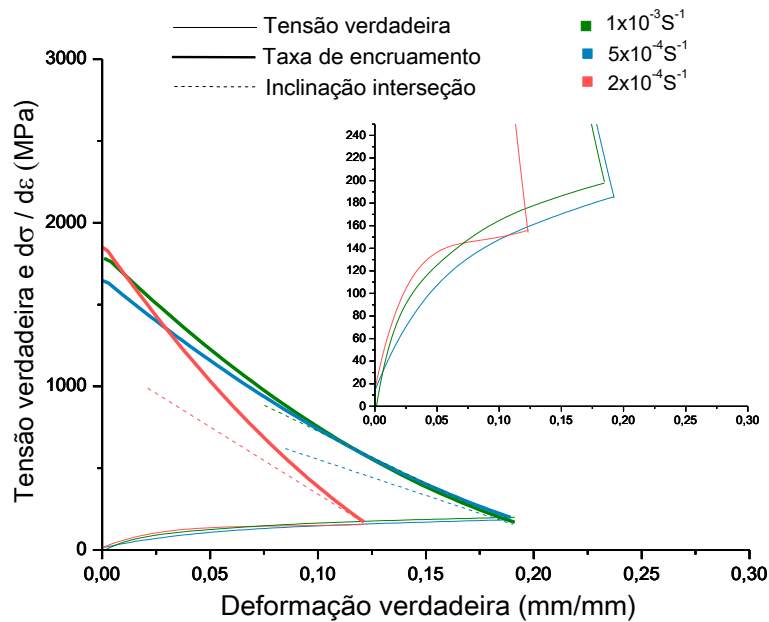


FIGURA. 23 - Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras do alumínio a 78K



5.1.2 Difração de Raios X *in situ*

A figura 24 apresenta os mapas de difração testados em temperatura ambiente e criogênica. Cada mapa é analisado com ângulos de difração para valores de 23° a 33° e 34° a 44° cada 3 segundos, por tanto só foram analisados os picos (111), (200) e (220). Nestes mapas, a intensidade crescente de difração é indicada pela sequência de cores: azul, verde, amarelo, laranja e vermelho. Assim, cor azul indica baixa intensidade dos perfis de difração, enquanto que a cor vermelha representa elevadas intensidades atingidas pelos perfis. Em geral, o pico do plano (111) apresenta os menores valores de intensidade e largura. Isto pode ser melhor observado figura 26. Esta figura mostra os difractogramas obtidos dos planos (111), (200) e (220) para valores de deformação referentes ao inicial, ao limite de resistência à tração e á alongamento total na taxa de deformação mais rápida a temperatura ambiente e criogênica.

Nota-se que há diferenças entre as interações e posições dos picos, as mudanças de intensidade em cada plano cristalográfico são indicadores qualitativos de textura. Na figura 25, nota-se que as amostras deformadas apresentam o pico do plano (220) mais intenso do que o (111), bem como o pico referente ao plano (200) torne-se mais pronunciado.

FIGURA. 24 - Perfis de difração de raios X em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita)

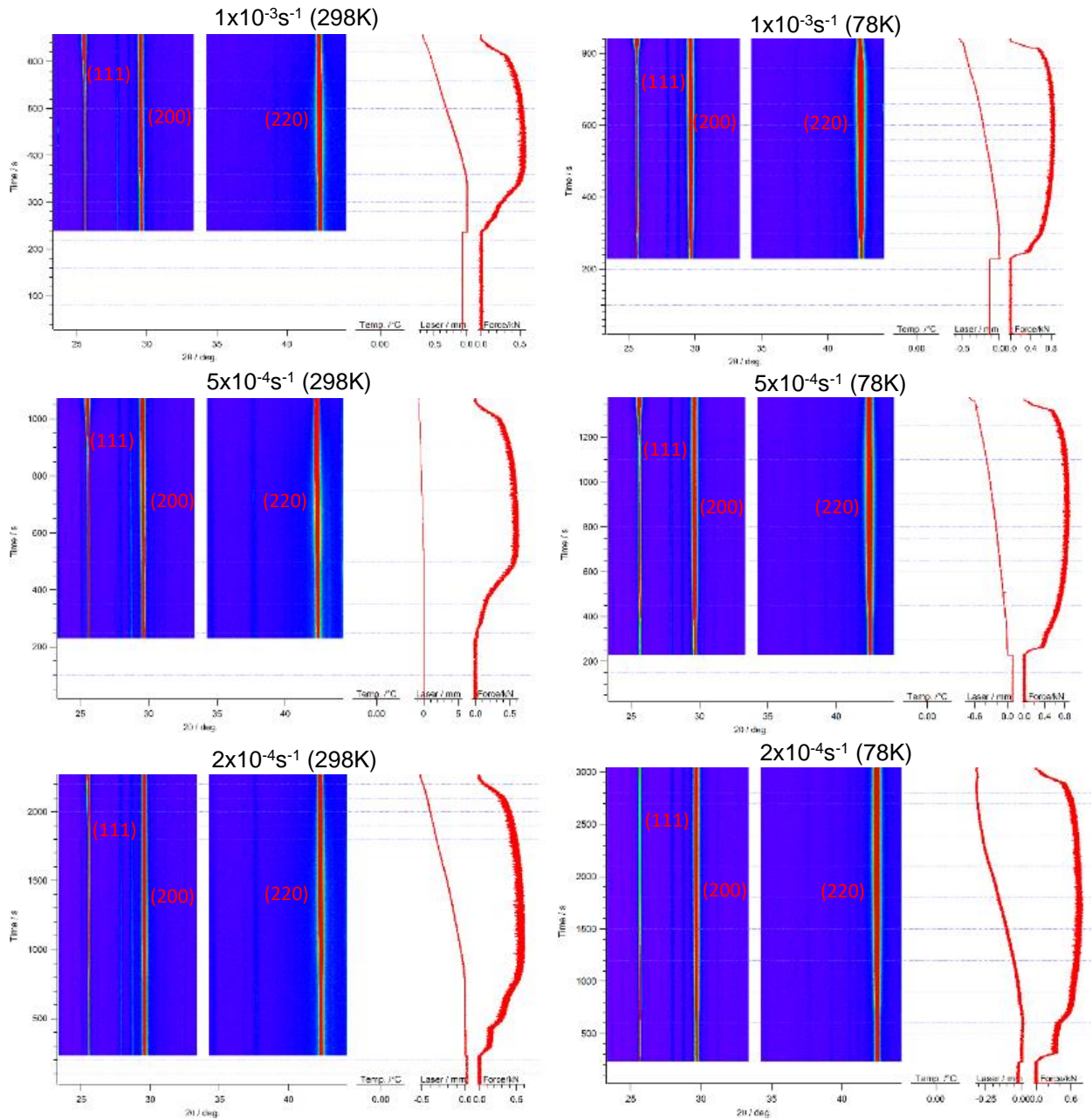
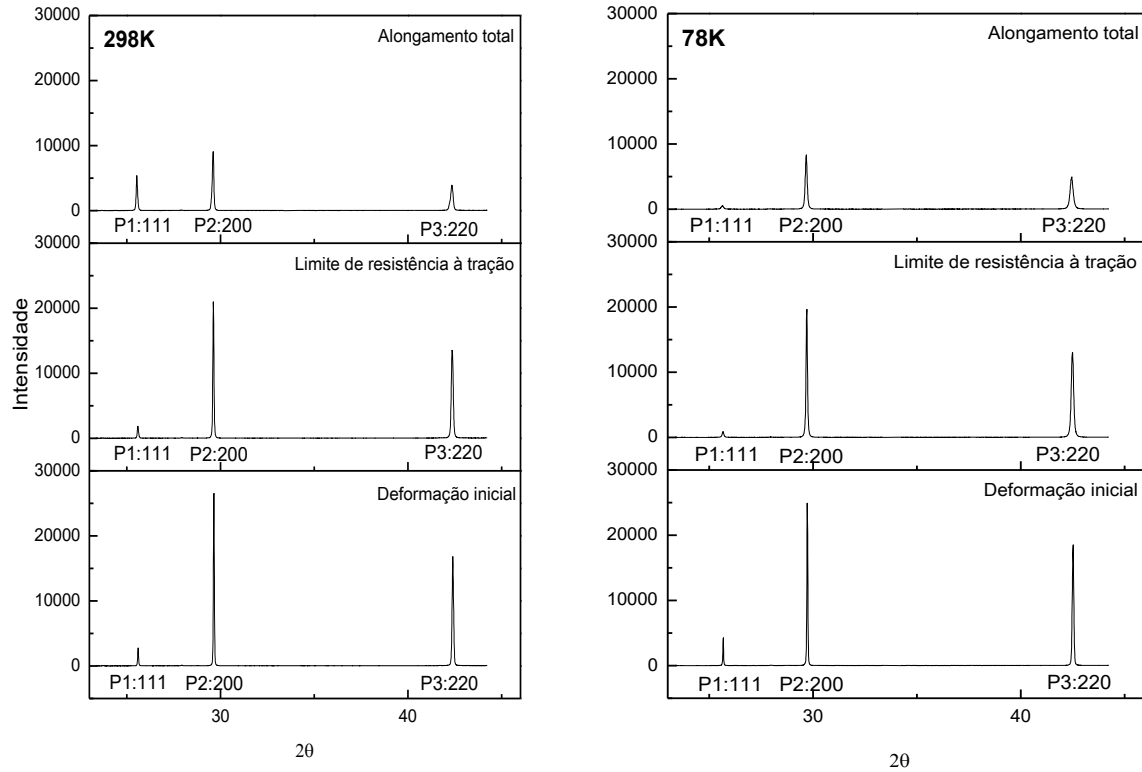


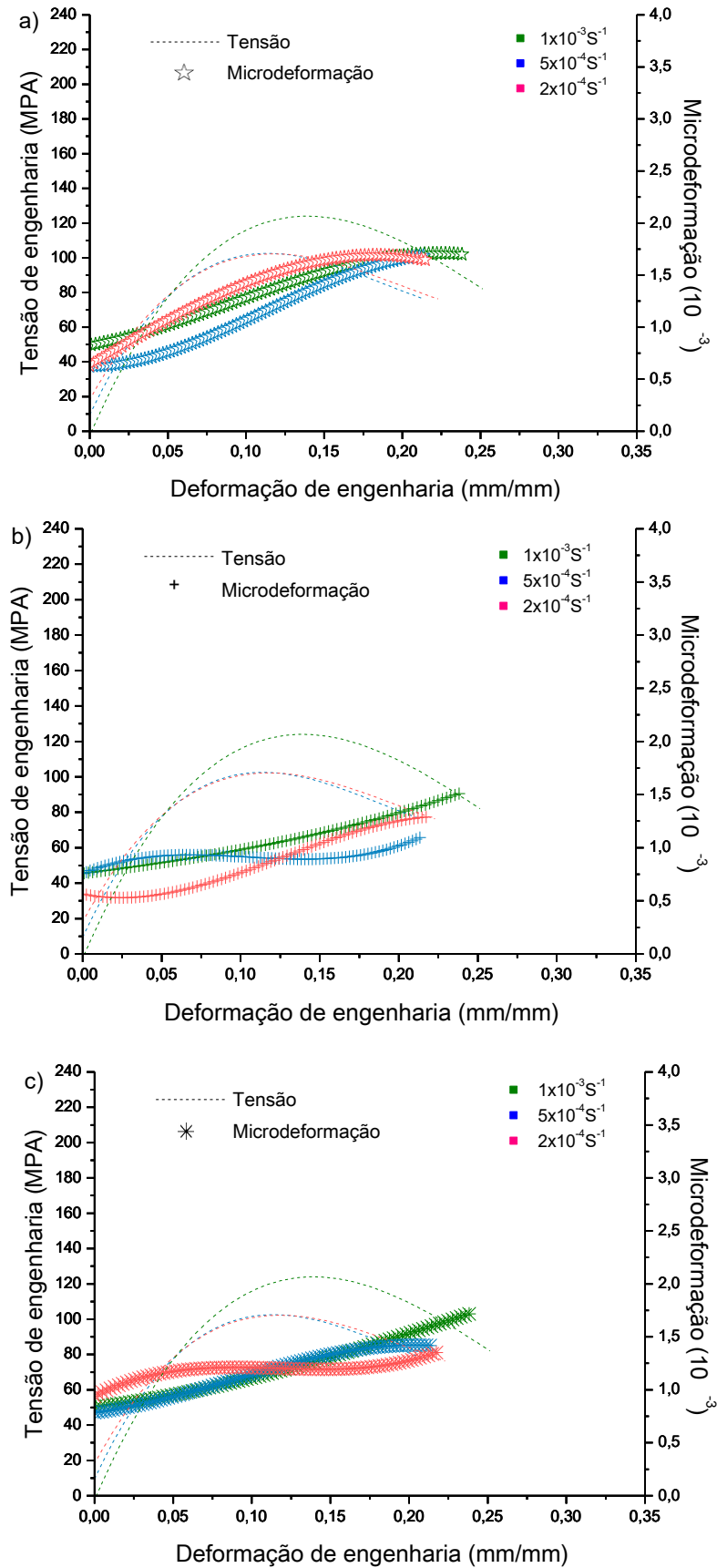
FIGURA. 25 - Perfis de difração de raios X para três valores de deformação em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita)



5.1.2.1 Curvas de microdeformação-deformação do ensaio termomecânico

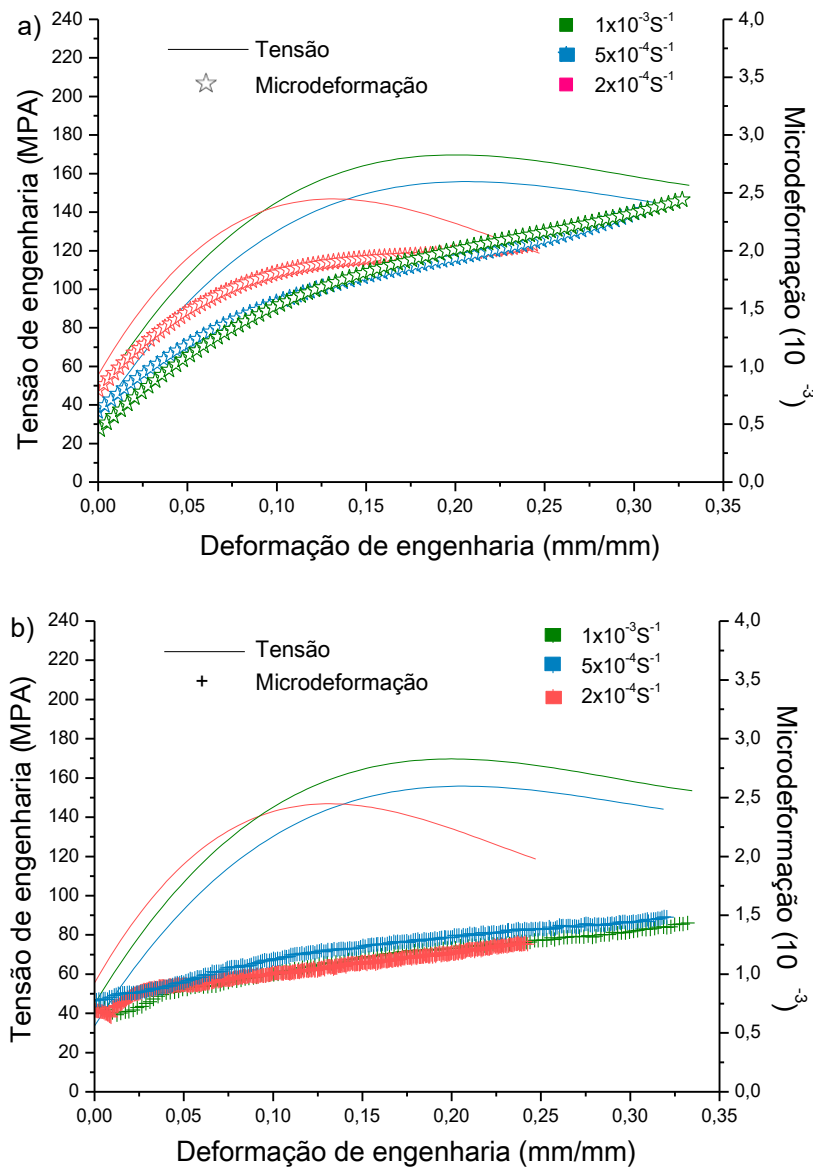
A figura 26 apresenta a microdeformação dos planos (111), (200) e (220) em função da deformação, com taxas de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ em temperatura ambiente. Para o plano (111), a microdeformação tem um aumento lineal nas três taxas de deformação. Nos planos (200) e (220), este comportamento só é observado na taxa maior. Nas taxas mais lentas, a microdeformação tem um aumento oscilatório durante a deformação, indicando a presença da recuperação dinâmica.

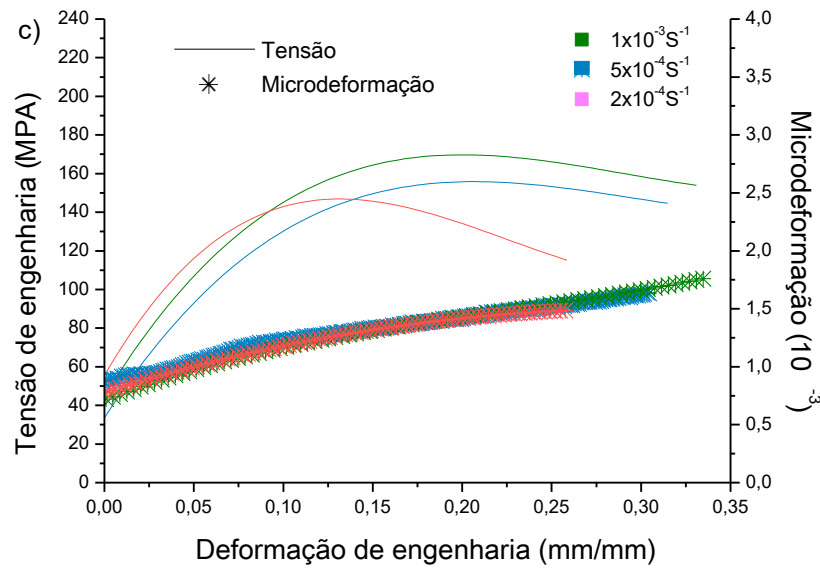
FIGURA. 26 - Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) do alumínio a 298K



A figura 27 apresenta a microdeformação dos planos (111), (200) e (220) em função da deformação, com taxas de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ a temperatura criogênica. Para todas as condições, a microdeformação dos planos aumentou em função da deformação. Isto indica a inibição da recuperação dinâmica. Este comportamento é mais notório no plano (111), mostrando um aumento rápido da microdeformação no começo da deformação, o que reflexa a evolução da microestrutura e a alta densidade de defeitos na rede principalmente de discordâncias causada pela deformação plástica.

