INFLUÊNCIA DA ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO NA DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS E TEXTURA CRISTALOGRÁFICA DE METAIS CFC*

Saulo Brinco Diniz¹ Eustáquio de Souza Baêta Júnior² Nicki Robbers Darciano Cajueiro Moraes³ Talita Gama Sousa⁴ Luiz Paulo Brandão⁵

Resumo

A textura cristalográfica e a densidade de discordâncias têm um papel importante nas propriedades de vários metais, podendo ser modificada de acordo com os processamentos mecânicos e tratamentos térmicos realizados, além disto, também é influenciada pela estrutura cristalina e energia de falha de empilhamento (EFE). O presente trabalho buscou observar a influência da EFE na textura cristalográfica e na densidade de discordâncias de metais CFC submetidos a laminação a frio. Os materiais usados foram o latão α, cobre e uma liga de alumínio 1050, que possuem baixa, média e alta EFE, respectivamente. Pode-se observar que diferentes níveis de EFE propiciaram, para a mesma redução da espessura após a laminação a frio, distintas texturas nos materiais utilizados e diferentes densidades de discordâncias. **Palavras-chave**: Textura cristalográfica; Energia de falha de empilhamento; Densidade de discordância; Metais CFC.

INFLUENCE OF THE STACKING FAULT ENERGY IN THE DISLOCATIONS DENSITY AND CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE OF FCC METALS

Abstract

The crystallographic texture and the dislocations density has an important role in the metals properties and that can be evolved through the mechanical and thermal processing performed, and in addition is also affected by crystalline structure and the stacking fault energy (SFE). This study aimed to observe the influence of SFE in the crystallographic texture development and dislocation density of FCC metals subjected to cold rolling and posterior annealing. The materials used were α -brass, copper and 1050 aluminum alloy, which has low, medium and high SFE, respectively. It can be seen that for FCC materials with different levels of SPEs and same cold reduction, different textures and densities of dislocations were obtained which can be explained basis on the difference in SFE.

Keywords: Crystallographic texture; Stacking fault energy; Dislocation density, FCC metals.

¹ Eng. Metalurgista, M.Sc. em Eng. Metalúrgica, Doutorando em Ciência dos Materiais, SE-4/IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil; e Técnico de Educação - Soldagem, CTS-Solda, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Eng. Metalurgista, Mestrando em Ciência dos Materiais, SE-4/IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³ Eng. Mecânico, Mestrando em Ciência dos Materiais, SE-4/IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁴ Química, M.Sc., Doutoranda em Ciência dos Materiais, SE-4/IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁵ Eng. Metalurgista, D.Sc., Professor Associado, SE-4/IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. saulo_brinco@hotmail.com



A textura cristalográfica tem um papel importante nas propriedades de vários materiais, tais como limite de escoamento, limite de resistência, conformabilidade, condutividade elétrica, permeabilidade magnética, ductilidade e tenacidade, e segundo Bunge [1], esta pode contribuir com até 20% a 50% dos valores dessas propriedades.

Dentre as maneiras de se obter texturas diferentes em um metal, se destacam processamentos termomecânicos, como por exemplo, a laminação a frio seguida de um tratamento térmico de recristalização.

Para metais CFC, a textura de laminação a frio desenvolve-se ao longo de um tubo de orientações que vai de {110}<112> até {112}<111> dependendo da Energia de Falha de Empilhamento (EFE) do metal. Materiais com alta EFE tendem a apresentar forte textura {110}<112> (Brass), enquanto materiais com baixa EFE, como por exemplo o latão, tendem a reforçar o componente {112}<111> (Cobre). No caso do cobre que possui uma EFE intermediária apresenta, em geral, de forma balanceada os dois componentes do referido tubo de orientações [2].

O grau de deformação nestes metais após o processamento mecânico tem papel muito importante, principalmente, na intensidade da textura resultante. Engle [3] observou que para baixos graus de deformação em metais CFC a fibra α é observada (que vai da orientação Goss = {011}<100> até Brass = {110}<112>) e para altos graus de deformação prevalece a fibra β , iniciando na orientação Cobre = {112}<111>, passando pela orientação S = {123}<634>, enfim chegando na orientação Brass.

A textura de recristalização para materiais CFC é extremamente dependente da textura de deformação, que por sua vez é dependente da EFE do material. Para materiais com baixa EFE a textura mais intensa é a componente (110)<112> e a menos intensa (110)<001> (textura tipo Brass). Para materiais com alta EFE, a textura é tipo cobre e para materiais com alta EFE, podem-se representar as orientações preferenciais pelas fibras $\alpha \in \beta$ [4].

