

## ESTIMATIVA DA DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS EM ARRANJOS ALTAMENTE COMPACTOS\*

Sergio Neves Monteiro<sup>1</sup>  
André Luiz Pinto<sup>2</sup>  
Luiz Paulo Brandão<sup>3</sup>  
Talita Gama de Sousa<sup>4</sup>  
Fabio da Costa Garcia Filho<sup>5</sup>

### Resumo

Densidades de discordâncias são comumente avaliadas em imagens obtidas através de microscopia eletrônica de transmissão utilizando técnicas desenvolvidas a partir da década de 1960. Baseadas no aumento e espessura dos filmes finos, estas técnicas usam relações da estereologia quantitativa juntamente com métodos de metalografia quantitativa. Em certas condições de deformação plástica de metais e ligas, como no caso do envelhecimento dinâmico, subestruturas de discordâncias podem estar tão densamente compactas que dificultam a identificação individual das discordâncias para contagem estereológica. No presente trabalho é proposto um método simples para estimar a densidade de discordâncias em arranjos altamente compactos, tendo como exemplo imagens de aço inoxidável em condições de envelhecimento dinâmico obtidas por microscopia eletrônica de transmissão.

**Palavras-chave:** Discordâncias; Medidas de densidade; Arranjos compactos; Aço inoxidável.

### EVALUATION OF DISLOCATION DENSITY IN HIGHLY COMPACTED ARRANGEMENTS

#### Abstract

Dislocation densities are commonly evaluated in images obtained by transmission electron microscopy using techniques developed since the beginning of 1960 decade. Based on the magnification and thickness of thin foil samples, these techniques apply stereological relationships together with quantitative metallographic methods. Under certain plastic deformation condition, such as dynamic strain aging, dislocation substructures are so compact that individual identification become difficult for stereological counting. In the present work a simple method to estimate the dislocation densities in highly compacted arrangements is proposed. As examples, images of stainless steel deformed in dynamics strain aging conditions and observed by transmission electron microscopy were used in this evaluation.

**Keywords:** Dislocations; Density measurements; Compacted arrangements; stainless steel.

<sup>1</sup> Engenheiro Metalúrgico, Ph.D em Ciência e Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro/RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro de Materiais, D.Sc em Ciência dos Materiais, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro/RJ, Brasil.

<sup>3</sup> Engenheiro de Materiais, D.Sc em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro/RJ, Brasil.

<sup>4</sup> Engenheira de Materiais, Doutoranda em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro/RJ, Brasil.

<sup>5</sup> Engenheiro de Materiais, Mestrando em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro/RJ, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Discordâncias têm um papel relevante na deformação plástica de estruturas cristalinas, particularmente as metálicas, em condições usuais de taxas de deformação e temperaturas correspondentes à aplicações práticas como nos processos de conformação [1]. Tanto como mecanismo de deformação quanto como causa de encruamento, as discordâncias estão diretamente ligadas às equações que interpretam esses fenômenos. Nestas equações a participação das discordâncias é dada por sua densidade, ou seja, o comprimento total das linhas de discordâncias em um volume unitário do material. A letra grega  $\rho$  é comumente usada para a densidade de discordâncias e sua unidade até hoje mais empregada é o  $\text{cm}^{-2}$  [2]. Entretanto, a unidade  $\text{m}^{-2}$  vem sendo também utilizada. Duas equações são consideradas referências históricas e até hoje utilizadas para compreensão do papel das discordâncias por meio de sua densidade. A equação de Orowan para deformação plástica [3].

$$\dot{\epsilon} = \rho b v \quad (1)$$

onde  $\dot{\epsilon}$  é a taxa de deformação,  $b$  o vetor de Burgers e  $v$  a velocidade média das discordâncias. Por sua vez a relação de Taylor, proposta já em 1934 [4], aplica-se à resistência mecânica.

$$\sigma = k \rho^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

onde  $k$  é uma constante característica do material.

Diferentes técnicas são atualmente utilizadas para observação de discordâncias [1] incluindo:

- (i) Ataques químicos para revelar pontos de emergências superficial da linha;
- (ii) Difração de raios-X através de topografia de Berg-Barret;
- (iii) Microscopia eletrônica de transmissão (MET).