FIGURA. 27 - Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) do alumínio a 78K





5.1.2.2 Tamanho médio de cristalito em função da deformação

As figuras 28 e 29 apresentam o tamanho médio de cristalito dos planos (111), (200) e (220) em função da deformação em temperaturas ambiente e criogênica, respectivamente. Para cada temperatura foram avaliadas três taxas de deformação: $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

As amostras testadas em temperatura criogênica apresentam uma maior diminuição do tamanho de cristalito que as testadas em temperatura ambiente. Isto pode estar correlacionado com a maior ductilidade (XU, 2015). Porém, a cinética do tamanho de cristalito em função da deformação apresenta um comportamento similar nas duas temperaturas, mostrando uma diminuição forte ao início. A diminuição do tamanho do cristalito sugere a diminuição do tamanho dos grãos. Durante a deformação, os grãos são refinados gradualmente via manipulação das discordâncias e formação de células de discordâncias, fenômeno dado pela menor mobilidade dos limites de grão a baixas temperaturas e altas taxas de deformação e diz menor taxa de crescimento (HUANG, 2011).

FIGURA. 28 - Curvas tamanho médio do cristalito – deformação do alumínio a 298K

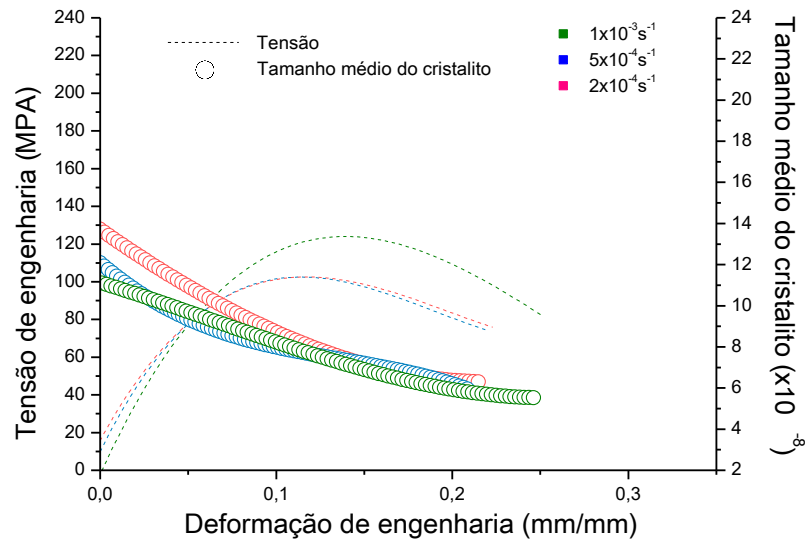
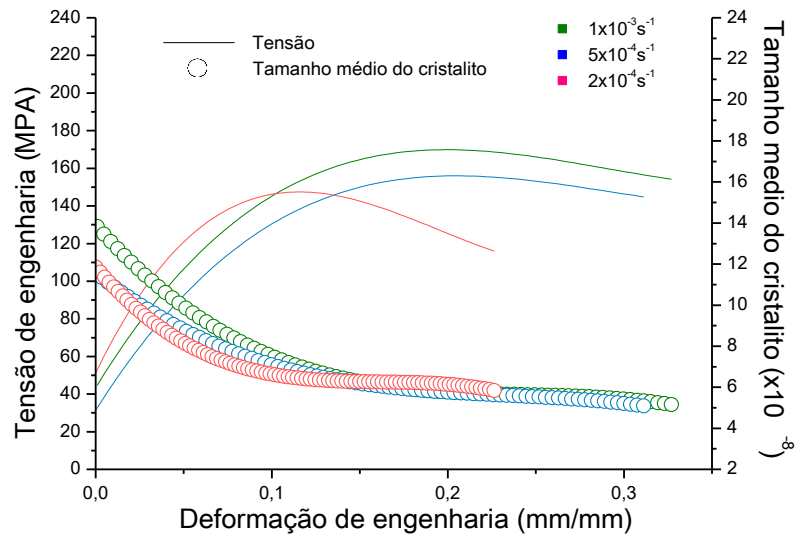


FIGURA. 29 - Curvas tamanho médio do cristalito – deformação do alumínio a 78K



5.1.2.3 Densidade de discordâncias

As figuras 30 e 31 mostram a densidade de discordâncias com respeito a deformação, em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente, com taxas de deformação $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. A densidade de discordâncias aumentou em função da deformação, para as três taxas de deformação. O comportamento foi similar para todas as condições testadas, aumentando linearmente. A diminuição da temperatura e o aumento da taxa de deformação

permitiu atingir maiores valores da densidade de discordâncias. Este comportamento é o esperado para o alumínio devido à promoção da geração de discordâncias com o aumento da resistência do material durante a deformação. A temperaturas menores e taxas de deformação maiores, os processos de recuperação estão menos ativados, permitindo um maior acúmulo de discordâncias (YANG, 2010).

FIGURA. 30 - Densidade de discordâncias – deformação do alumínio a 298K

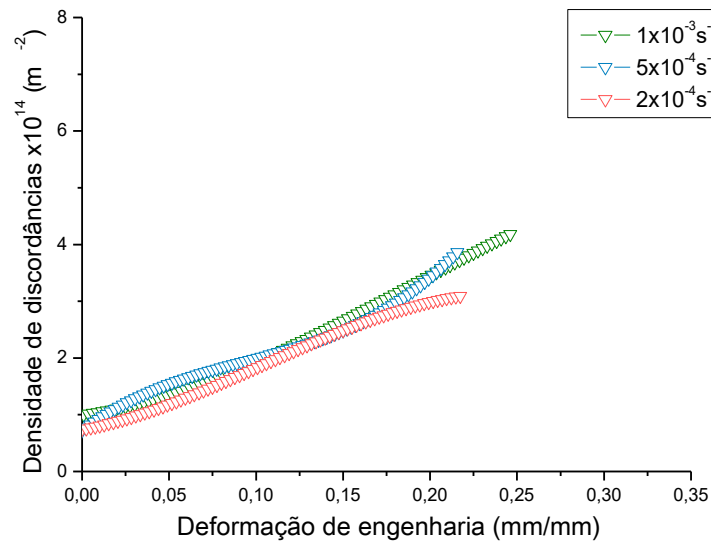
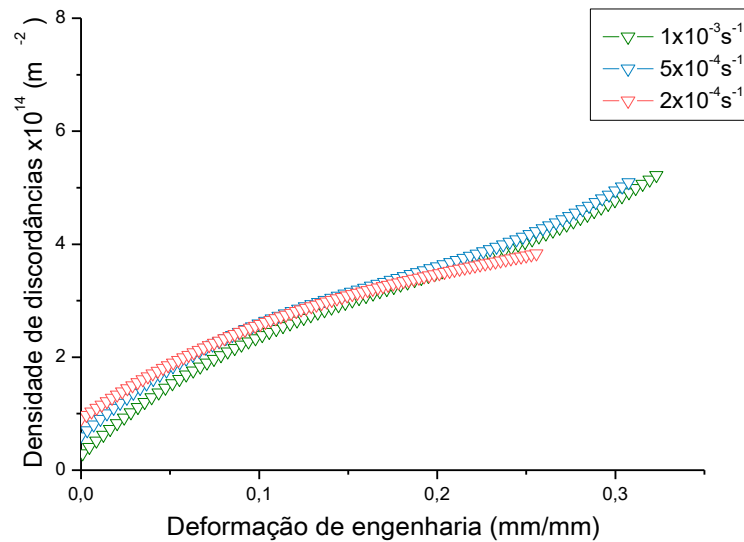


FIGURA. 31 - Densidade de discordâncias – deformação do alumínio a 78K



5.1.3 Análise de Fratura com Microscopia Eletrônica de Varrido

As figuras 32 e 33 apresentam as micrografias da superfície de fratura em temperaturas ambiente e criogênica, respectivamente para cada taxa de deformação investigada. Todas as superfícies de fratura apresentam microcavidades, as quais são típicas de uma fratura dúctil. Há uma combinação de *dimples* finos (seta de cor azul) e grosseiros (seta de cor verde). A formação de microcavidades pode ser associada ao empilhamento de discordâncias e contornos de grão os quais formam *dimples* (CETLIN, 1981). Entretanto, o tamanho do grão foi menor em temperatura criogênica. Isto pode estar associado com o aumento da densidade de discordâncias, as quais limitam o crescimento do tamanho dos *dimples*. (SHAHSAVARI, 2015).

FIGURA. 32 - Superfície de fratura das amostras de alumínio nas diferentes taxas de deformação a 298K

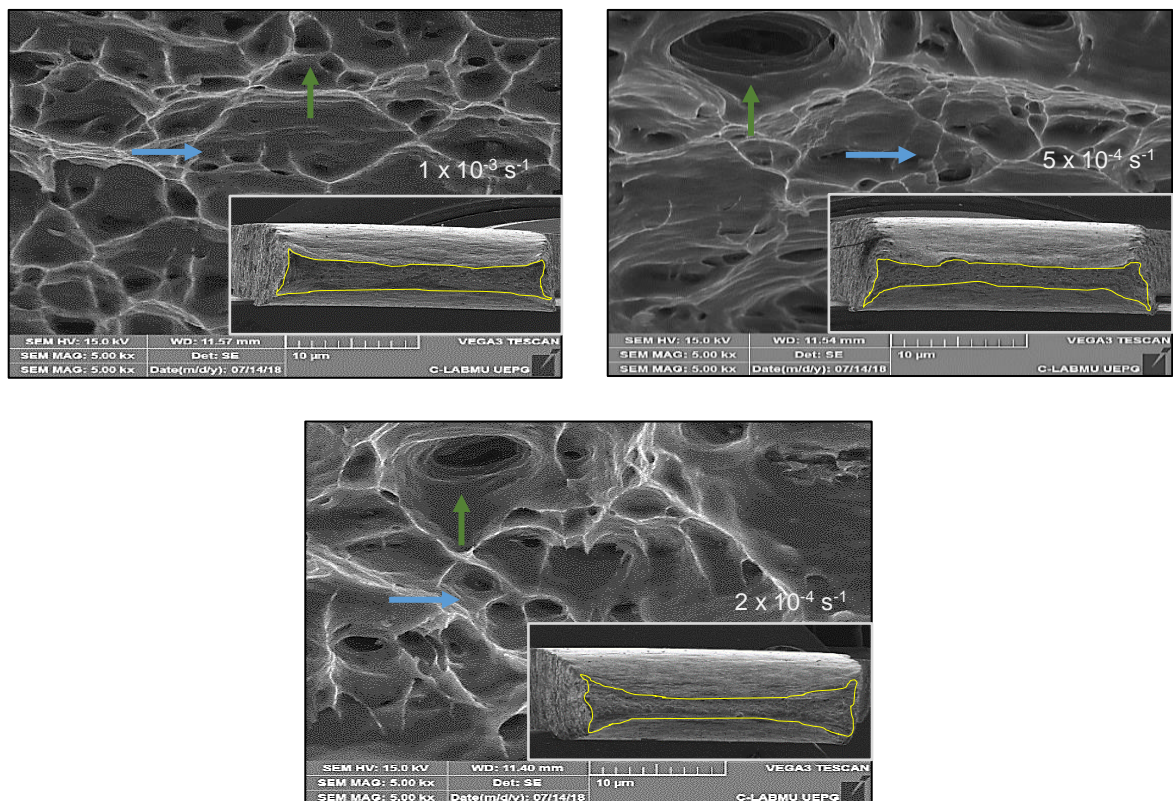
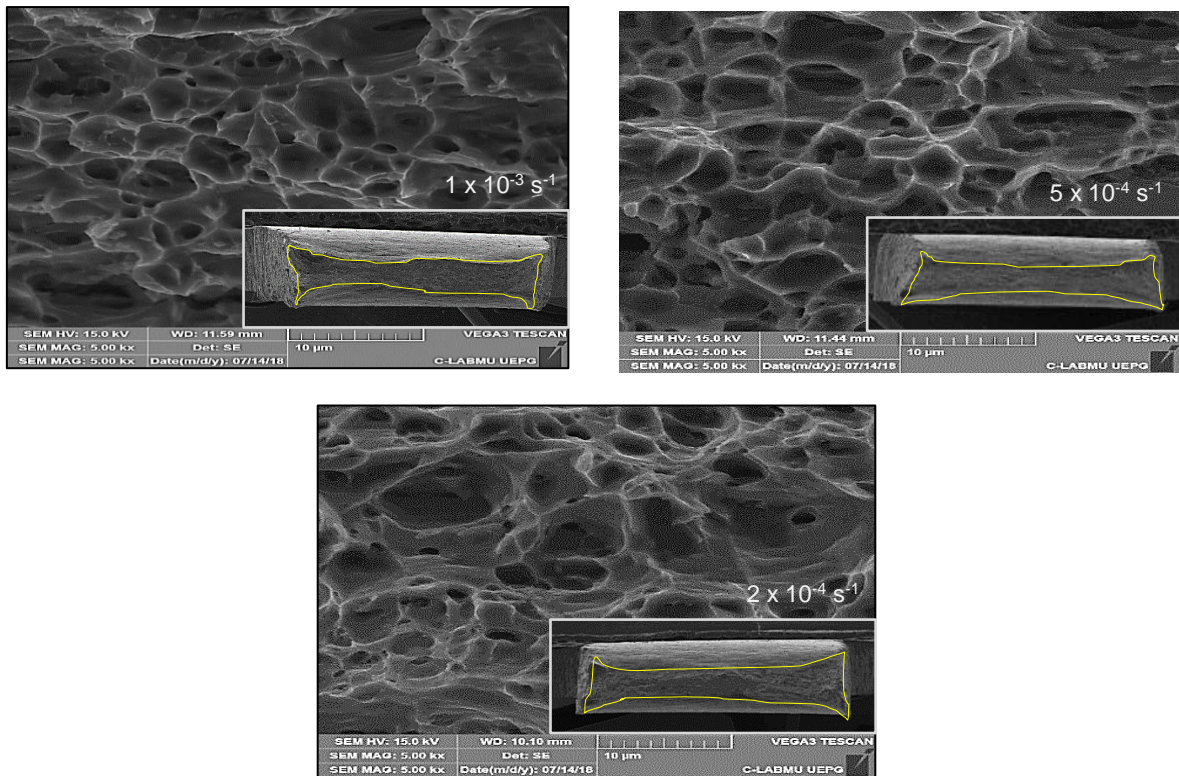


FIGURA. 33 - Superfície de fratura das amostras de alumínio nas diferentes taxas de deformação a 78K



Um comportamento interessante está relacionado com a relação entre o alongamento e a redução de área: as amostras testadas em temperaturas criogênicas apresentam maiores alongamentos total e uniforme que a temperatura ambiente, porém a redução de área na fratura mostra uma tendência oposta. O porcentagem de redução da área apresentado na tabela 5.2 foi menor o que é esperado em materiais dúcteis.

TABELA 9 - Redução de área nas superfícies de fratura do alumínio

T ^o (°K)	Ē (s ⁻¹)	% RA
298	1×10^{-3}	72,7
	5×10^{-4}	73,7
	2×10^{-4}	64,6
78	1×10^{-3}	68,8
	5×10^{-4}	68,6
	2×10^{-4}	67,2

Nota: RA: Redução de área.

5.2 RESULTADOS DAS AMOSTRAS DE COBRE (CU)

5.2.1 Efeito da Temperatura e Taxa de Deformação nas Propriedades Mecânicas

As figuras 34 e 35 apresentam as curvas de tensão-deformação de engenharia e verdadeiras para os testes de tração das amostras de cobre com taxas de deformação $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. A temperatura criogênica apresenta um aumento na resistência mecânica e um ligeiro aumento da ductilidade total. Em relação as diferentes taxas de deformação testadas, estas não têm influência significativa no valor da resistência e ductilidade a temperatura ambiente.

FIGURA. 34 - Curvas tensão – deformação do cobre a 298K

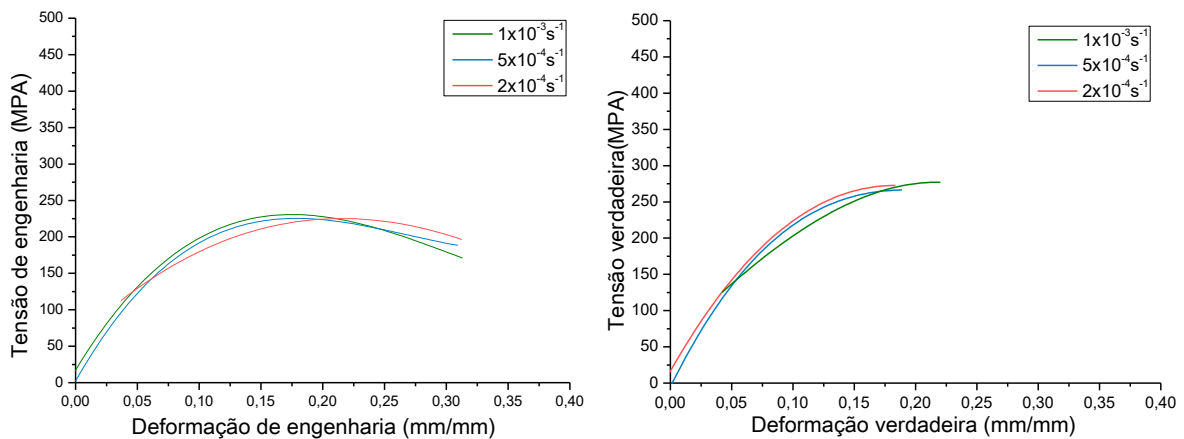
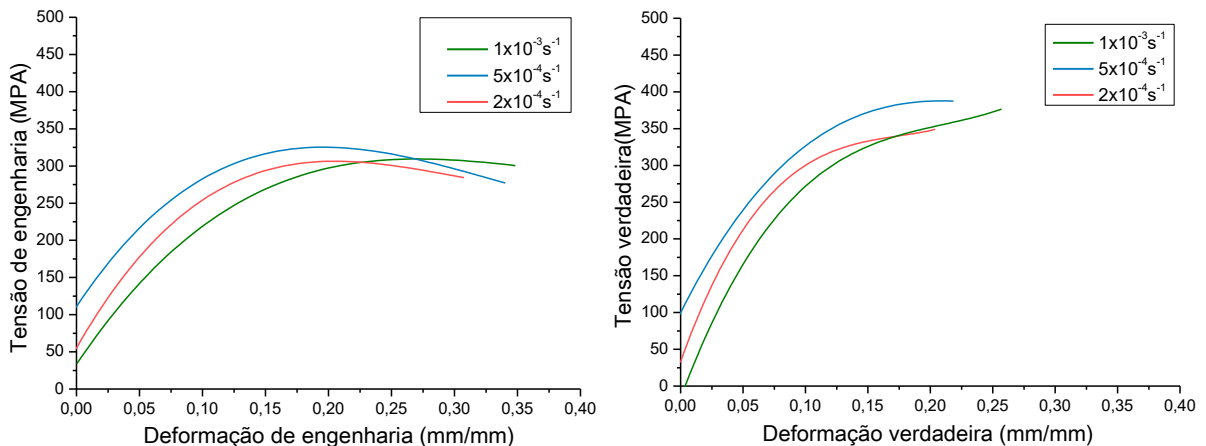


FIGURA. 35 - Curvas tensão – deformação do cobre a 78K.