Assim como a textura, as discordâncias também têm um efeito marcante nas propriedades dos materiais, além de serem as principais responsáveis por sua deformação plástica. A densidade de discordâncias é uma característica micro estrutural amplamente estudada e fortemente influenciada pela EFE, que por sua vez está intimamente associada à recuperação, um importante parâmetro para sua avaliação e análise.

Várias técnicas podem ser utilizadas para analisar a densidade de discordâncias (ρ), entre elas a difração de raios X (DRX) e a microscopia eletrônica de transmissão (MET). A necessidade de conseguir avaliar ρ por técnicas mais simples buscam na difração de raios X um bom recurso para esse objetivo. Ao longo dos anos, métodos e programas têm sido desenvolvidos a fim de avaliar, com eficiência, ρ através da análise do alargamento da linha de difração de raios X. Para tal, esta pesquisa utilizou um programa computacional chamado CMWP (*Convolutional Multiple Whole Profile*) desenvolvido recentemente por um grupo de pesquisadores. Este programa permite avaliar vários parâmetros microestruturais dos perfis de difração, dentre eles, o valor de ρ , o qual é objeto de estudo deste trabalho.

O objetivo do método CMWP é descrever a forma e a largura dos picos de difração experimentais, através de perfis teóricos obtidos com base em dados cristalográficos das fases existentes, seguindo conceito similar ao do refinamento de Rietveld. Em outras palavras, seria obter um padrão de difração teórico representado por funções



analíticas e ajustá-lo ao padrão medido utilizando-se o método dos mínimos quadrados não linear de Levenberg-Marquardt, que por fim permite obter, a partir da largura à meia altura do pico, parâmetros microestruturais como a densidade de discordâncias.

O presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência da EFE na textura cristalográfica e densidade de discordâncias de metais CFC deformados por laminação a frio. Para isto utilizou-se três materiais com níveis de EFE diferentes, são eles: latão α , o cobre (comercialmente puro) e o alumínio 1050, que possuem pequena, média e alta EFE, respectivamente. Para evidenciar tais diferenças foram usadas figuras de polo direta e Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC) e avaliação de densidade de discordâncias por difração de raios-x.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados para este estudo foram o cobre (comercialmente puro), latão α (uma liga com 66% Cu e 34% Zn) e uma liga de alumínio 1050 (99,5% de alumínio).

Amostras desses materiais foram laminadas a frio, com uma redução final total de aproximadamente 50%. Nesta etapa, uma amostra de cada liga foi separada e nomeada: CD (Cobre Deformado), LD (Latão Deformado) e AD (Alumínio Deformado).

Outro conjunto de amostras laminadas a frio foi submetido a um tratamento térmico de recozimento para recristalização nas temperaturas de 350° C (alumínio 1050), 600° C (latão α) e 800° C (cobre) durante um tempo de 1 hora. O resfriamento de tais amostras foram realizadas no interior do forno desligado até a temperatura ambiente, com exceção da amostra de alumínio cujo resfriamento foi ao ar parado. Estas amostras então foram nomeadas como CR (Cobre Recozido), LR (Latão Recozido) e AR (Alumínio Recozido).

Amostras com 20 x 20 mm em suas distintas condições foram reduzidas a meia espessura, e submetidas à etapa de lixamento com sequência de lixas de carboneto de silício de 100 a 1200 #.

Antes de realizar a análise de textura cristalográfica e difração de raios X, as amostras foram atacadas quimicamente por imersão em uma solução de 20% de HF e 80% de H_2O_2 em volume, durante 20 segundos com um subsequente enxágue em álcool etílico 92,8 INPM.

As análises de textura cristalográfica foram realizadas em um Difratômetro de raios-x da empresa PANalytical, modelo X'Pert PRO MRD na condição de foco ponto. As análises de textura foram realizadas utilizando as figuras de polo dos planos (111), (200) e (220). As figuras de polo e as FDOC (Figura de Distribuição de Orientação Cristalográfica) segundo Roe, foram geradas através do software popLA.

Para análise de densidade de discordância, primeiramente foi obtido o difratograma, com auxílio do mesmo equipamento utilizado na análise de textura, porém na configuração de foco linha. Para esta análise foi realizada uma varredura de 30° a 110°, com um tamanho de passo (step size) de 0.0394° e tempo por passo (time per step) de 0.022 s. O software CMWP (*Convolutional Multiple Whole Profile*) foi utilizado para a estimativa da densidade de discordância [5].