Embora em todas estas técnicas a densidade de discordâncias possa ser calculada, a técnica de MET tem sido a mais empregada [4]. Assim, atualmente a densidade de discordâncias de um material é determinada por MET com auxílio das relações da estereologia quantitativa, também conhecida como metalografia quantitativa, como por exemplo o método utilizado por Ham [5]. Neste método, a densidade de discordâncias é estimada após a projeção de um conjunto de linhas aleatórias com comprimento total  $L$  em uma determinada área  $A$  de uma micrografia típica do MET. Em seguida, é contado o número de interseções  $N$  das discordâncias com as linhas da grade. Por fim, a densidade de discordâncias é dada por:

$$\rho = \frac{2N}{Lt} \quad (3)$$

onde  $t$  é a espessura da amostra.

Algumas dificuldades podem afetar a análise de discordâncias através desta técnica de MET. Todos os métodos existentes na literatura, inclusive o mencionado anteriormente, estão suscetíveis a esses problemas. O primeiro e o mais óbvio é a introdução de discordâncias durante a preparação da amostra. Outro seria a subestimação nos valores de  $\rho$  causada pela sobreposição de discordâncias devido aos emaranhados causados pela deformação. Além disso, um efeito marcante neste tipo de análise é a invisibilidade de algumas discordâncias. A porcentagem de discordâncias invisíveis varia de acordo com o eixo de zona utilizado para a obtenção da imagem a ser analisada, como indicado por Hirsch et al [6].

Outro aspecto importante nas medidas de densidade de discordâncias é o modo de observação utilizada no MET. Relatos mostram que a utilização do modo feixe paralelo, em amostras altamente deformadas, impede imagens claras das discordâncias. Isto se deve ao fato que este modo não permite um contraste eficiente do campo distorcido ao redor da discordância. Entretanto, é possível observar discordâncias de maneira mais contrastante utilizando-se o modo de microscopia eletrônica de varredura por transmissão (MEVT), em inglês “scanning transmission electron microscopy (STEM)”, onde feixes finos de elétrons são convergentes e as subestruturas de discordâncias podem ser claramente observadas e interpretadas nas imagens obtidas [7].

Por outro lado, emaranhados compactos com intensa superposição de linhas impedem, mesmo por MEVT, a clara observação individual de discordâncias como será aqui apresentado. Este é o caso das subestruturas de discordâncias em aços inoxidáveis austeníticos, como o AISI 301 deformado em tração a 500 e 600°C, sob taxa de deformação da ordem de  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  [8], desenvolvidas devido ao fenômeno de envelhecimento dinâmico (ED). Nestas condições de ED a subestrutura de discordância na parede das células torna-se tão compacta que somente se observa a imagem de uma região continuamente escura, qualquer que seja a técnica ou aumento em microscopia de transmissão. Isto decorre da superposição de um grande número de linhas de discordâncias no emaranhado compacto. Do conhecimento dos autores do presente trabalho, especificamente para estes emaranhados compactos, ainda não foi discutida a possibilidade de ser calculada a densidade de discordâncias. Assim, o objetivo deste artigo é propor um método simples para avaliar com uma ordem de grandeza, a densidade de discordâncias exclusivamente nas paredes de células formadas em condições de ED e associadas a emaranhados tão compactos que não permitem observar individualmente as discordâncias a não ser fora do emaranhado.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente trabalho o material utilizado foi um aço AISI 301, com composição química mostrada na Tabela 1, fornecida pela firma Sandvik e ensaiado em tração a 500°C até a fratura sob taxa de deformação de  $3,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Em recente trabalho [8], foi mostrado que para esse mesmo aço nestas condições de deformação ocorre o fenômeno de envelhecimento dinâmico (ED) provocando subestruturas tubulares de discordâncias, como mostrado esquematicamente na Fig. 1, nas quais as paredes das células tubulares são constituídas de emaranhados altamente densos de discordâncias.