As propriedades mecânicas estão resumidas na tabela 10. Em temperatura criogênica mostra-se um aumento dos diferentes resultados apresentados. Também indicam as variações da resistência a tração e o alongamento uniforme com a diminuição da temperatura, com um aumento de resistência de cerca de 39%, 42% e 40% para taxas de velocidades de 1×10^{-3} , 5×10^{-4} e $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, respetivamente e um aumento de 47%, 41% e 35% no alongamento uniforme. Nas diferentes taxas de deformação, as propriedades mecânicas não tiveram uma variação significativa. O expoente de encruamento aumento em temperatura criogênica e foi maior em comparação com o alumínio.

TABELA 10 - Propriedades mecânicas do cobre obtidas do teste termomecânico nas diferentes condições

$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	T^0 ($^{\circ}\text{K}$)	σ_Y (MPa)	ϵ_t (%)	n	σ_u (MPa)	Aumento σ_u (%)	ϵ_u (%)	Aumento ϵ_u (%)
1×10^{-3}	78	216,6	0,38	0,46	318,5	39,7	0,28	47,3
	298	167,8	0,35	0,35	227,9		0,19	
5×10^{-4}	78	223,6	0,37	0,37	321,6	42,6	0,24	41,2
	298	160,5	0,32	0,32	225,4		0,17	
2×10^{-4}	78	209,0	0,35	0,41	310,7	40,6	0,27	35,0
	298	159,1	0,33	0,35	220,9		0,21	

Nota: σ_Y : Limite de escoamento; ϵ_t : Alongamento total; n: Expoente de encruamento; σ_u : Limite de resistência à tração; ϵ_u : Alongamento uniforme.

As taxas de encruamento são apresentadas na figura 36 e 37, para as taxas de deformação $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ e $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ em temperatura ambiente e criogênica. Para este metal pode-se ver que também apresenta uma redução da taxa de encruamento com o aumento da deformação, sendo esta diminuição mais lenta em baixas temperaturas pelo que o início de empescoamento no corpo de prova é atrasado. Isto sugere a inibição da recuperação dinâmica. Em comparação com o alumínio teve um aumento maior da deformação total e uniforme.

FIGURA. 36 - Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras do cobre a 298K

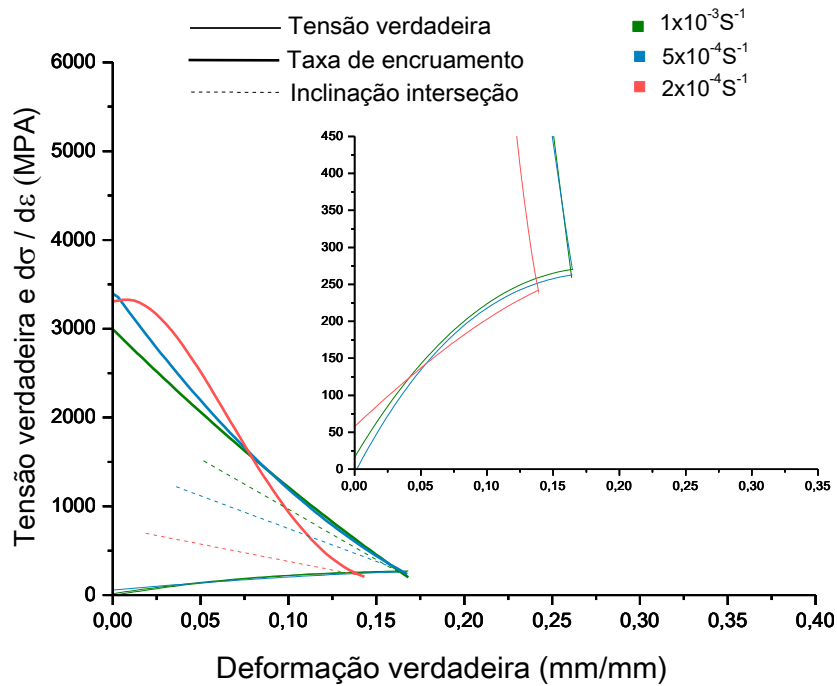
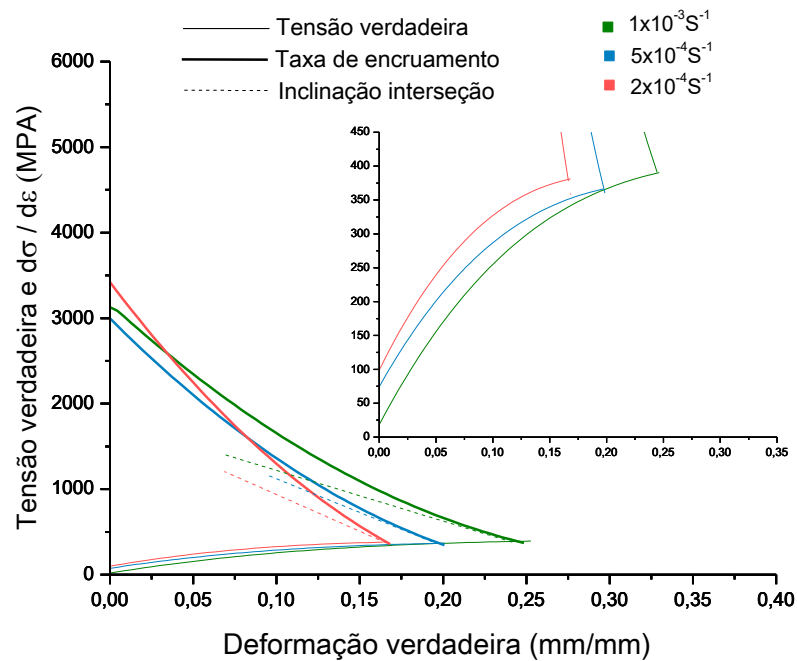


FIGURA. 37 - Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras do cobre a 78K



5.2.2 Difração de Raios X *in situ*

A figura 38 apresenta os mapas de difração testadas nas diferentes condições. Cada mapa é analisado com ângulos de difração de 28° a 38° no primeiro detector e 38° a 48° para o segundo detector cada 3 segundos, sendo analisados os picos (111),

(200) e (220). A intensidade de difração é indicada pelas cores: azul, verde, amarelo, laranja e vermelho. Assim, cor azul indica baixas intensidades e a cor vermelha elevadas intensidades atingidas pelos perfis. O pico do plano (200) tem a menor intensidade em comparação com os outros planos. Isto pode ser observado na figura 39, que mostra os difractogramas obtidos dos três planos para três valores de deformação na maior taxa de deformação a TA e TC. Em relação com o alumínio, as amostras deformadas apresentam o pico do plano (111) mais intenso do que o (200), bem como o pico referente ao plano (220) torne-se mais pronunciado.

FIGURA. 38 - Perfis de difração de raios X em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita)

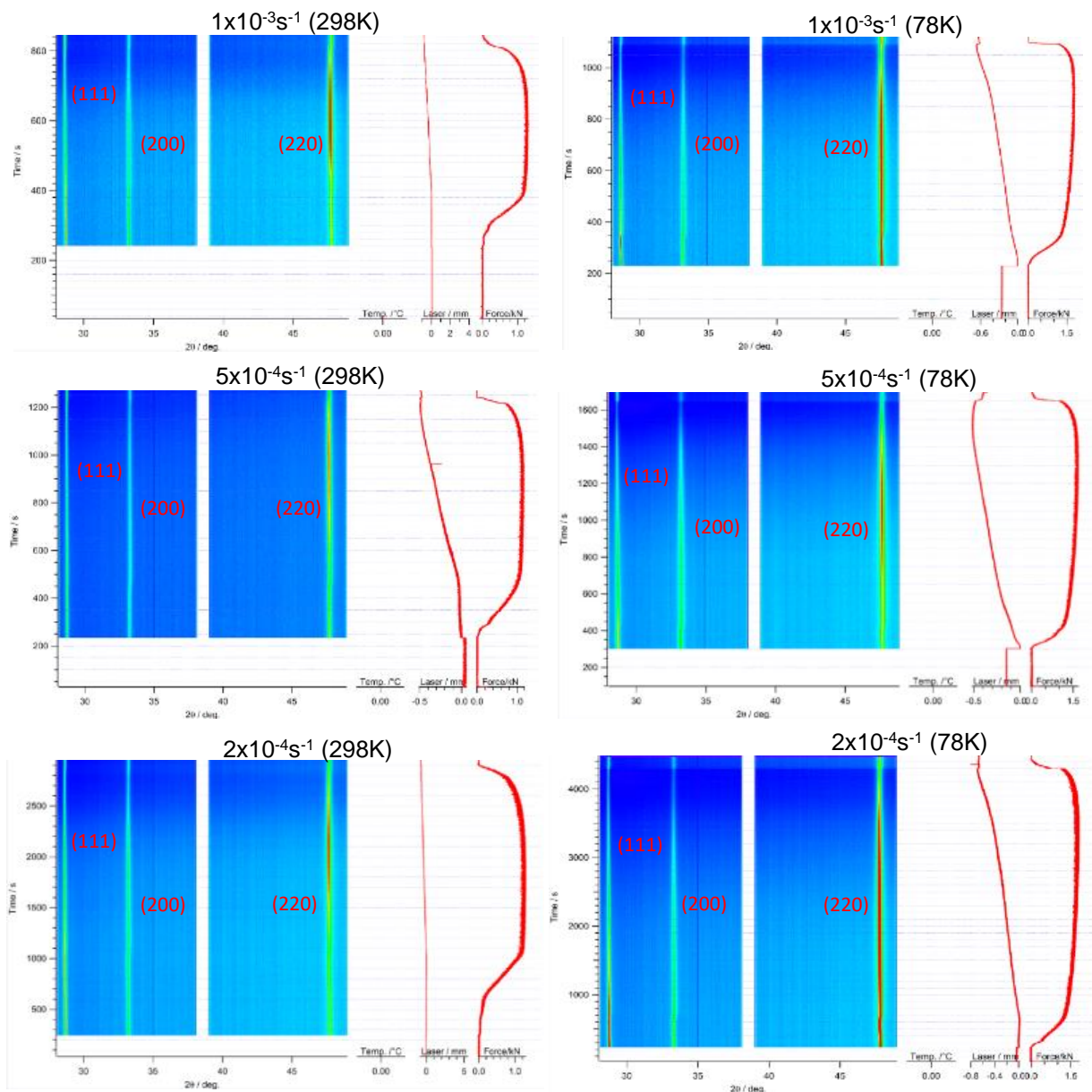
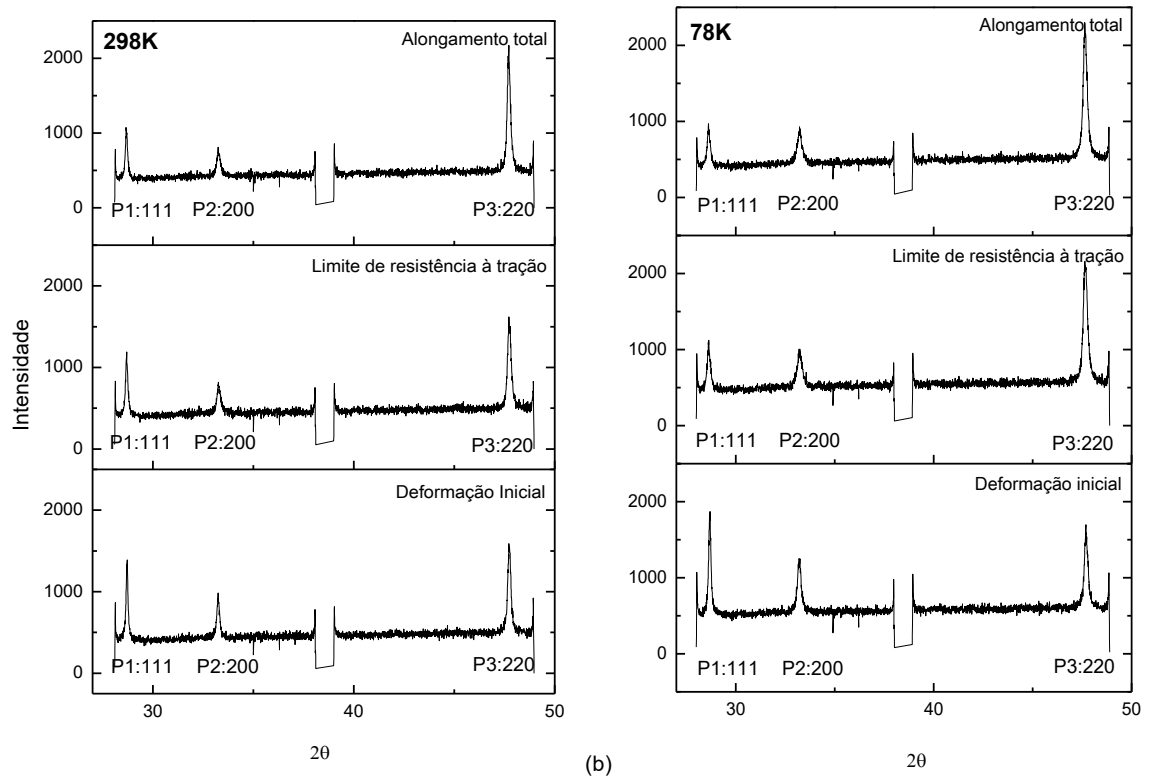


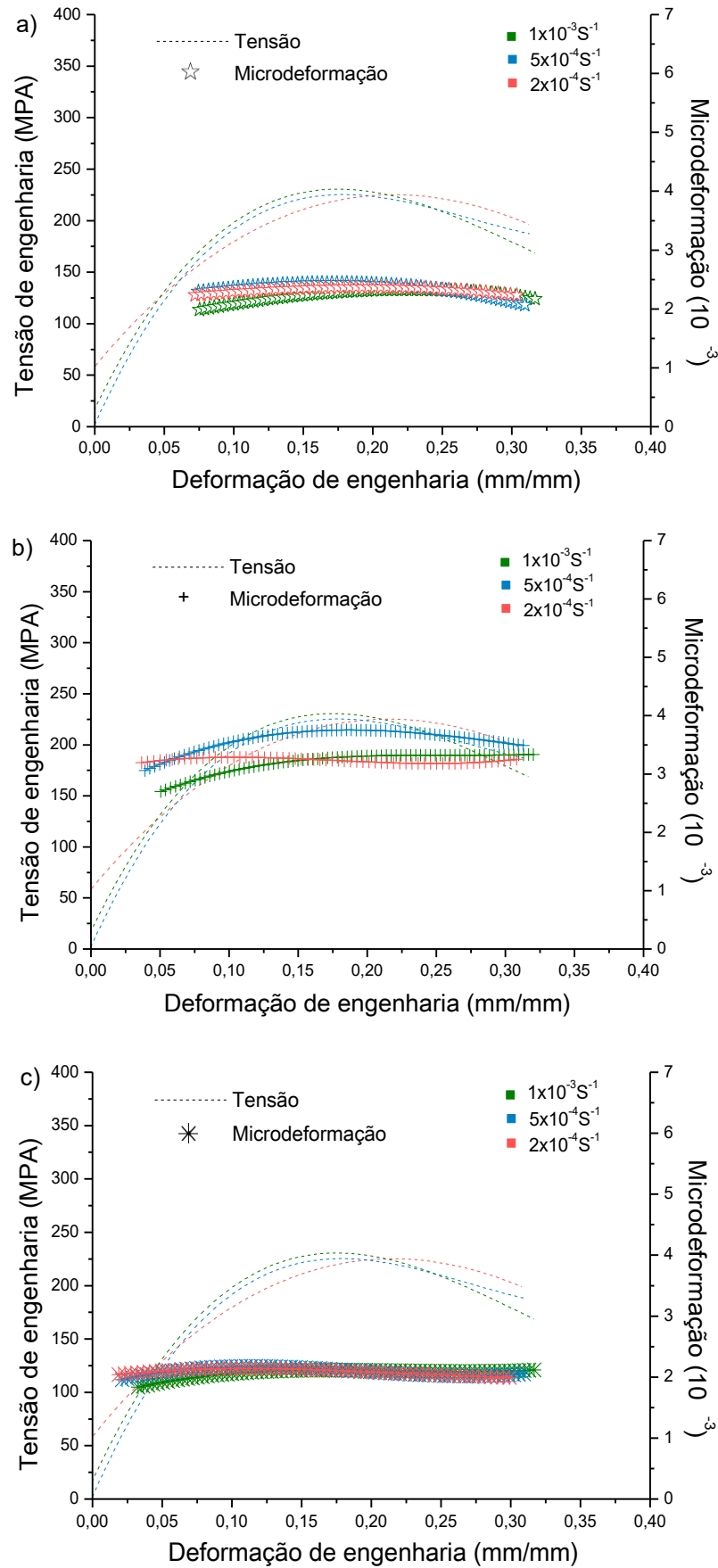
FIGURA. 39 - Perfis de difração de raios X para três valores de deformação em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita)