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta difratogramas típicos das amostras (a) LD, (b) CD e (c) AD com seus principais picos identificados.



Figura 1. Difratogramas obtidos pela análise de DRX das amostras (a) LD, (b) CD e (c) AD.

Na Figura 1(c), além dos picos associados aos planos (111), (200) e (220) foram evidenciados outros picos de baixa intensidade, que possivelmente são associados a óxidos, inclusões ou precipitados presentes nas amostras, porém o objetivo deste trabalho não é discutir a presença de tais picos e sim utilizar os picos referentes aos planos (111), (200) e (220) das amostras para o cálculo de densidade de discordâncias através do programa CMWP.

Na Tabela 1 são apresentas os valores de densidades de discordância estimadas pelo software CMWP para as amostras deformadas. Não serão apresentadas as densidades de discordância para as amostras que foram recozidas, pois o tempo e temperatura de encharque não foram os mesmos, e desta forma o comportamento da densidade de discordância não terá uma relação direta com a EFE.

Tabela 1. Densidade de discordância estimadas pelo software CMWP para as amostras deformadas.

Metal CFC	Latão α	Cobre	Alumínio 1050
Condição	LD	CD	AD
Densidade de Discordância (cm ⁻²)	2,5 x 10 ¹²	1,5 x 10 ¹²	1,2 x 10 ¹²

* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.



De acordo com a Tabela 1 pode-se observar que a densidade de discordâncias foi maior para o latão que possui menor EFE e menor para o alumínio que possui a maior EFE. O cobre que possui EFE intermediária em relação aos outros dois materiais ficou com um nível de discordância intermediário. Em se tratando do método de estimativa, este se mostrou coerente ao ser comparado com outros métodos de análise, como foi demonstrado no trabalho de Sousa [6], no qual comparou a densidade de discordâncias de amostras de cobre e latão, estimada pelo software CMWP e pelo método do intercepto via MET.

O comportamento observado pode ser entendido a luz dos mecanismos de recuperação, principalmente o deslizamento cruzado. Sabe-se que o deslizamento cruzado ocorre com maior facilidade para materiais que possuem maior EFE, sendo este mecanismo o maior responsável por facilitar a recuperação durante os processos de deformação a frio [7]. Este mecanismo também pode influir na formação da textura final desses materiais por laminação a frio.

As Figuras 2, 3 e 4 apresentam as Funções de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC) das amostras de cobre, latão e alumínio, respectivamente, as duas diferentes condições de tratamento, deformada (a) e recozida após deformação (b).



Figura 2. FDOC para o cobre nas condições de (a) deformado (CD) e (b) recozido (CR).



Figura 3. FDOC para latão α nas condições de (a) deformado (LD) e (b) recozido (LR).



Figura 4. FDOC para o alumínio 1050 nas condições de (a) deformado (AD) e (b) recozido (AR).

* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.



O desenvolvimento da textura do latão que possui a menor EFE dentre os materiais usados nesse artigo apresenta um componente de textura do tipo Brass (B) = $\{011\}<112>$ bastante intenso, intensidade 10, conforme pode ser observado na Figura 2 (a), na seção phi = 0°, e textura fraca do tipo Cobre (C) = $\{112\}<111>$ com nível 2. O recozimento desse material foi capaz de alterar a textura obtida após a laminação a frio e passou a apresentar o componente Cubo (Cub) = $\{001\}<100>$ com intensidade 3 e uma textura do tipo Cobre (C) = $\{112\}<111>$ muito fraca (nível 2), como pode ser notado na Figura 3 (b). Numa análise comparativa com o caso anterior, das amostras de cobre, observada um grande aumento de intensidade do componente Brass e uma diminuição expressiva do componente tipo Cobre, na condição de laminado a frio, o que pode ser entendido como consequência da diferença na EFE existente entre esses materiais.

Este efeito da diferença da EFE no desenvolvimento da textura dos materiais CFC, principalmente na laminação a frio, também fica evidente quando se observa os resultados apresentados nas Figura 4 (a) e (b) da textura do alumínio, que possui a maior EFE dentre os materiais CFC usados nesse artigo. A Figura 4 (a) mostra a FDOC do AI deformado a frio onde pode-se observar uma textura tipo Brass (B) = $\{011\}<112>$ com intensidade 8 e uma textura do tipo Cobre (C) = $\{112\}<111>$ com nível 4. Verifica-se que a maior EFE do alumínio levou a intensificação do componente Brass menor do que do latão sem produzir uma queda do componente Cobre quando estes resultados são comparados com os apresentados pelas amostras de cobre que possui EFE intermediária. Como pode ser observado na Figura 4 (b), o recozimento também alterou de forma significativa a textura da amostra AD, que passou a apresentar uma componente intensa de Cubo (Cub) = $\{001\}<100>$ com nível 9.