**Tabela 1.** Composição química do aço AISI 301 (percentagem em peso)

C	Cr	Ni	Mn	Si	P	S
0,16	17,6	7,7	1,36	0,8	0,05	0,03

Discordâncias no aço AISI 301 foram obtidas por MET utilizando-se o modo tradicionalmente empregado. Neste modo tradicional, para gerar imagens com discordâncias aparentes, o primeiro procedimento da técnica de MET é encontrar o eixo da zona [220]. Este eixo é escolhido especificamente por apresentar uma menor fração de discordâncias invisíveis, que corresponderão somente a 1/6 do total

de discordâncias. Este eixo é localizado pelo modo de difração do MET através do padrão de pontas e linhas de Kikuchi. Após localização do eixo de zona, a análise prossegue na condição de duplo feixe, onde imagens são produzidas no modo MEVT [6].



Figura 1. Esquema da subestrutura de células tubulares com paredes formadas por emaranhados compactos de discordâncias

Entretanto, emaranhados tridimensionais compactos de discordâncias dificilmente permitem sua observação individual. Ou seja, a imagem por MET mostra como uma região totalmente escura. Deste modo, não é possível utilizar-se o clássico método de Ham [3] dado pela Eq. (3). Este é o caso típico dos arranjos de discordâncias observados a 500°C para o referido aço inoxidável austenítico AISI 301 ilustrado na Fig. 2, adaptada com permissão de Monteiro et al. [8]

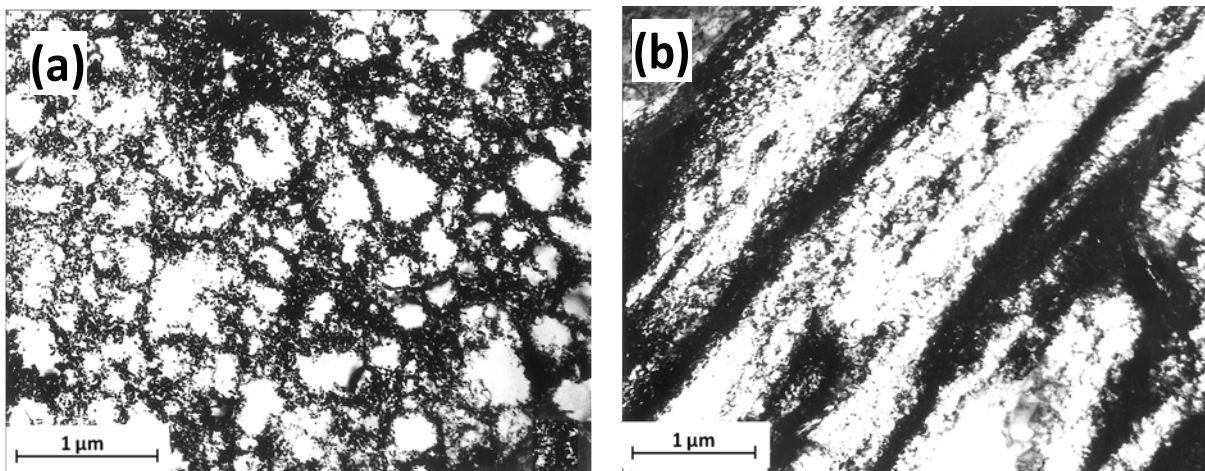


Figura 2. Imagens de MET dos arranjos de discordâncias no aço AISI 301 deformado em tração a 500°C em condições de envelhecimento dinâmico: (a) células para figura de difração {100}; (b) bandas de figura de difração {111}. Adaptado com permissão de Monteiro et al. [8].