5.2.2.1 Curvas de Microdeformação-deformação do ensaio termomecânico

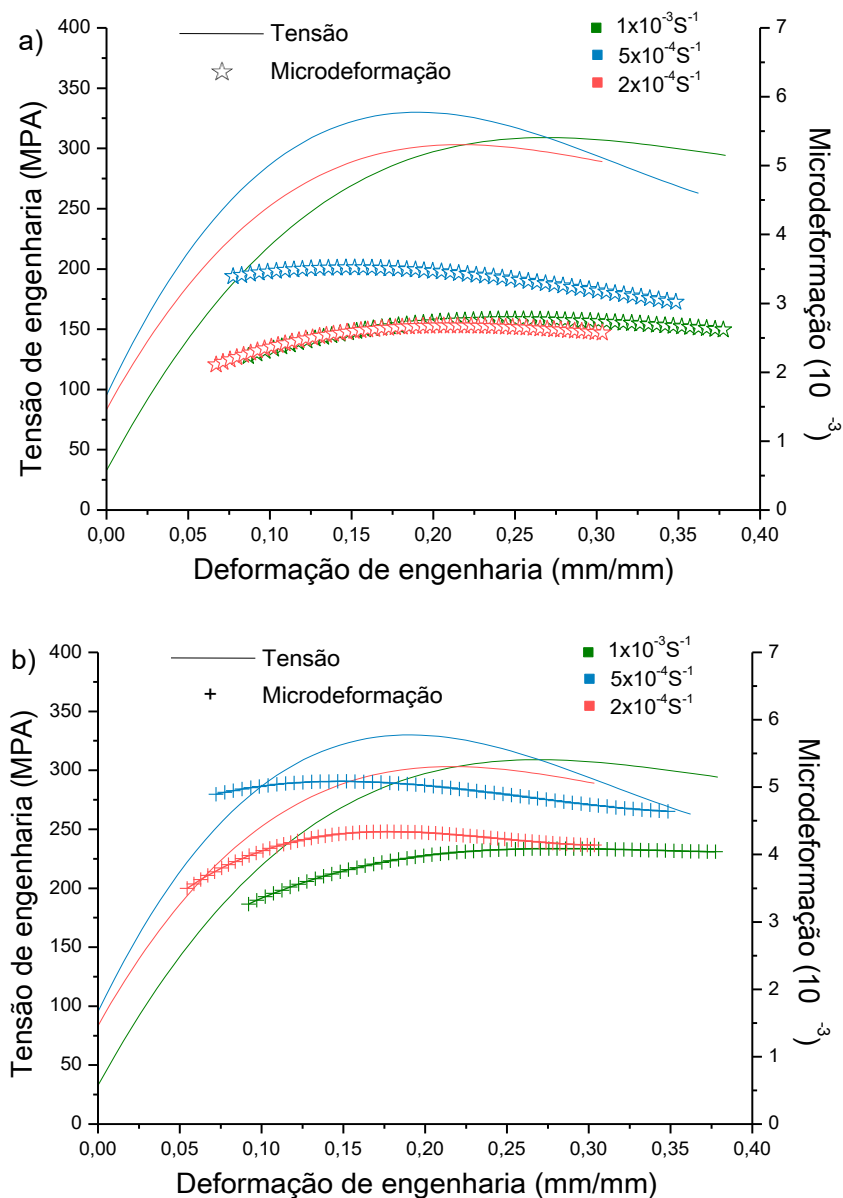
A figura 40 apresenta a microdeformação dos planos (111), (200) e (220) em função da deformação, com taxas de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ a temperatura ambiente. No caso do cobre a microdeformação é mais constante durante a deformação nas diferentes taxas de deformação, tem um aumento ao início mais significativo no plano (200) do que os planos (111) e (220).

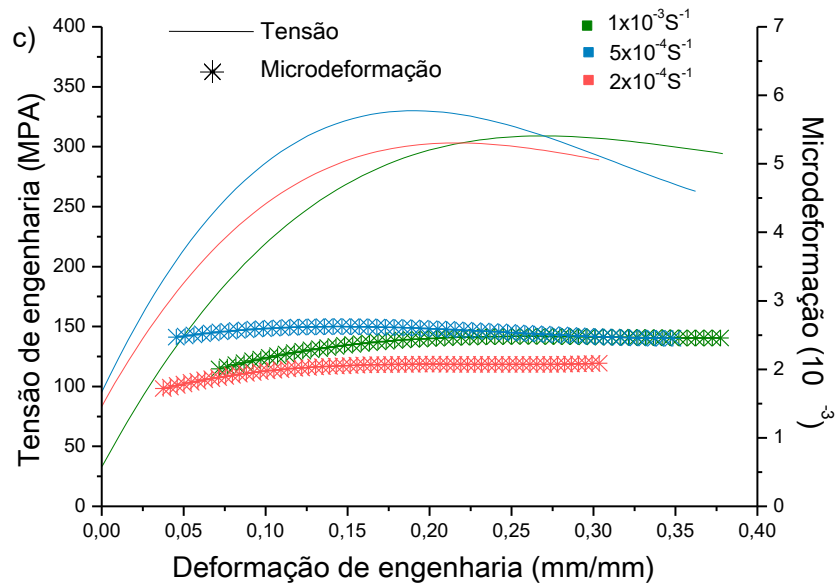
FIGURA. 40 - Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) do cobre a 298K



A figura 41 apresenta a microdeformação dos planos (111), (200) e (220) em função da deformação, com taxas de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ a temperatura criogênica. No caso da temperatura criogênica a microdeformação tem um aumento mais significativo ao princípio da deformação nos planos (111) e (200) sendo logo é constante durante a deformação, associado à supressão parcial dos mecanismos de recuperação dinâmica. No plano (220) nas três taxas de deformação a microdeformação é constante, no começo o aumento é pequeno.

FIGURA. 41 - Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) do cobre a 78K





5.2.2.2 Tamanho médio de cristalito em função da deformação

As figuras 42 e 43 apresentam o tamanho médio de cristalito dos planos (111), (200) e (220) em função da deformação em temperaturas ambiente e criogênica, respectivamente. Para cada temperatura foram avaliadas três taxas de deformação: $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Para o cobre a diminuição média do tamanho de cristalito é pequena, é diz, permanece mais constante nas diferentes condições testadas.

FIGURA. 42 - Curvas tamanho médio do cristalito – deformação do cobre a 298K

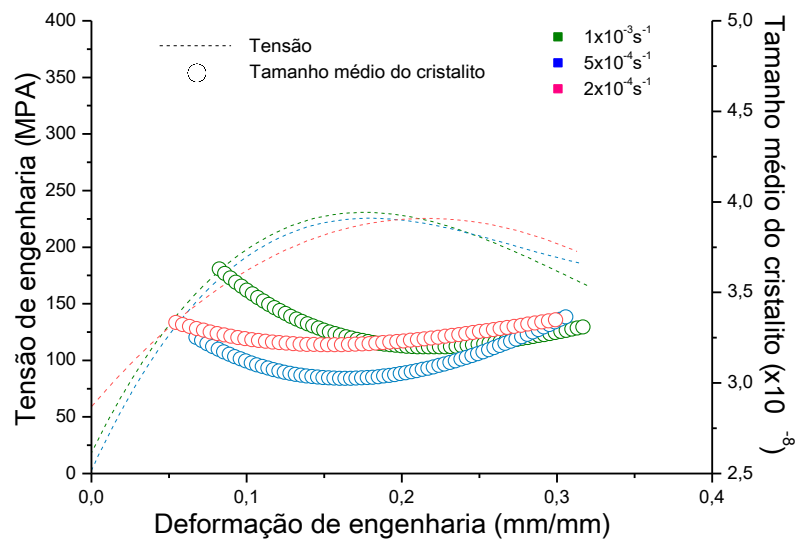
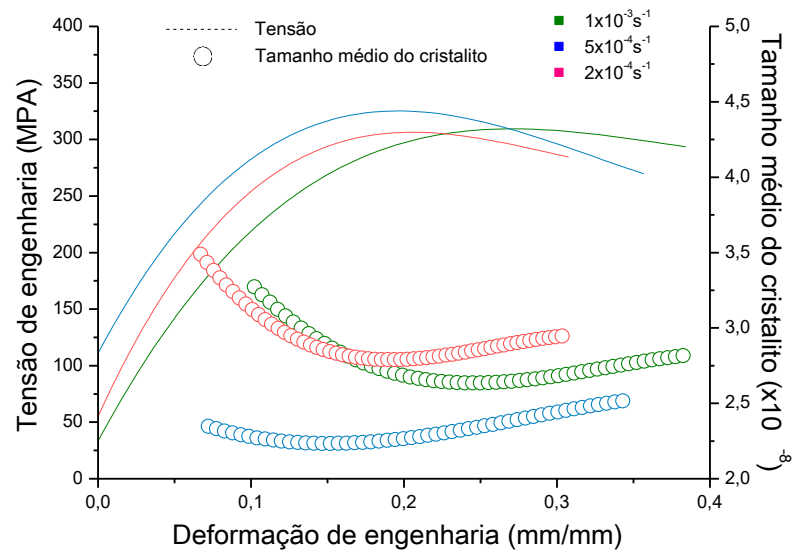


FIGURA. 43 - Curvas tamanho médio do cristalito – deformação do cobre a 78K



5.2.2.3 Densidade de discordâncias

As figuras 44 e 45 apresentam as curvas de densidade de discordâncias para as diferentes taxas de deformação em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. A temperatura ambiente observa-se que a densidade de discordâncias tem um aumento até uma deformação aproximada de 0,3% para uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ e de 0,2 % para as demais taxas de deformação, e logo diminui. Quando o material é sometido a deformação plástica, ocasiona um aumento na densidade de discordâncias, e quando este número alcança o valor máximo produto da diminuição do tamanho de cristalito, as discordâncias tendem a anularem entre si, provocando a diminuição da densidade das mesmas (AGUILAR, 2005; WILLIAMSON, 1953).

FIGURA. 44 - Densidade de discordâncias – deformação do cobre a 298K

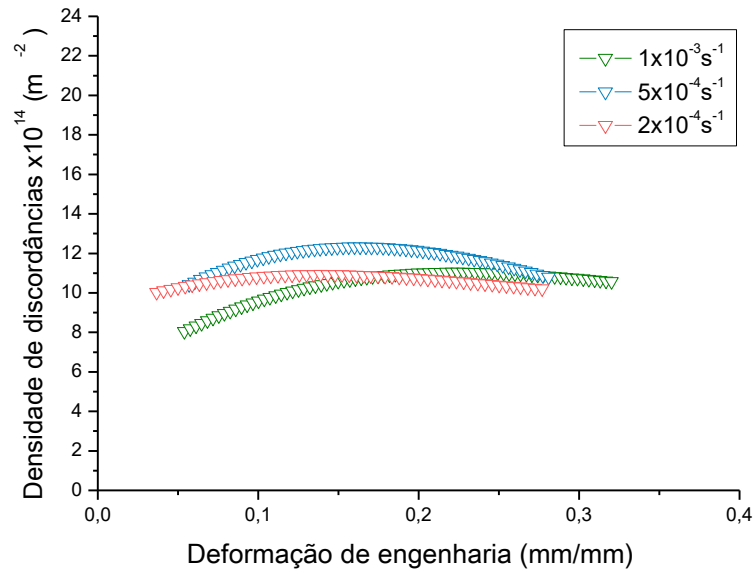
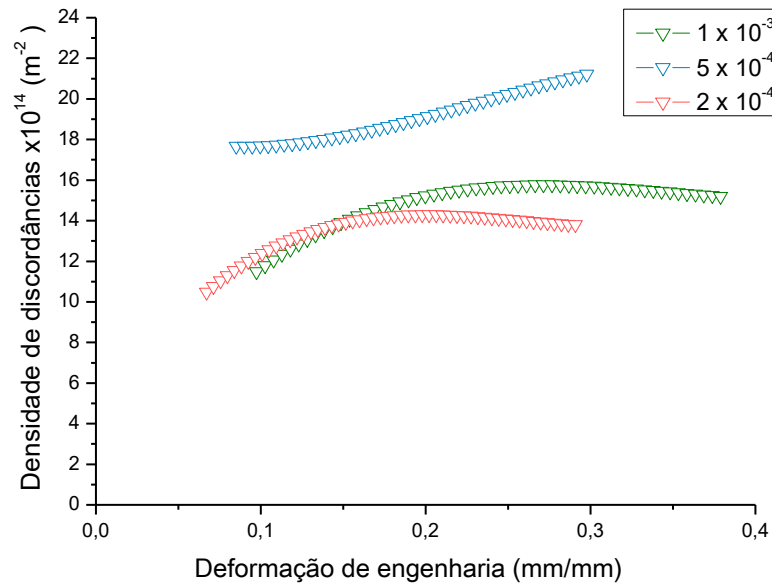


FIGURA. 45 - Densidade de discordâncias – deformação do cobre a 78K



5.2.3 Análise de Fratura com Microscopia Eletrônica de Varrido

As figuras 46 e 47 apresentam as micrografias da superfície de fratura a temperatura ambiente e criogênica nas diferentes taxas de deformação testadas. Nas diferentes superfícies de fratura há presença de *dimples*, o que indica uma fratura dúctil. Em temperatura criogênica o tamanho dos *dimples* é menor em comparação com temperatura ambiente. Para as diferentes taxas de deformação não tem uma variação notória do tamanho dos *dimples*.

FIGURA. 46 - Superfície de fratura das amostras de cobre nas diferentes taxas de deformação a 298K

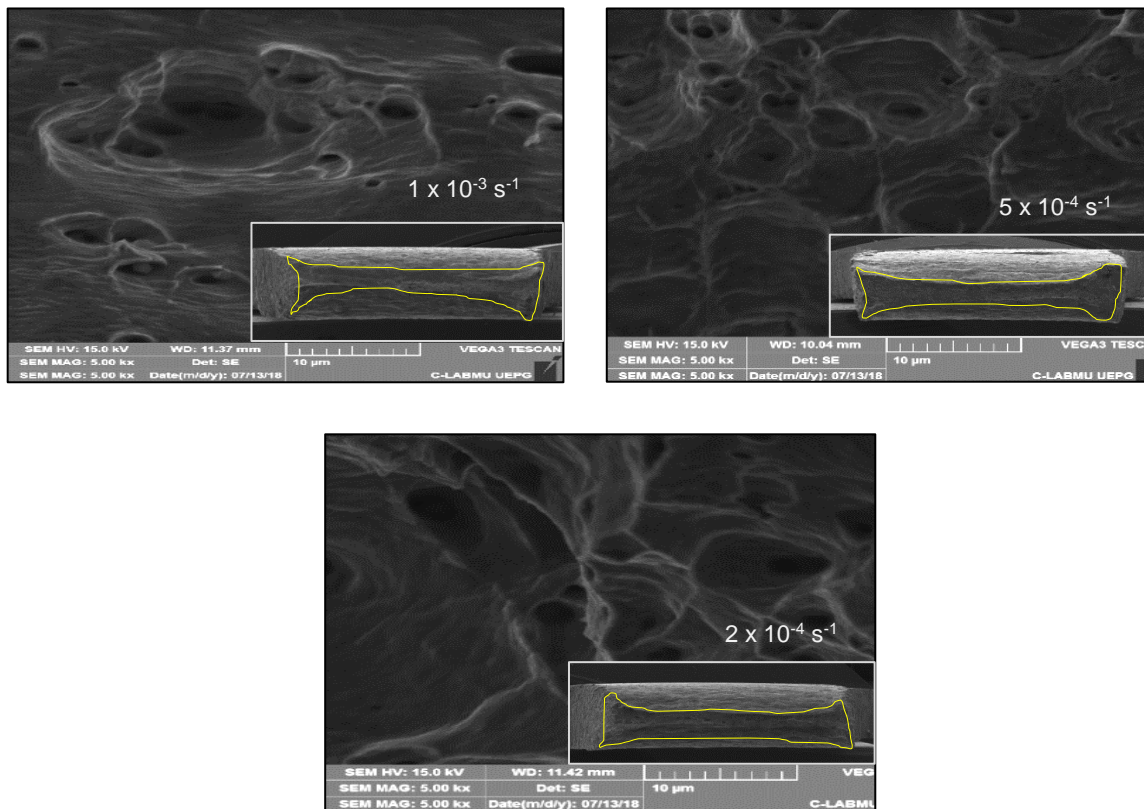
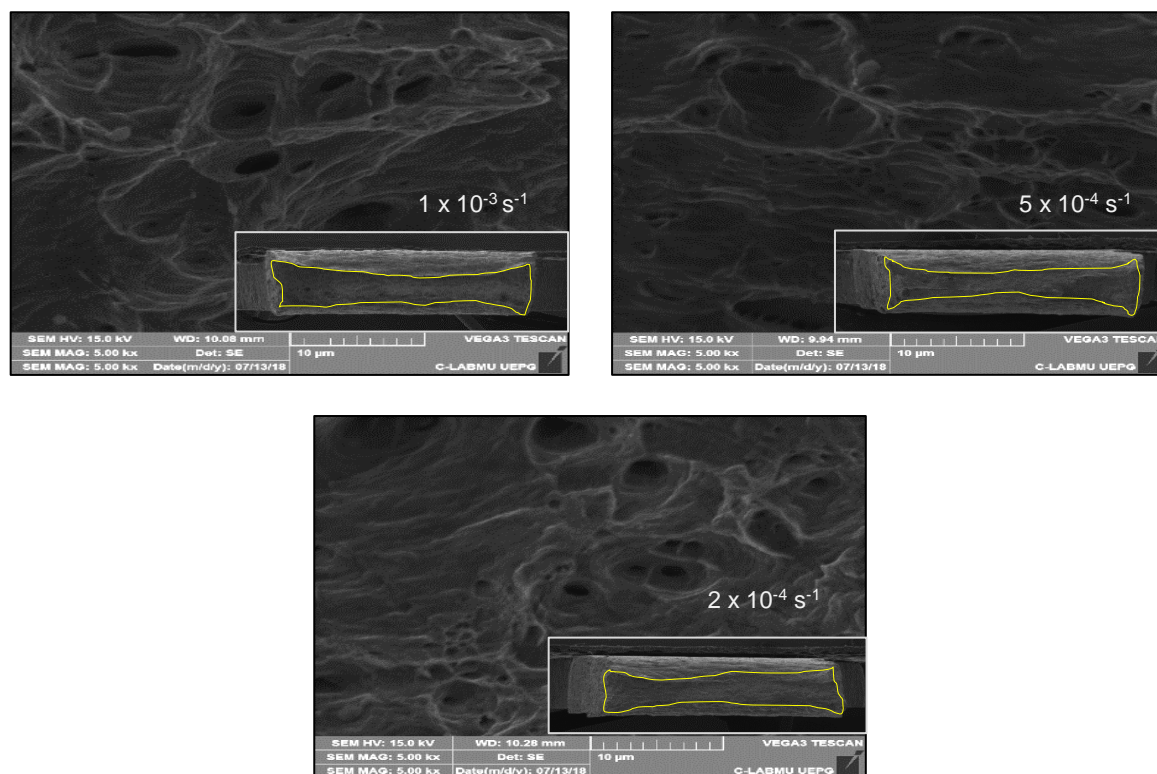


FIGURA. 47 - Superfície de fratura das amostras de cobre nas diferentes taxas de deformação a 78K



Na tabela 11 é apresentada a redução de área a partir das micrografias da superfície de fratura. Em temperatura criogênica a redução de área é ligeiramente menor do que temperatura ambiente. Para taxas de deformação maiores obtém-se uma redução de área menor em ambas temperaturas.