De acordo com os resultados apresentados anteriormente (Figuras 2, 3 e 4), podese observar que houve uma mudança significativa nas FDOC's, seções phi = 0 e 45°, para as amostras de alumínio 1050, cobre e de latão, da condição de laminada a frio (DA, CD e LD) para a condição de recristalizada (AR, CR e LR), mostrando a efetividade do recozimento na formação de textura típica de recristalização. Porém, quando se compara os materiais na mesma condição, observa-se que há qualitativamente uma similaridade nas FDOC's, principalmente para a condição de apenas laminado a frio (AD, CD e LD). O mesmo não é observado na comparação das amostras no estado recristalizado, onde pode-se constatar diferentes componentes de textura e intensidades para os materiais em estudo.

De acordo com o objetivo principal deste estudo, que foi estudar a influência da EFE na textura cristalográfica e densidade de discordâncias de metais CFC, com base nos resultados apresentados, pode-se observar que a EFE exerceu um papel fundamental tanto no desenvolvimento de textura quanto na densidade de discordância.

* Contribuição técnica ao 70º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 15º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 17 a 21 de agosto de 2015, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.



É conhecido que uma maior EFE facilita o deslizamento cruzado [7] sendo que a ativação desse processo pode influi nas duas variáveis em estudo (densidade de discordâncias e textura cristalográfica). Como a textura de recristalização é influenciada pela textura de deformação as diferenças encontradas nas condições recristalizadas (AR, CR e LR) podem ser entendidas em função das diferenças verificadas nas texturas de deformação, consequentemente sendo, portanto, indiretamente influenciadas pela EFE.

4 CONCLUSÃO

De acordo com os dados apresentados e discutidos, pode-se concluir que:

(i) A EFE influi no processo de deformação a frio e, consequentemente, na densidade de discordâncias após deformação a frio de forma que o material com maior EFE desenvolveu menor densidade e o com menor EFE apresentou a maior;

(ii) O tratamento térmico de recozimento para recristalização foi eficaz para introduziu textura nas amostras de cobre e latão α , e foi menos eficaz para as amostras de alumínio;

(iii) A EFE teve um papel fundamental, na modificação da textura na condição de deformado (AD, CD e LD), no qual observou-se apenas um deslocamento das curvas nas FDOC's e uma pequena diferença nos máximos níveis obtidos;

(iv) Para as amostras na condição de recristalizada (AR, CR e LR) houve uma diferença significativa nas FDOC's obtidas no qual tal comportamento pode ser explicado pelos distintos níveis de recristalização nas amostras.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Votorantim Metais – CBA e dos materiais envolvidos neste trabalho, ao IME pela infraestrutura oferecida e a CAPES pelas bolsas de mestrado dos autores E. S. Baêta Júnior, N. R. D. C. Moraes, e pelas bolsas de doutorado dos autores S. B. Diniz e T. G. Sousa.

REFERÊNCIAS

- 1 Bunge, H J. Three-dimensional texture analysis. International Materials Reviews, v. 32, p. 265-291, 1987.
- 2 Viana, CSC; Paula, AS. Texturas de Deformação. Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. São Paulo: EPUSP, 2001.
- 3 Engler, O; Randle, V. Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping. 2 ed., Editora Boca Raton, FL, 374p. 2010.
- 4 Lima, NB; Lima, LMG; Padilha, AF. Texturas de Recristalização. Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. São Paulo: EPUSP, 2001.
- 5 Ribárik G. Modeling of diffraction patterns based on microstructural properties. Tese de doutorado, Eötvös Loránd University, Budapest, 2008.
- 6 Sousa, TG; Diniz, SB.; Pinto, AL; Brandão, LP. Dislocation Density Evaluation By X- Ray Diffraction Line Broadening And Tem Of Deformed Copper. Paper submetido à revista Materials Research. Novembro / 2014
- 7 Padilha, AF; Siciliano JR, F. Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura. Terceira Edição, Revisada e Ampliada, Volume Único. São Paulo: ABM Livros, 2005.