Tendo em vista esta dificuldade de contagem individual de discordâncias utilizando-se o método clássico da densidade, Eq. (3), um método simples é aqui proposto para estimar, com uma ordem de grandeza, a densidade de emaranhados. Estes emaranhados podem ser tão compactos que o arranjo de discordâncias torna-se uma área totalmente escura, como em algumas regiões ilustradas na Fig. 2. Neste novo método proposto, é considerada, além de uma área que contenha um arranjo altamente compacto, também pelo menos uma discordância individual (solta), como no caso de algumas observadas na Fig. 2. Esta área é selecionada para se estimar a densidade de discordâncias. Na verdade, tendo em vista a espessura da amostra, tem-se um volume dentro do qual é feita uma estimativa do comprimento total das discordâncias. Uma vez que as discordâncias não podem ser individualizadas no volume, mede-se a espessura,  $e$ , da imagem da linha daquela vista individualmente, como está esquematicamente exemplificado na Fig. 3

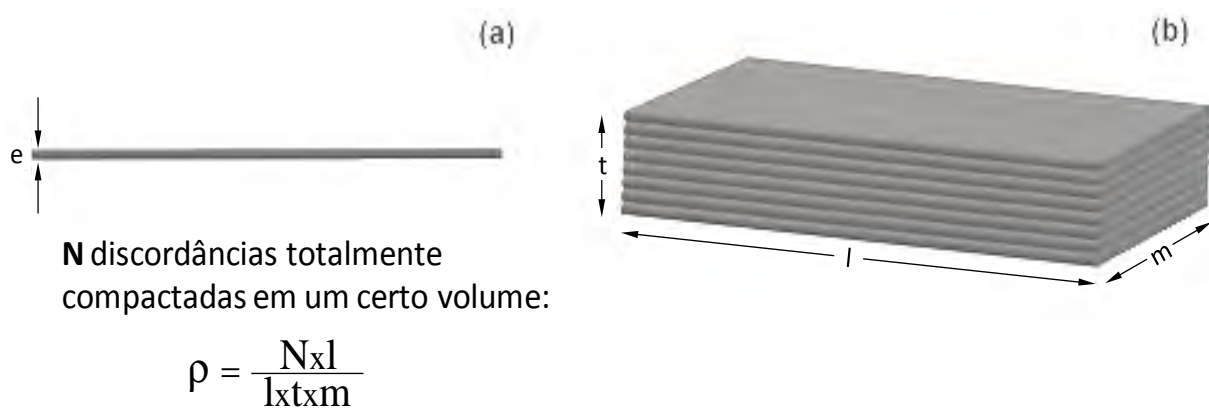


Figura 3. Esquema do modelo proposto para o cálculo da densidade de um volume ( $l \times m \times t$ ) altamente compacto de  $N$  discordâncias com espessura  $t$

Com base no modelo esquemático da Fig. 3, o número de discordâncias no volume considerado é dado por:

$$N = \frac{m \times t}{e^2} \quad (4)$$

E a densidade de discordâncias calculada como o comprimento total dividido pelo volume:

$$\rho = \frac{N \times l}{l \times t \times m} \quad (5)$$

Comparando-se as Eq. (4) e (5) obtém-se:

$$\rho = \frac{1}{e^2} \quad (6)$$

Ou seja, no modelo da Fig. 3, a densidade de um arranjo altamente compacto de discordâncias pode ser estimado pela simples medida do inverso do quadrado da espessura, Eq. (6), da linha de uma discordância, com imagem de MET individualizada e que esteja nas proximidades do arranjo.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com base no modelo da Fig. 3 e na Eq. (6) calculou-se a densidade de discordâncias de arranjos altamente compactos observados por MET em regiões, contendo também discordâncias soltas, em um aço inoxidável AISI 301 tracionado a 500°C em condições de envelhecimento dinâmico (ED). A Figura 4 mostra a imagem de uma destas regiões com difração eletrônica correspondente ao plano (100). Nesta figura, encontra-se demarcada a área da parede de uma célula, Fig. 1, com arranjo altamente compacto. Uma seta indica também uma discordância solta de cuja imagem se pode obter uma espessura de aproximadamente 0,8 mm. Tendo em vista o aumento da imagem, esta espessura corresponderia a aproximadamente 20 nm. Assim, pelo modelo proposto a partir da Fig.3 e da Eq. (6), a densidade da parede da célula seria estimada em:

$$\rho \sim 10^{11} \text{ cm}^{-2} \quad (7)$$

Esta foi a densidade relatada para a parede das células do mesmo aço AISI 301 a 500°C [8].