TABELA 11 - Redução de área nas superfícies de fratura do cobre

T^0 (°K)	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	% RA
298	1×10^{-3}	70,0
	5×10^{-4}	71,9
	2×10^{-4}	74,1
78	1×10^{-3}	67,3
	5×10^{-4}	70,8
	2×10^{-4}	72,2

Nota: RA: Redução de área.

5.3 RESULTADOS DAS AMOSTRAS DE PRATA (AG)

5.3.1 Efeito da Temperatura e Taxa de Deformação nas Propriedades Mecânicas

As figuras 48 e 49 apresentam as curvas de tensão-deformação de engenharia e verdadeiras para os testes de tração das amostras de cobre com taxas de deformação $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. No caso da prata tem comportamento similar aos metais anteriores, onde tem um aumento de resistência mecânica e ductilidade simultâneo. O metal endurece progressivamente a medida que aumenta a deformação plástica, a inclinação da curva até o limite resistência pode implicar que não apresenta fenômenos de recuperação nem recristalização dinâmica e tem maior encruamento a baixa temperatura. Observa-se um comportamento quase linear nas curvas tensão-deformação, sugerindo deformação por maclagem (GUBICZA, 2010).

FIGURA. 48 - Curvas tensão – deformação da prata a 298K

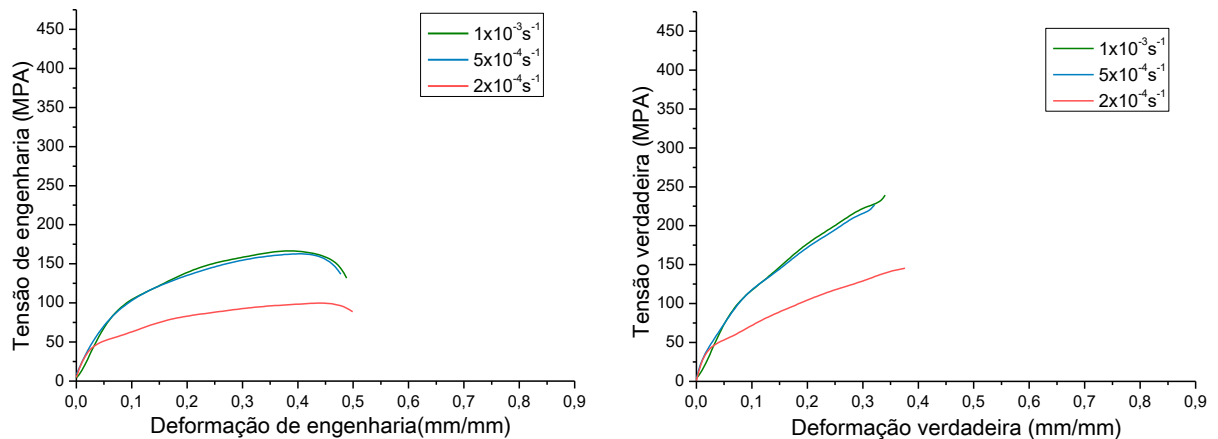
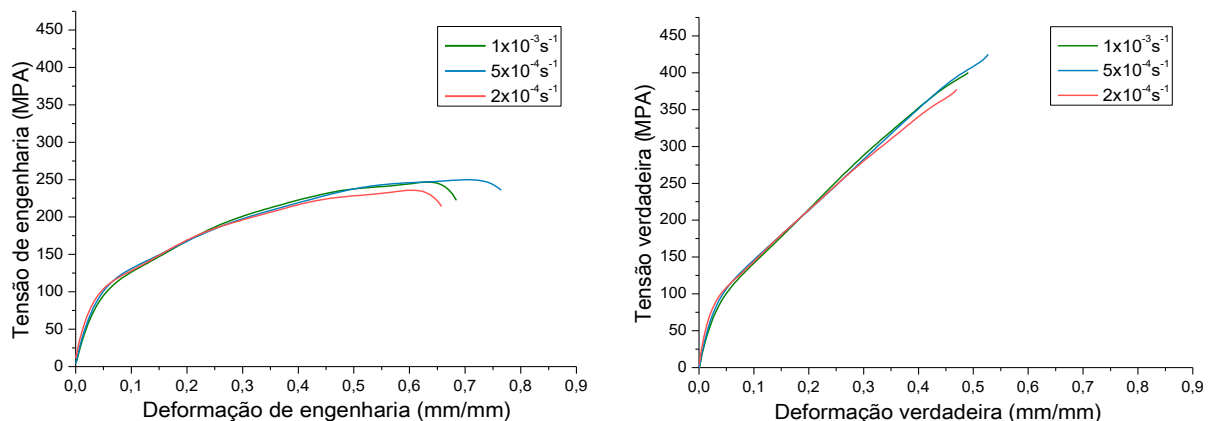


FIGURA. 49 - Curvas tensão – deformação da prata a 78K.



As propriedades mecânicas são resumidas na tabela 12. A deformação realizada a temperatura criogênica apresenta um aumento no limite de escoamento, resistência à tração e no alongamento total e uniforme, relacionado com um aumento simultâneo da resistência e da ductilidade nesta temperatura de deformação. O limite de resistência na taxa de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ teve um aumento de 45%, 51% e 128%, respectivamente. Enquanto ao alongamento uniforme teve um aumento de 58%, 59% e 43%, respectivamente. Pode-se ver que para as três taxas de deformação estudadas, apresentam uma pequena influência em temperatura criogênica. Ao diminuir a temperatura de deformação o expoente de encruamento é maior, e a deformação que pode experimentar a amostra uniformemente em toda sua extensão antes do pescoço aumenta.

TABELA 12 - Propriedades mecânicas da prata obtidas do teste termomecânico nas diferentes condições

$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	T° ($^{\circ}\text{K}$)	σ_Y (MPa)	ϵ_t (%)	n	σ_u (MPa)	Aumento σ_u (%)	ϵ_u (%)	Aumento ϵ_u (%)
1×10^{-3}	78	118,52	0,74	0,35	249,9	44,9	0,65	58,5
	298	111,73	0,49	0,27	172,5		0,41	
5×10^{-4}	78	124,4	0,76	0,34	255,9	50,9	0,67	59,5
	298	97,1	0,48	0,21	169,5		0,42	
2×10^{-4}	78	98,02	0,69	0,31	245,7	128,5	0,63	43,2
	298	53,2	0,51	0,26	107,5		0,44	

Nota: σ_Y : Limite de escoamento; ϵ_t : Alongamento total; n: Expoente de encruamento; σ_u : Limite de resistência à tração; ϵ_u : Alongamento uniforme.

As taxas de encruamento são apresentadas na figura 50 e 51, para as taxas de deformação $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ e $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. Na prata ocorre o mesmo fenômeno, onde a taxa de encruamento diminui mais rapidamente a temperatura ambiente do que a temperatura criogênica, além disso, pode-se observar também que a interseção das curvas de taxa de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras são deslocadas a tensões mais altas com baixas temperaturas.

FIGURA. 50 - Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras da prata a 298K

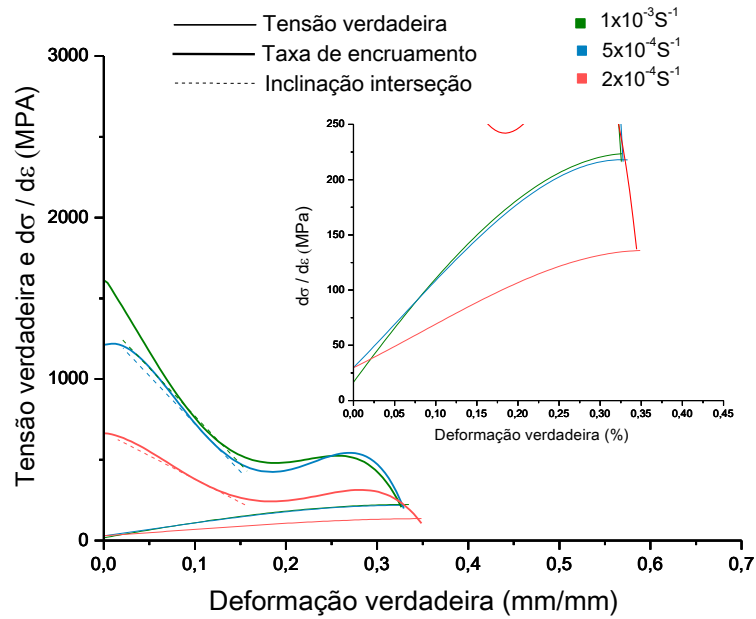
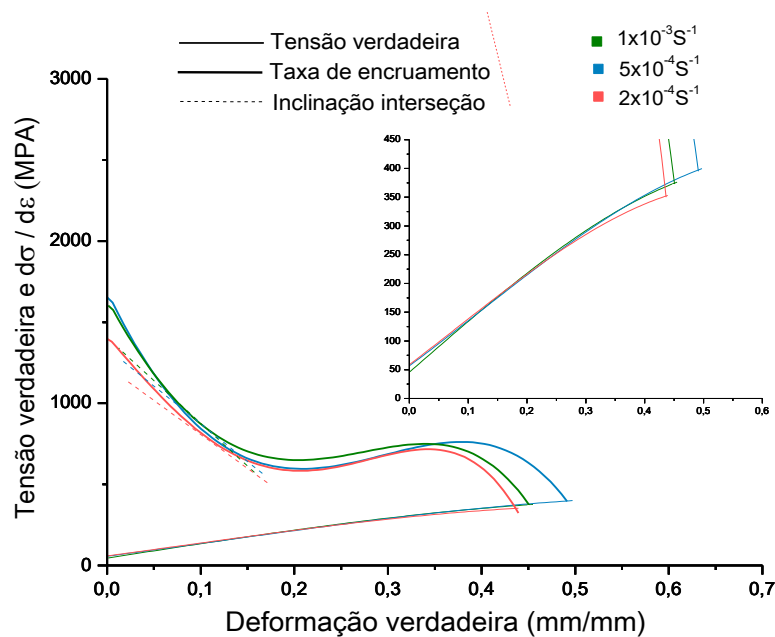


FIGURA. 51 - Taxas de encruamento e curvas de tensão-deformação verdadeiras da prata a 78K



5.3.2 Difração de Raios X *in situ*

Na figura 52 são mostrados os mapas de difração dos testes em temperatura ambiente e criogênica. Cada mapa é analisado com ângulos de difração para valores de 23° a 33° e 34° a 44° cada 3 segundos, sendo analisados os picos (111), (200) e (220). Assim, a cor azul indica baixa intensidade dos perfis de difração, e a cor

vermelha representa elevadas intensidades atingidas pelos perfis. O plano (200) apresenta a menor intensidade como é mostrado na figura 53. Para temperatura criogênica verificam-se os picos mais intensos do que para temperatura ambiente.

FIGURA. 52 - Perfis de difração de raios X em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita)

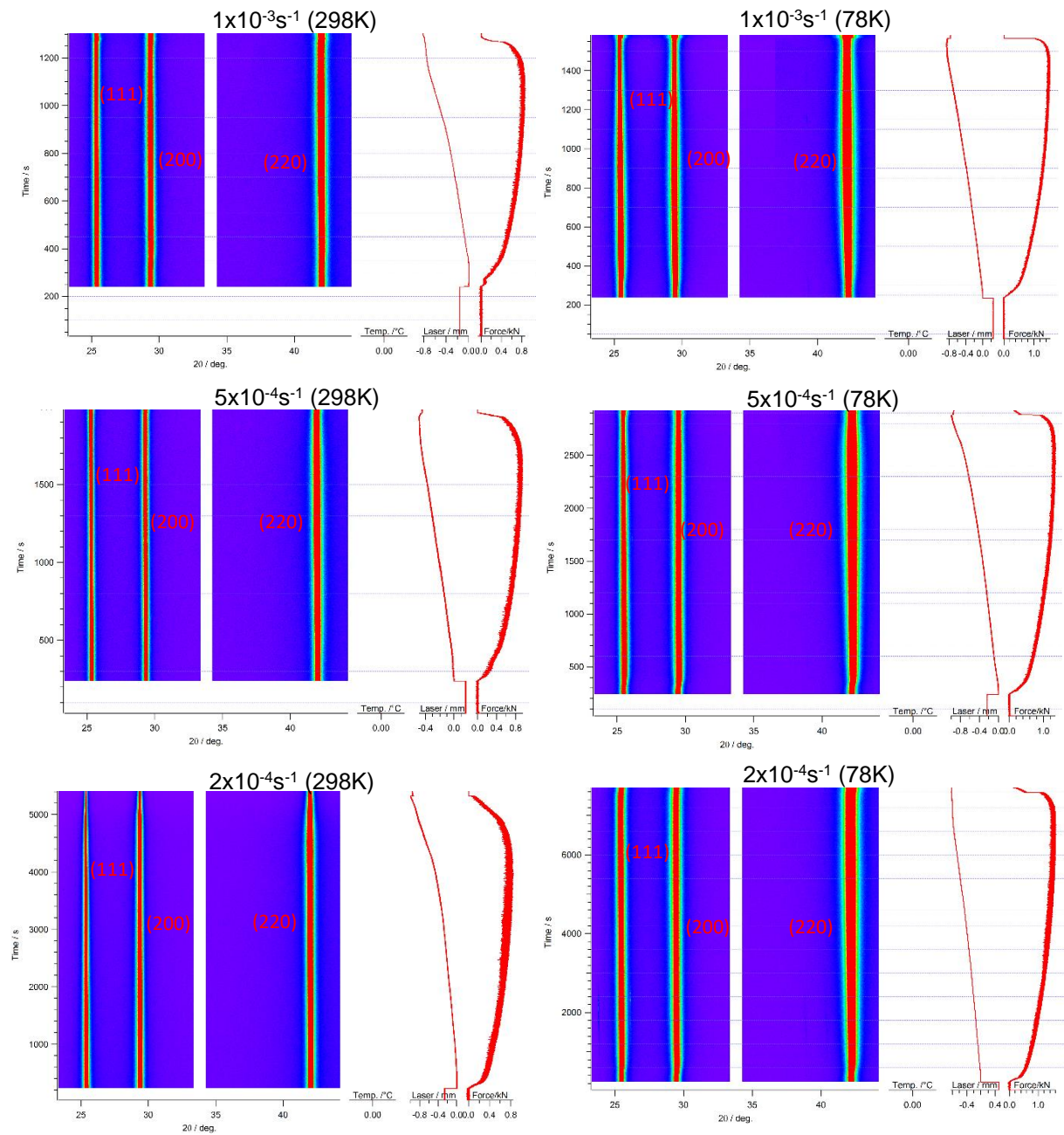
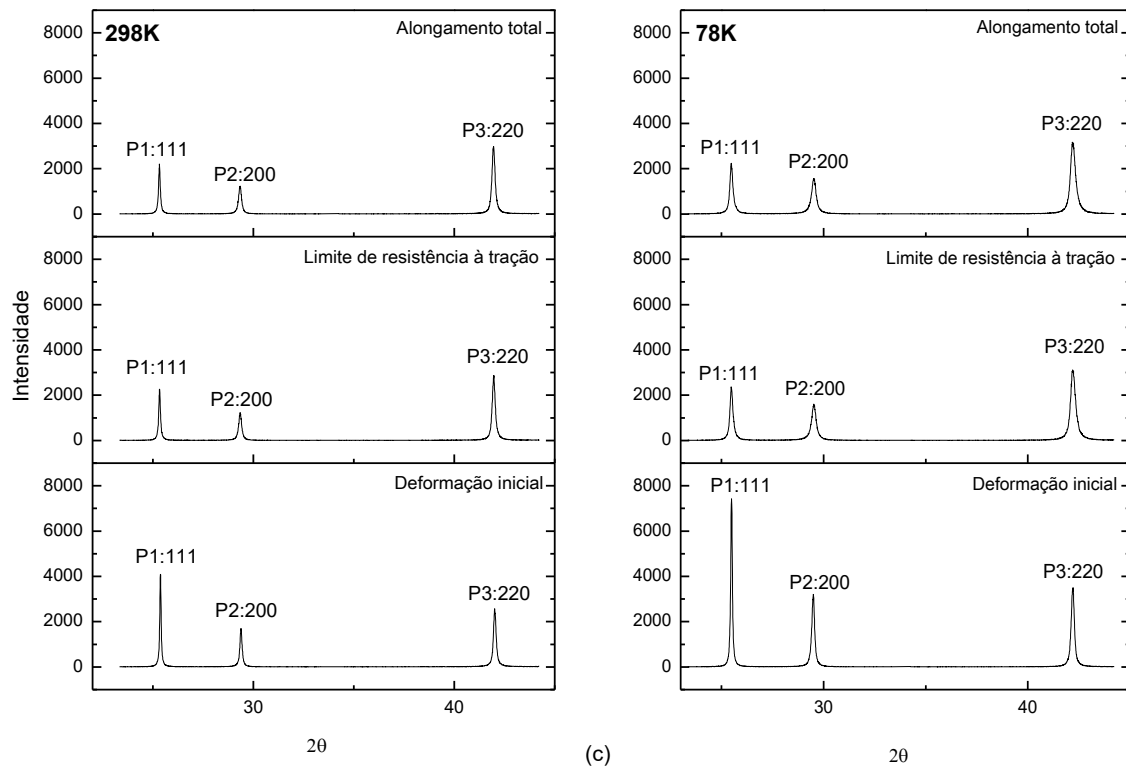