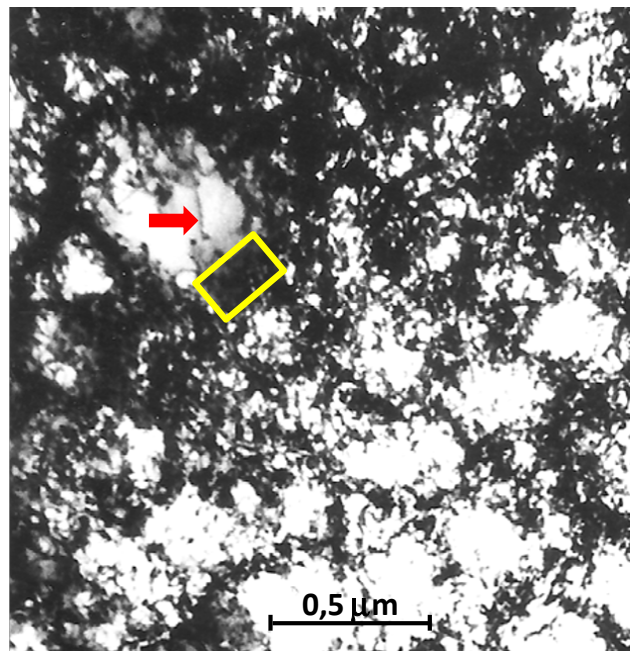


Figura 4. Parede de célula com arranjo altamente compacto (demarcado em retângulo). A seta indica uma discordância vizinha solta

A Figura 5 apresenta a imagem do aço AISI 301 também a 500°C obtida por MET com difração eletrônica correspondente ao plano (111). A Imagem desta figura mostra uma banda planar altamente compacta interpretada como sendo à vista lateral, Fig. 1, de uma parede colunar da célula [9]. Uma área desta banda na Fig. 5 está demarcada para destacar o arranjo altamente compacto, onde não se pode visualizar discordâncias individuais. Uma seta na Fig. 5 indica também uma discordância solta em cuja imagem foi medida uma espessura de cerca de 1,6 mm. Tendo em vista o aumento da imagem, esta espessura corresponderia a 40 nm. Assim, pelo modelo proposto da Fig. 3 e Eq. (6), a densidade de da banda da parede da célula poderia ser estimada em:

$$\rho \sim 10^{12} \text{ cm}^{-2} \quad (8)$$

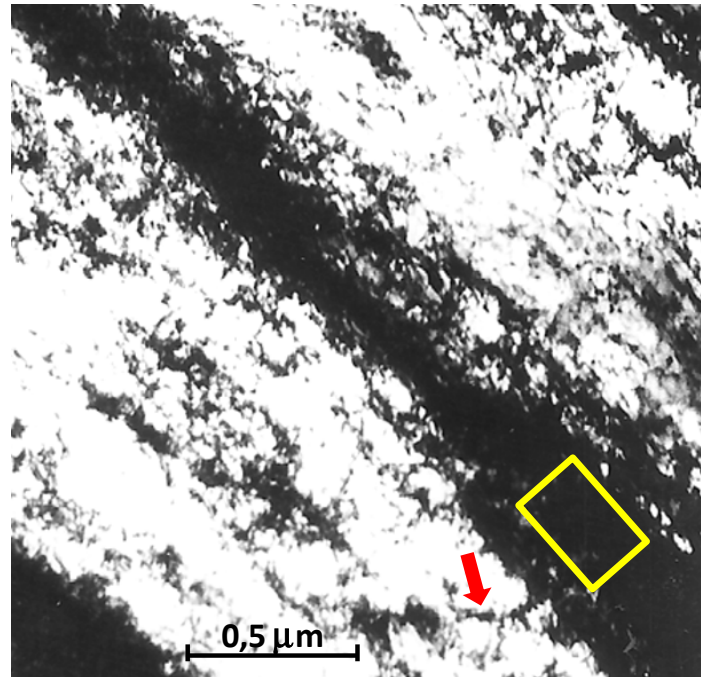


Figura 5. Parede de banda com arranjo altamente compacto (demarcado em retângulo). A seta indica uma discordância vizinha solta

Valor similar ao da densidade de discordâncias na Eq. (8) também foi observado em bandas compactas correspondentes a grãos com difração eletrônica em planos {111} [8].