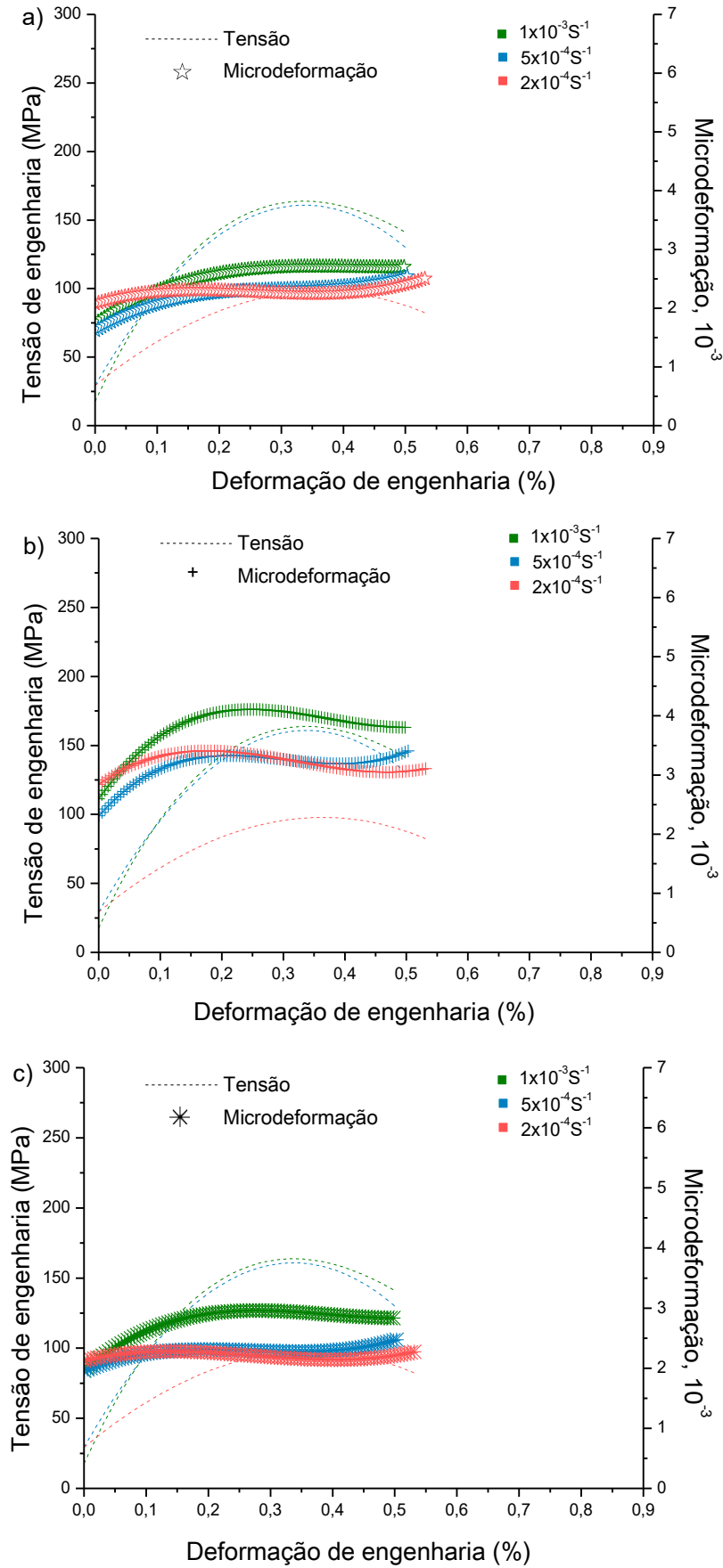
FIGURA. 53 - Perfis de difração de raios X para três valores de deformação em temperatura ambiente (esquerda) e em temperatura criogênica (direita)



5.3.2.1 Curvas de microdeformação-deformação do ensaio termomecânico

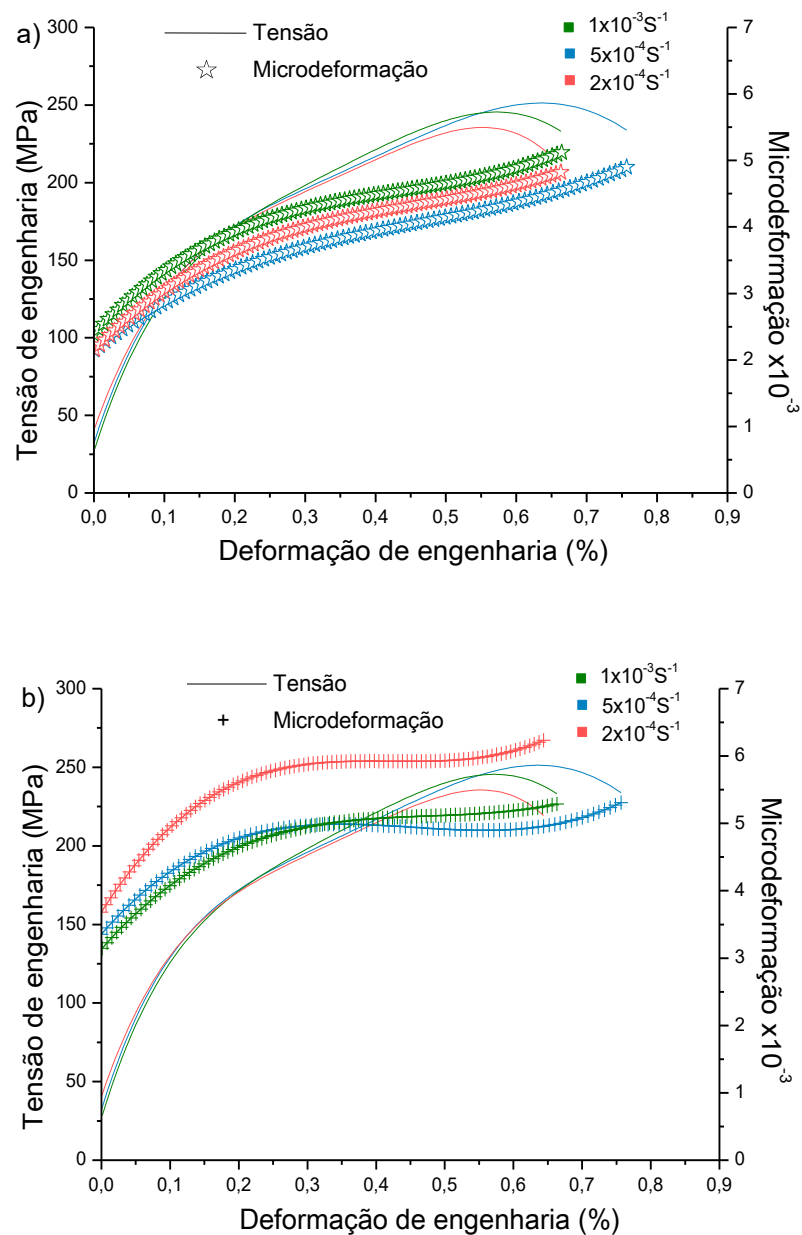
A figura 54 apresenta a microdeformação em temperatura ambiente para os planos (111) e (200) e (220), com taxas de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, respectivamente. Para o plano (111) e (220) na taxa maior, a microdeformação apresenta um valor aproximadamente constante. Pelo contrário para as demais taxas de deformação e para o plano (200) a microdeformação tem um comportamento oscilatório. Isto sugere a inibição da recuperação dinâmica.

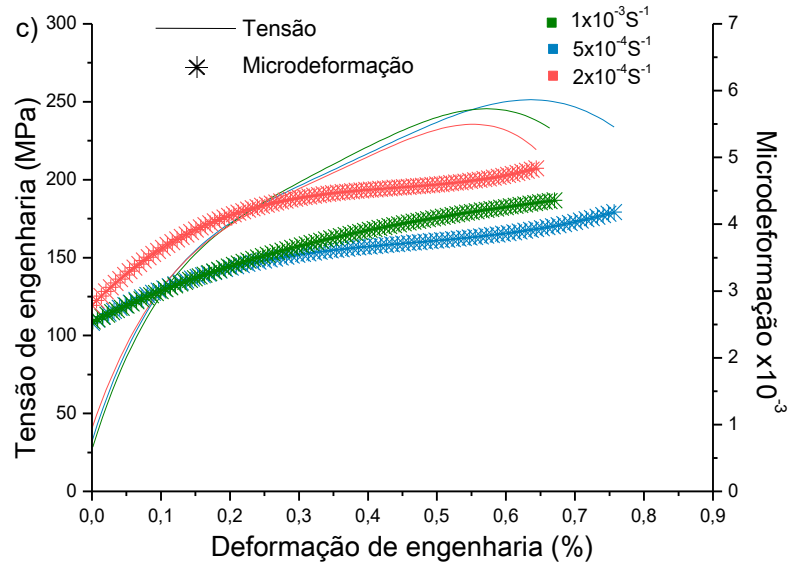
FIGURA. 54 - Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) da prata a 298K



A figura 55 apresenta a microdeformação em função da deformação em temperatura criogénica para os planos (111) e (200) e (220) com taxas de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, respetivamente. Para o plano (111) nas diferentes taxas de deformação apresenta um aumento maior e gradual da microdeformação, em comparação com os planos (200) e (220). O que sugere a inibição da recuperação dinâmica a baixas temperaturas de deformação.

FIGURA. 55 - Curvas Microdeformação – deformação para o plano a) (111), b) (200) e c) (220) da prata a 78K





5.3.2.2 Tamanho médio de cristalito em função da deformação

As figuras 56 e 57 mostram a diminuição média do tamanho de cristalito em função da deformação com taxas de deformação $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. A temperatura ambiente apresenta uma diminuição inicial e aparentemente um ligeiro aumento, o contrário ocorre no caso da deformação feita a temperatura criogênica, nesta a diminuição do tamanho médio do cristalito é gradual. Nas diferentes taxas de deformação o fenômeno não segue um padrão específico.

FIGURA. 56 - Curvas tamanho médio do cristalito – deformação da prata a 298K

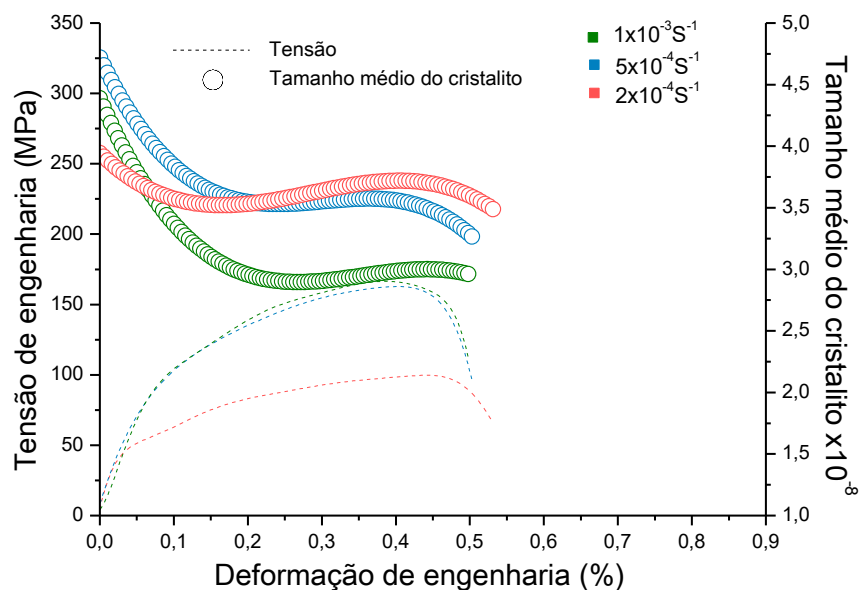
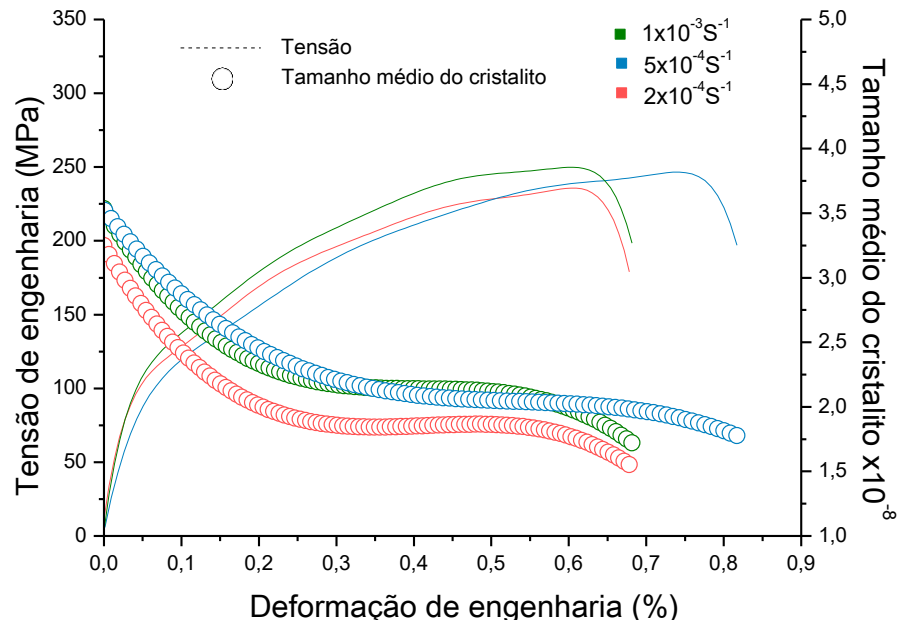


FIGURA. 57 - Curvas tamanho médio do cristalito – deformação da prata a 78K



5.3.2.3 Densidade de discordâncias

As figuras 58 e 59 apresentam o aumento na densidade de discordâncias com o aumento da deformação nas diferentes taxas de deformação em temperaturas ambiente e criogênica, respectivamente. O aumento da densidade de discordâncias é uma tentativa de quantificar o fenômeno, a densidade de discordâncias aumenta ao aumentar a taxa de deformação e diminuir a temperatura devido a promoção da geração de discordâncias e a supressão da recuperação dinâmica onde existe uma transição de mecanismo de deformação de as atividades das discordâncias a maclas de deformação (ZHAO, 2008; GUBICZA, 2010).

FIGURA. 58 - Densidade de discordâncias – deformação da prata a 298K

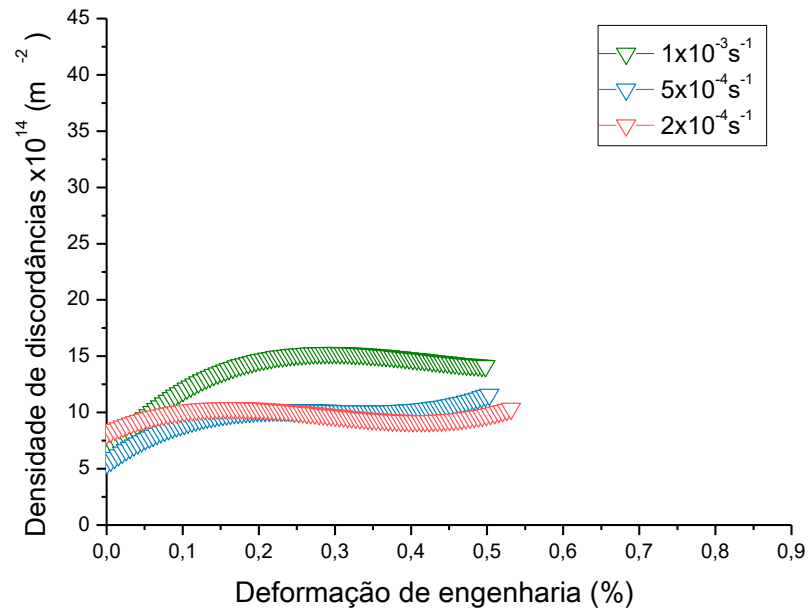
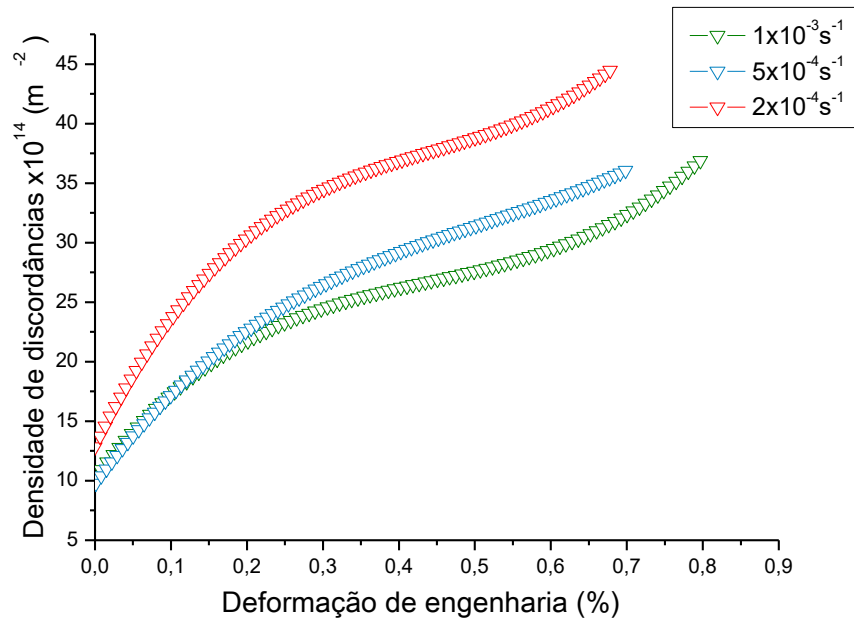


FIGURA. 59 - Densidade de discordâncias – deformação da prata a 78K



5.3.3 Análise de Fratura com Microscopia Eletrônica de Varrido

As figuras 60 e 61 apresentam as micrografias da superfície de fratura a temperatura ambiente e criogênica nas três taxas de deformação em temperatura ambiente e criogênica, respectivamente. A imagem com o contorno amarelo apresenta área da superfície de fratura utilizada para o cálculo da redução de área apresentado na tabela 13. A temperatura criogênica aumenta a quantidade de *dimples* sendo estes de menor tamanho, o que sugere um maior refinamento da microestrutura podendo estar relacionado com a alta resistência e ductilidade, que pode-se evidenciar com a menor redução de área a baixa temperatura.

FIGURA. 60 - Superfície de fratura das amostras da prata nas diferentes taxas de deformação a 298°K

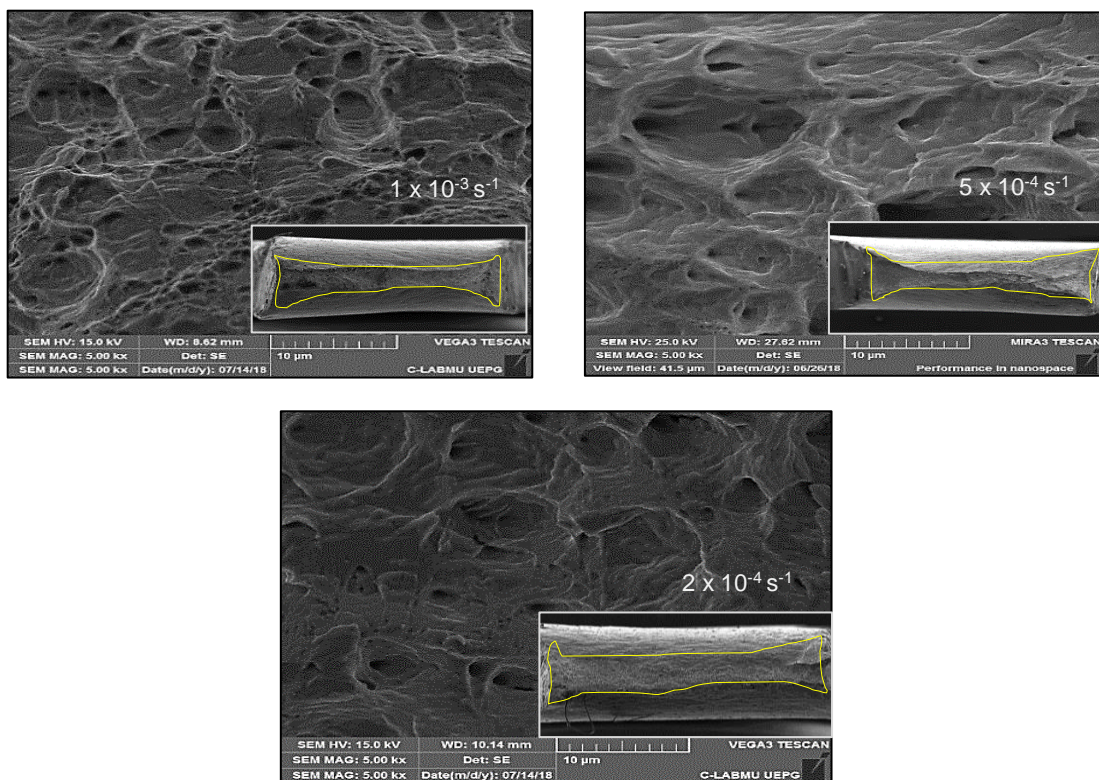


FIGURA. 61 - Superfície de fratura das amostras da prata nas diferentes taxas de deformação a 78K

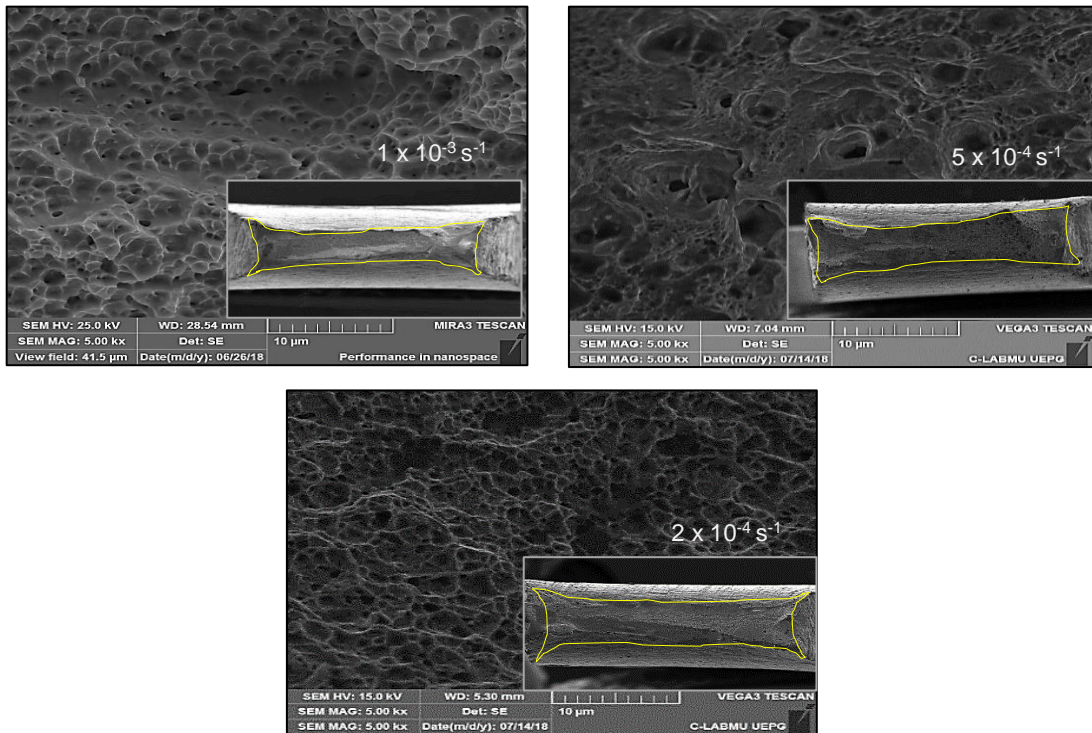


TABELA 13 - Redução de área nas superfícies de fratura da prata

T^0 (°K)	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	% RA
298	1×10^{-3}	74,9
	5×10^{-4}	76,9
	2×10^{-4}	78,8
78	1×10^{-3}	66,8
	5×10^{-4}	76,6
	2×10^{-4}	77,1

Nota: RA: Redução de área.

6. DISCUSSÃO

6.1 EFEITO DA TEMPERATURA DE DEFORMAÇÃO E A TAXA DE DEFORMAÇÃO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

A figura 62 mostra a variação do limite de resistência à tração, limite de escoamento, alongamento uniforme e expoente de encruamento, para os diferentes metais ensaiados em diferentes taxas de deformação em temperaturas ambiente e criogênica. A diminuição da temperatura de deformação desde temperatura ambiente até temperatura criogênica aumenta o limite de escoamento, resistência mecânica e alongamento uniforme. Entretanto, a taxa de deformação teve um ligeiro aumento no limite de escoamento e na resistência a tração. Conforme mostra a tabela 14, o parâmetro de Zener-Hollomon aumenta significativamente com a diminuição da temperatura e aumenta ligeiramente com o incremento da taxa de deformação. Portanto a temperatura de deformação tem um efeito maior nas propriedades mecânicas que a taxa de deformação.

No alongamento uniforme, o efeito da taxa de deformação não tem uma tendência bem definida. No alumínio, o aumento da taxa tende a aumentar o alongamento uniforme em ambas as temperaturas. No cobre e na prata, o aumento da taxa de encruamento tende a aumentar o alongamento uniforme em temperatura criogênica e diminui-o em temperatura ambiente. Para todos os metais, o expoente de encruamento foi maior em temperatura criogênica. Isto indica uma maior deformação uniforme no metal (REED-HILL 1992). Entretanto, o aumento da taxa de deformação só aumentou o expoente de encruamento na prata (em ambas as temperaturas) e no alumínio (em temperatura criogênica).

O aumento das propriedades mecânicas em temperatura criogênica pode ser relacionada com a supressão parcial de mecanismos associados à recuperação dinâmica. Isto é a redução na tendência de ocorrer fenômenos de deslizamento cruzado e deslizamento com desvio de discordâncias. A supressão da recuperação dinâmica aumenta a taxa de encruamento e conseqüentemente a densidade de defeitos armazenadas na deformação plástica (SARMA, 2010).

FIGURA. 62 - Variação de propriedades mecânicas em função da taxa de deformação e da temperatura, obtidas em tração axial do Alumínio, Cobre e Prata. (a) Limite de escoamento, (b) Limite de resistência à tração, (c) Alongamento uniforme e (d) Exponente de encruamento

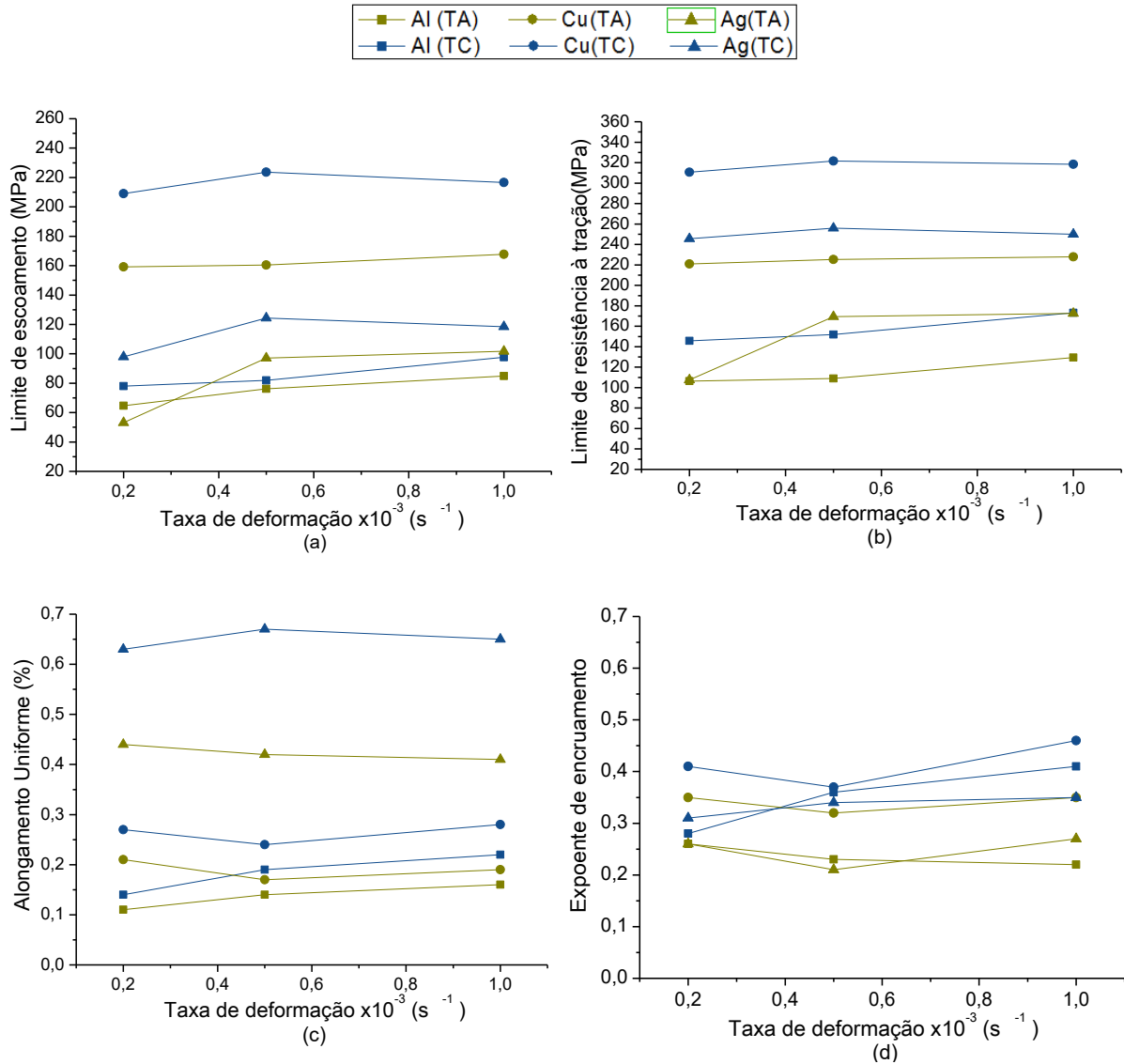


TABELA 14. Parâmetro de Zener-Hollomon

Condições Testes		Parametro Zener- Hollomon (Ln Z)		
Temperatura	Taxa de deformação	Aluminio	Cobre	Prata
298	1X10-3	59,68	72,2	67,60
	5X10-3	58,99	71,5	66,90
	2X10-3	58,08	70,59	65,99
78	1X10-3	247,52	295,33	277,75
	5X10-3	246,83	294,63	277,05
	2X10-3	245,9	293,72	276,83

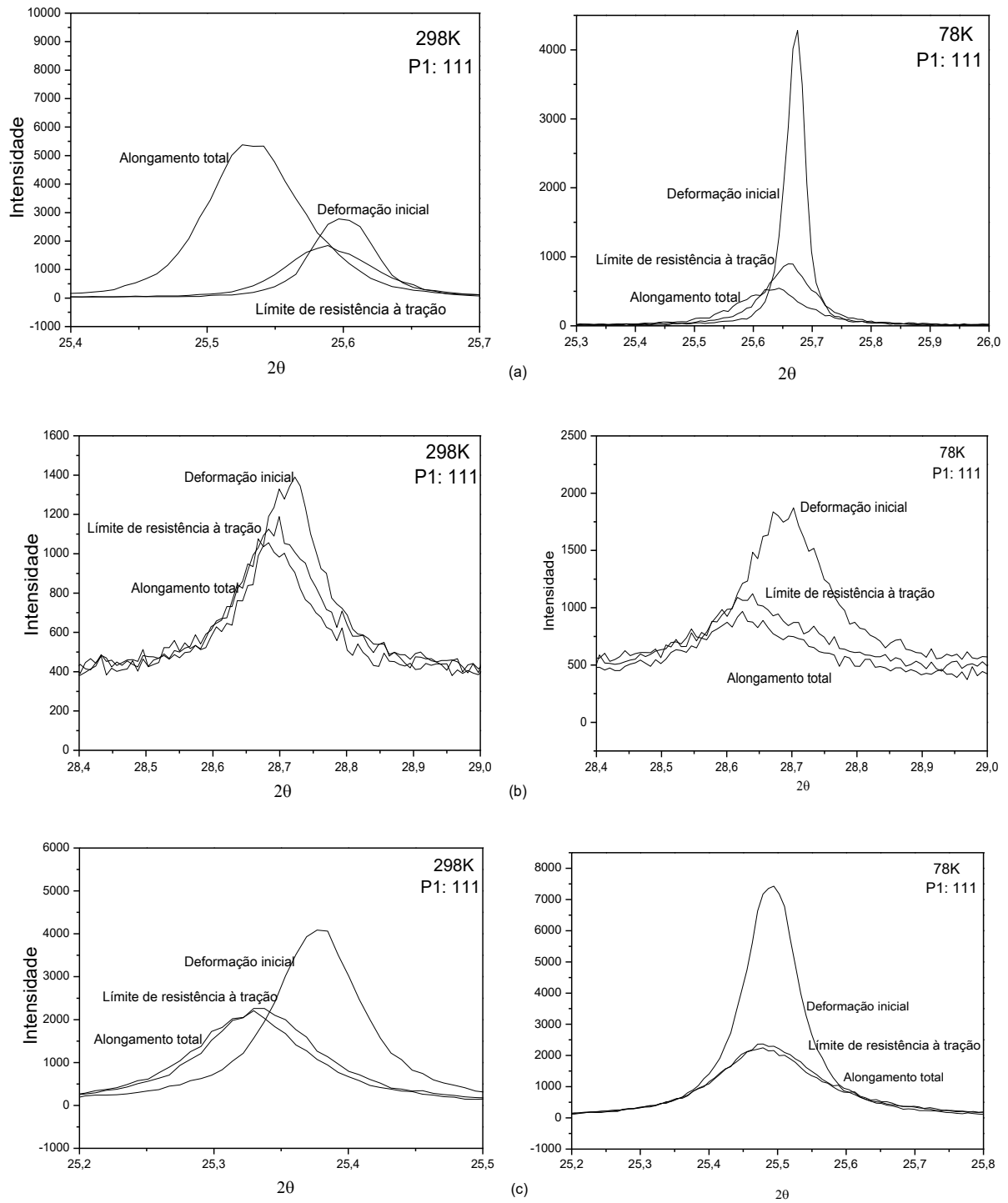
A inibição da recuperação dinâmica manifesta-se de diversas maneiras. Em primeiro lugar, na cinética da taxa de encruamento em função da deformação verdadeira. A taxa de encruamento diminui mais rapidamente para amostras deformadas em temperatura ambiente do que em temperatura criogênica (MAGALHÃES, 2017). Em segundo lugar, no maior expoente de encruamento em temperatura criogênica para os três metais. Por fim, na cinética da microdeformação e do tamanho de cristalito, e o aumento da densidade de discordâncias.

Para os três metais, a figura 63 apresenta a largura dos picos para o plano (111) em diferentes valores de deformação, em temperaturas ambiente e criogênica para a maior taxa de deformação. O aumento da largura para maiores graus de deformação está relacionado com o aumento na microdeformação e diminuição do tamanho médio de cristalito, resultando num aumento da densidade de discordâncias (PETRYK, 2007; BOWEN, 2000, CULLITY, 2001). Em temperatura criogênica, há um maior aumento da microdeformação e densidade de discordâncias e uma maior redução do tamanho médio de cristalito. Em temperatura ambiente, a cinética da microdeformação apresenta um comportamento oscilatório, evidenciando uma maior recuperação dinâmica. A temperatura criogênica decresce a mobilidade das discordâncias e por tanto reduz o processo de recuperação dinâmica, o qual permite que o acúmulo de discordâncias seja mais alto que a temperatura ambiente (HUANG 2011, HAILIANG , 2016).