Como considerações finais aos resultados mostrados no presente trabalho, é importante esclarecer que estas densidades de discordâncias  $\rho \sim 10^{11}$  e  $10^{12}$   $\text{cm}^{-2}$  foram estimadas pelo novo modelo apresentado na Fig. 3 e Eq. (6). Outros fatores como o limite de resolução para observação individual das discordâncias em arranjos compactos e o grau de emaranhamento das mesmas, poderiam levar a resultados mais precisos. Entretanto, os valores estimados de  $\rho \sim 10^{11}$  e  $10^{12}$   $\text{cm}^{-2}$  são coerentes com valores calculados em condições de ED, 500°C, do aço AISI 301 [8] e previsto no modelamento para o ED, 450°C do aço 316 L (N) [10].

#### 4 SUMÁRIO E CONCLUSÕES

- É proposto um novo modelo simples para se estimar a densidade de discordâncias observadas por microscopia eletrônica de transmissão (MET) em arranjos altamente compactos que não permitam individualizar cada discordância.
- O modelo considera discordâncias, paralelas ou com o mesmo comprimento, empacotadas em um volume no qual uma das dimensões é a espessura do filme fino da amostra observada por MET.
- A densidade  $\rho$  das discordâncias é obtida como

$$\rho = \frac{1}{e^2}$$

sendo  $e$  a espessura da linha de uma discordância individual solta e próxima ao arranjo altamente compacto, medida diretamente na imagem de MET.

- A densidade estimada pelo novo modelo para um aço inoxidável AISI 301 tracionado em condições de envelhecimento dinâmico (ED) a 500°C, que causa densos emaranhados de discordâncias, foi medida como sendo  $\rho \sim 10^{11}$  e  $10^{12} \text{ cm}^{-2}$ .
- Apesar de ser uma simples estimativa e portanto sujeita a imprecisões, os valores obtidos para a densidade são coerentes com resultados relatados para paredes de células de aços inoxidáveis em condições de ED.

### Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio concedido a esta pesquisa na forma de bolsas e recursos financeiros pelas agências brasileiras: CNPq, FAPERJ e CAPES.

### REFERÊNCIAS

- 1 Meyers MA, Chawla KK. Mechanical Behavior of Materials. 2ª Edição, Cambridge, UK: Cambridge University Press; 2009. p. 266.
- 2 Reed-Hill RE, Abbaschian R. 3ª Edição. Boston, USA: PWS-Kent Pub. Co.; 1992. p. 140.
- 3 Cottrell H. Dislocation and Plastic Flow in Crystals. Oxford, UK: Clarendon Press; 1953.
- 4 Taylor GI, Dislocation as a mechanism for plastic deformation. Proc. Royal Soc. (London). 1934; A145: 362-370.
- 5 Ham RK. The determination of dislocation densities in thin film. Phil. Mag. 1961; 6: 1183-1184.
- 6 Hirsch PB, Howie A, Nicholson RB. Electron Microscopy of Thin Crystals. 5ª Edição, Londres, UK: Butterworths Press; 1965.
- 7 Miyayima Y, Masatoshi M, Hata S. Quantification of internal dislocation density using scanning electron microscopy in ultrafine grained pure aluminum fabricated by severe plastic deformation. Mater Sci. Eng. A. 2010; 528: 776-779.
- 8 Monteiro SN, Nascimento LFC, Simonassi NT, Lima ES, Paula AS, Braga FO. High temperature work hardening stages, dynamic strain aging and related dislocation structure in tensile deformed AISI 301 stainless steel. J. Mater. Res. Technol. Aceito para publicação.
- 9 Monteiro SN, Kestenbach HJ. Influence of grain orientation on the dislocation substructure in austenitic stainless steel. Met. Mater. Trans. A. 1975; 6: 938-940.
- 10 Choudhary BK, Christopher J. Tensile flow and work hardening behavior of type 316 L (N) austenitic stainless steel in the framework of one-internal-variable and two-internal-variable approaches. Mater Sci, Eng. A. 2015; 636: 269-278.