Por outro lado, a redução do tamanho de cristalito sugere a diminuição do tamanho de subgrão, para a prata. Isto coincide com o menor tamanho de *dimples* observado em temperatura criogênica. O tamanho do cristalito é o tamanho médio do domínio coerente que reflete na difração, ele representa uma porção do cristal com a mesma orientação cristalográfica no caso do alumínio (AMERI et al, 2017; ANAND et al, 2018). Por tanto o tamanho do cristalito pode estar associado com as células de discordâncias e subgrãos dentro do grão. Os defeitos induzidos pela deformação formam emaranhados de discordâncias, ou células que são detectadas pela difração de raios X, levando a uma redução do tamanho médio de cristalito (BANERJE et al, 2018).

Com relação à microdeformação ao contrário do tamanho do cristalito, aumenta com o grau de deformação, a formação de discordâncias, juntamente com defeitos como falha de empilhamento e maclas causam um campo de tensão interno ou microdeformação (BANERJE et al, 2018).

FIGURA. 63 - Perfis de difração de raios X para três valores de deformação a 298K e 78K com uma taxa de deformação de $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ do (a) Alumínio, (b) Cobre e (c) Prata



6.2 EFEITO DA ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

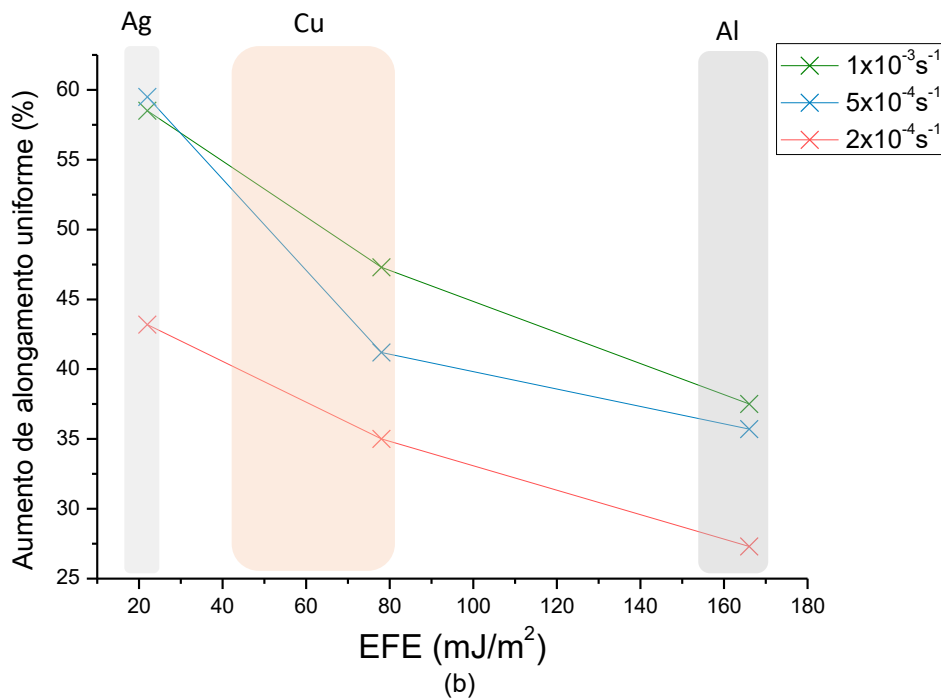
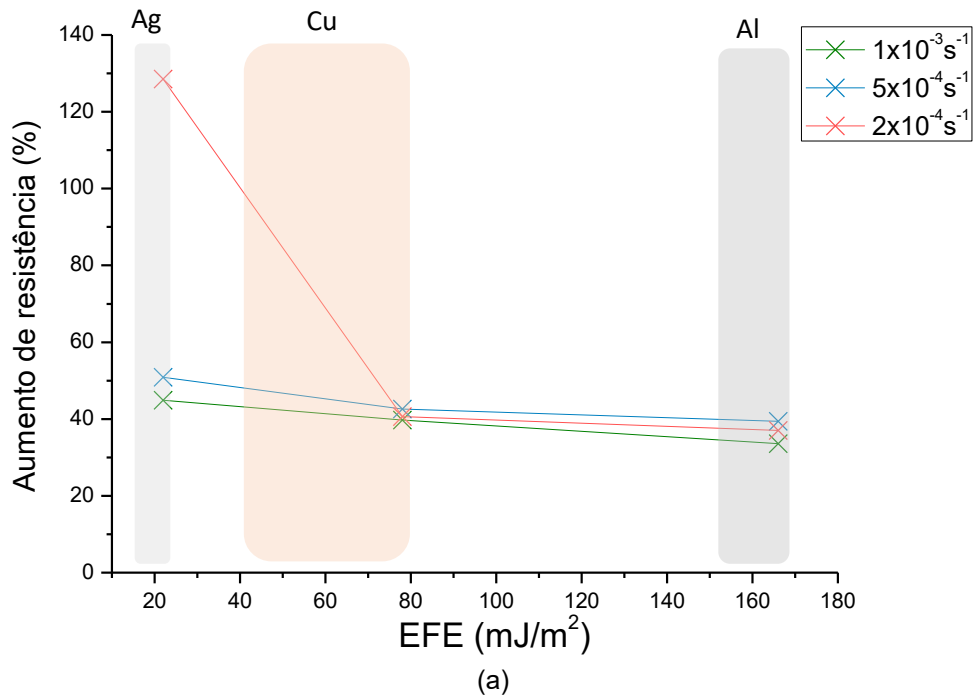
A figura 64 mostra a porcentagem de variação das propriedades mecânicas em função da energia de falha de empilhamento nas diferentes condições testadas. A diminuição da energia de falha de empilhamento tende a acrescer a porcentagem de aumento da resistência mecânica. Especialmente na menor taxa de deformação, na qual a prata (menor EFE) mostrou um aumento significativo da resistência mecânica. Também foi observado um incremento no aumento de alongamento uniforme com a diminuição da energia de falha de empilhamento, para todas as condições testadas.

Em metais com menor energia de falha de empilhamento, o aumento da densidade de discordâncias é maior. Isto permite um maior alongamento uniforme e uma maior resistência mecânica. Esta variação das propriedades mecânicas também se observa quando a energia de falha de empilhamento é reduzida pela diminuição de temperatura ou aumento da taxa de deformação.

Pode-se pensar que a diminuição da EFE com a diminuição da temperatura de deformação ou o aumento da taxa de deformação resultam em um acúmulo mais eficiente de discordâncias. É relevante lembrar que a temperatura tem um efeito maior na EFE que a taxa de deformação (PADILHA; SICILIANO, 2005).

A mudança de mecanismo de deformação pode também influenciar na ductilidade. Em metais com alta EFE como o alumínio, a deformação acontece por deslizamento de discordâncias independente da temperatura. Em metais com meia EFE como o cobre, a deformação acontece por discordâncias em temperatura ambiente. Entretanto, em temperatura criogênica, a deformação plástica por deslizamento é reduzida, favorecendo a deformação por maclagem. Isto reduz a perda de ductilidade. No caso da prata, metal com baixa EFE, a deformação por maclagem também pode aparecer nas diferentes temperaturas (MAGALHAES, 2017; SARMA, 2010; GONG 2013, 2015).

FIGURA. 64 - Porcentagem de variação de propriedades mecânicas de acordo com a temperatura em função da energia de falha de empilhamento do Alumínio, Cobre e Prata. (a) Aumento de resistência à tração e (b) Aumento de alongamento uniforme



Em geral, em temperatura criogênica deforma-se todos os planos. Isto sugere que as maclas são o mecanismo predominante. Em o alumínio e o cobre, não há variação na microdeformação de todos os planos. É pouca em comparação com a prata. Isto indicaria que na prata há maior deformação por maclas.

7. CONCLUSÕES

7.1 EFEITO DA TEMPERATURA E TAXA DE DEFORMAÇÃO

A diminuição da temperatura de deformação aumenta a resistência mecânica e a ductilidade simultaneamente.

A taxa de encruamento foi menor a baixa temperatura e altas taxas de deformação, razão de maior ductilidade nos metais estudados.

A supressão parcial da recuperação dinâmica é apresentada em baixa temperatura de deformação e altas taxas de deformação. Nestas condições a inibição da recuperação dinâmica manifesta-se com um comportamento gradual (não oscilatório) da microdeformação e um maior acúmulo de discordâncias.

7.2 EFEITO DA ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO

O alongamento uniforme aumenta com a redução da EFE. Isto proporciona uma maior taxa de encruamento, o que leva a uma deformação retardada aumentando a ductilidade.

O incremento da resistência com a diminuição da EFE é originada pelo menor tamanho de grão, maior limite de grãos e maior densidade de defeitos (discordâncias e maclas).

A taxa de encruamento aumento com a redução da EFE, causando melhor ductilidade nas amostras com EFE inferior.

A diminuição do tamanho médio de cristalito pode influenciar numa menor mobilidade de discordâncias e por tanto uma menor taxa de crescimento de *dimples*. Isto é mais notório em baixas temperaturas de deformação e metais com menor energia de falha de empilhamento.

8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Investigar outras condições de deformação de temperatura e taxa de deformação, na tentativa de maximizar o efeito do tempo nas propriedades mecânicas.
- Quantificar a microdeformação e o tamanho médio do cristalito pelo método de Williamson-Hall
- Fazer um estudo completo da microestrutura e texturas de deformação por meio da técnica de EBDS.
- Medir a dureza para avaliar a recuperação do material depois da deformação criogênica.

REFERÊNCIAS

- ABREU, G., Exploring metallic materials Behavior through in situ crystallographic studies by synchrotron radiation. **Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica** – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2014.
- AGUILAR et al. Caracterización del tamaño de cristalitas en polvos Cu-Cr aleados mecánicamente. Jornadas SAM/CONAMET – MEMAT, Mar del Plata, Argentina. 2005.
- AN X, HAN W, HUANG C, ZHANG P, YANG G, WU S, et al. High strength and utilizable ductility of bulk ultrafine-grained Cu–Al alloys. **Appl Phys Lett**; 92:201915. 2008.
- ASM. **ASM Handbook v. 9 – Metallography and Microstructures**. ASM International Handbook Committee, 2004.
- AVNER, SYDEY H. **Introducción a la Metalurgia Física**. 2a Edición. s.l. : Mc Graw Hill, 1988.
- BACON, D HULL AND D J. **Introduction to dislocations**. 4th Edition. s.l. : ButterworthHeinemann, 2001.
- BODNER SR, RUBIN, MB. Modeling of hardening at very high strain rates. **Journal of Applied Physics** 76, 1994; 2742–2747.
- BOWEN, JR; PRANGNELL PB; HUMPHREYS FJ. Microstructural evolution during formation of ultrafine grain structures by severe deformation. **Materials Science and Technology**. v. 16, p. 1246-1250, 2000.
- CETLIN. P., PEREIRA, P.S. Análise de fraturas. **Associação Brasileira de Metais (ABM)**. São Paulo. 1981.
- CHIEM, CY. Strain rate history effects and observations of dislocation substructure in aluminum single crystals following dynamic deformation. **Materials Science and Engineering**, 57, 233–247. 1983.
- CHINH, N. Q. et al. Plastic behavior of face-centered cubic metals over a wide range of strain. **Acta Materialia**. v. 58. p. 5015-5021, 2010.
- CNPEM. **UVX**. Disponível em: <http://lnls.cnpem.br/uvx/maquina/>. Acesso em: 28 mar 2017.
- CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. Elements of X-Ray Diffraction. 3ª ed. Londres: Pearson, 2001.
- DHAL SK, PANIGRAHI MS. Insight into the microstructural evolution during cryo-severe plastic deformation and post-deformation annealing of aluminum and its alloys **Journal of Alloys and Compounds**. doi:10.1016/j.jallcom.2017.08.062. 2017.
- DIETER, GEORGE E. **Mechanical Metallurgy**. s.l. : Mc Graw Hill, 1988.

EDALATI K, CUBERO-SESIN JM, ALHAMIDI A, MOHAMED IFB, HORITA Z. Influence of severe plastic deformation at cryogenic temperature on grain refinement and softening of pure metals: **Investigation using high-pressure torsion**. *Materials Science and Engineering A*. Sep 8;613:103-110. 2014.

GAO N, et al. The influence of stacking fault energy on the mechanical properties of nanostructured Cu and Cu–Al alloys processed by high-pressure torsion. **Scripta Mater**; 64:954–7. 2011.

GOMES, MR; FILHO EB. **Propriedades e usos de metais não ferrosos**. São Paulo. 1987.

Gong YL. The influence of strain rate, deformation temperature and stacking fault energy on the mechanical properties of Cu alloys. **Materials Science and engineering**. 2013.

GUBICZA J, et al. Principles of self-annealing in silver processed by equal-channel angular pressing: The significance of a very low stacking fault energy. **Materials Science and Engineering A** 527, 752-760. 2010.

HATHERLY F.J; HUMPHREYS. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2nd edition. s.l. : Elsevier, 2004.

HUANG F; TAO NR; LU K. Effects of impurity on microstructure and hardness in pure Al subjected to dynamic plastic deformation. **Science Direct**. 27(7), 628-632, 2011.

HULL, D.; BACON, D. Introduction to Dislocations. **Materials science and technology**. Elsevier Science, 2011.

HUMPHREYS FJ; HATHERLY M. “Recrystallization and Related Annealing Phenomena”, **Elsevier**, Segunda edición, 2004.

KUHLMANN-WILSDORF, D. Questions you always wanted (or should have wanted) to ask about work-hardening. **Materials Research Innovation**. n.1, p. 265-297, 1998.

MAGALHAES, DC et al. Plastic deformation of FCC alloys at cryogenic temperature: the effect of stacking-fault energy on microstructure and tensile behaviour. **Journal of Materials Science**, v. 52, p. 7466-7478, 2017.

MEYERS M.; CHAWLA K. **Mechanical Behavior of Materials, 2ª ed.**, New York: Cambridge University Press. p. 558-593. 2009.

MICHALAK, J. T. Metals handbook, vol. 8 ASM, **Metals Park**, OH, 1973.

PADILHA, AF; SICILIANO JF. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3ed. Ver. E ampl. São Paulo: ABM, 2005.

PANIGRAHI SK.; JAYAGATHAN R. Effect of annealing on precipitation, microstructural stability, and mechanical properties of cryorolled Al 6063 alloy. **Journal of Materials Science**. v. 45, p. 5624-5636, 2010.

PANIGRAHI SK.; JAYAGATHAN R. Effect of ageing on microstructure and mechanical properties of bulk, cryorolled, and room temperature rolled Al 7075 alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, p. 9609- 9616, 2011.

PETRYK H; STUPKIEWICZ SA. Quantitative model of grain refinement and strain hardening during severe plastic deformation. **Materials Science and Engineering A**. n. 444, p. 214-219, 2007.

RIVOGLAZ MA. X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals. New York: **Plenum Press**, 1969.

SARMA VS et a al. Role of stacking fault energy in strengthening due to cryo-deformation of FCC metals. **Materials Science and Engineering A** 527. 7624-7630. 2010.

SHAHSAVARI, A et al. Significant increase in tensile strength and hardness in 2024 aluminium alloy by cryogenic rolling. **Procedia Materials Science** 11, 84-88. 2015.

SHANMUGASUNDARAM T; MURTY BS.; SARMA VS. Development of ultrafine-grained high strength Al-Cu alloy by cryorolling. **Scripta Materialia**. v. 54, p. 2013-2017, 2006.

SMALLMAN R; NGAN A. **Modern physical metallurgy eighth edition modern physical metallurgy eighth edition**. 8. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2014.

TOTH LS, CHENGFAN G. Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation. **Materials Characterization** 92; 1-14. 2014.

UNGÁR T; BORBÉLY A. The effect of dislocation contrast on X-ray line broadening: A new approach to line profile analysis. **Applied Physics Letters**, v. 69, n. 21, p. 3173-3175, 1996.

UNGÁR T, OTT S, SANDERS P, BORBÉLY A, WEERTMAN, J. Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution X-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis. **Acta Mater**. 1998.

UNGÁR, T. et al. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice. **Journal of Applied Crystallography**, v. 32, p. 992-1002, 1999.

UNGÁR, T. Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening. **Scripta Materialia**, v. 51, n. 8, p. 777-781, out. 2004.

VERLINDEN, B. **Thermomechanical processing of metallic materials**. 1st Edition. s.l. : Elsevier, 2007.

WILLIAMSON GK; HALL WH. X-Ray line broadening from rolled aluminium and wolfram. **Acta Metallurgica**, v. 1, p. 22-31, 1953.

WOODCRAFT AL. Recommended values for the thermal conductivity of aluminium of different purities in the cryogenic to room temperature range, and a comparison with copper. **Cryogenics** 45(9). 626-636. 2005.

WU X, NARAYAN J, ZHU Y. Deformation twin formed by self-thickening, cross-slip mechanism in nanocrystalline Ni. **Appl Phys Lett**; 93:31910–31913. 2008.

WU, X. et al. Effect of stacking fault energy on mechanical behavior of cold-forging Cu and Cu alloys. **Materials and Design** 47 372–376. 2013.

XIAO GH; TAO NR; LU K. Microstructures and mechanical properties of a Cu-Zn alloy subject to cryogenic dynamic plastic deformation. **Materials Science and Engineering A**. v. 513-514, p. 13-21, 2009.

XU, Z.; ROVEN, H. J.; JIA, Z. Mechanical properties and surface characteristics of an AA6060 alloy strained in tension at cryogenic and room temperature. **Materials Science and Engineering A**, 648, p. 350-358, 2015.

YANG P, YANG H, TAO JM, LI CJ, SHEN L, ZHU XK. Influence of stacking fault energy on the mechanical properties and work hardening behavior of Ultra-Fine (UF) grained Cu and Cu alloys. **Trans. Tech. Publ.**; p. 1003–8. 2010.

ZANG QS, et al. Microstructural evolution and mechanical properties of Cu–Al alloys subjected to equal channel angular pressing. **Acta Mater**; 57:1586–601. 2009.

ZHAO YH, HORITA Z, LANGDON TG, ZHU YT. Evolution of defect structures during cold rolling of ultrafine-grained Cu and Cu–Zn alloys: influence of stacking fault energy. **Mater Sci Eng: A**; 474:342–7. 2008.