

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS**

MARCEL TADASHI IZUMI

**ESTUDO *IN SITU* DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE METAIS CFC DE
DIFERENTES ENERGIAS DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO**

PONTA GROSSA

2018

MARCEL TADASHI IZUMI

**ESTUDO *IN SITU* DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE METAIS CFC DE
DIFERENTES ENERGIAS DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO**

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 Cintho

Co-orientador: Prof. Dr. John Jairo Hoyos Quintero

PONTA GROSSA

2018

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

Izumi, Marcel Tadashi

I98 Estudo in situ da deformação criogênica de metais CFC de diferentes energias de defeito de empilhamento / Marcel Tadashi Izumi. Ponta Grossa, 2018.
87f.

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 Cintho
Coorientador: Prof. Dr. John Jairo Hoyos Quintero

1. Deformação criogênica. 2. Energia de defeito de empilhamento. 3. Microdeformação. 4. Recuperação dinâmica. 5. Maclação mecânica. I. Cintho, Osvaldo Mitsuyuki. II. Quintero, John Jairo Hoyos. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais. IV. T.

CDD: 620.11

MARCEL TADASHI IZUMI

**ESTUDO *IN SITU* DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE METAIS CFC DE
DIFERENTES ENERGIAS DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO**

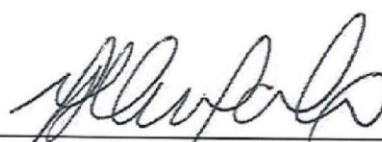
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

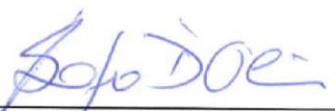
Ponta Grossa, 22 de fevereiro de 2018.



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)



Profª. Ana Sofia Clímaco Monteiro de Oliveira
Doutora em Metalurgia e Materiais
Universidade Federal do Paraná (UFPR)

Aos meus pais, Mário e Miriam;
e aos meus padrinhos, Carlos (*in memoriam*) e Elizabeth.

AGRADECIMENTOS

A Deus.

Ao Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho, pela orientação, confiança e amizade, que possibilitaram todo o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. John Jairo Hoyos Quintero, pelo apoio com interpretação de dados de difração de raios X e pelo desenvolvimento de planilhas de cálculos;

Ao Prof. Dr. Márcio Ferreira Hupalo, pelas valiosas discussões sobre Metalurgia;

Ao Prof. Me. Selauco Vurobi Júnior, por toda a contribuição na área de Metalografia de não-ferrosos;

Ao Prof. Dr. Denilson José Marcolino de Aguiar, da UTFPR, pelo auxílio com a interpretação dos dados dos ensaios mecânicos e de difração de raios X;

Ao Prof. Dr. André Victor Chaves de Andrade, do departamento de Física da UEPG, pelo auxílio na interpretação dos dados de difração de raios X.

Ao CNPEM e a todos os colaboradores envolvidos neste projeto, pela disponibilização da estrutura para realização dos experimentos, especialmente ao Eng. Leonardo Wu, pelo apoio nos experimentos, por transmitir conhecimentos de operação da linha XTMS e pelas explicações sobre o funcionamento do anel síncrotron.

Aos colegas da pós-graduação e graduação: Milene Yumi Maeda, pela amizade e paciência em ensinar a operar o laminador e os demais testes criogênicos; Maicon Rogério Crivoi, pela amizade e pela colaboração nos experimentos no CNPEM e na UEPG; aos colegas Joéverton Iurk Pereira e Ricardo Sanson Namur, pela amizade e pelas valiosas sugestões acerca do campo de pesquisa; Maxwell Silva Azevedo pela amizade e auxílio com a preparação metalográfica e polimento eletrolítico, e pelas relevantes discussões sobre o tema de pesquisa, Ana Luisa Terasawa Senra e

Maurício de Castro, pela amizade e pela parceria na preparação dos experimentos realizados em Campinas.

Aos colaboradores da UEPG, em especial ao Dr. Milton Michel, e às secretárias Selma e Josely, pela paciência e apoio técnico.

Ao meu irmão Eng. Bruno Kioshi Izumi e à minha cunhada Eng. Bruna Leão Malkowski Izumi, pela paciência com a correção final do texto.

À CAPES pela concessão da bolsa de Mestrado.

A todos os familiares, amigos e profissionais que direta ou indiretamente contribuíram para a conclusão desta pesquisa.

“Se eu vi mais longe, foi por estar de pé sobre os ombros de gigantes”.

Isaac Newton

RESUMO

Três metais CFC comercialmente puros (alumínio, cobre e prata) foram deformados por ensaios de tração uniaxial e caracterizados por difração de raios X *in situ*, utilizando uma fonte síncrotron, em temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K). A supressão parcial da recuperação dinâmica decorrente do processamento criogênico permite melhorias nas propriedades mecânicas, tais como ductilidade e resistência. Esta supressão resulta em um aumento na densidade de defeitos internos dos metais durante a deformação, promovendo um refino microestrutural e aumento da microdeformação. O refino microestrutural é manifestado pela evolução de *dimples* na superfície de fratura e pela redução do tamanho médio de cristalitos. Todos os metais apresentaram maior resistência mecânica em temperaturas criogênicas, entretanto somente o cobre e a prata apresentaram aumento de ductilidade. Esse comportamento é atribuído à menor energia de defeito de empilhamento destes metais em comparação com o alumínio.

Palavras-chave: Deformação criogênica, energia de defeito de empilhamento, microdeformação, recuperação dinâmica, maclação mecânica.

ABSTRACT

Three FCC commercially pure metals (aluminum, copper and silver) were deformed by uniaxial tensile tests and were characterized by *in situ* X-ray diffraction, using a synchrotron source, at room (293K) and cryogenic (77K) temperatures. The partial suppression of dynamic recovery due to cryogenic processing allows an improvement in mechanical properties, such as ductility and strength. This suppression results in an increase in the internal defects density of metals during the strain, promoting microstructural refining and increase of microstrain. The microstructural refinement is manifested by *dimples* evolution on the fracture surface and reduction of average crystallite size. All metals present higher mechanical strength at cryogenic temperature, nevertheless the ductility only was increased in copper and silver. This behavior is attributed to lower stacking fault energy of these metals in comparison with aluminum.

Keywords: Cryogenic deformation, stacking fault energy, microstrain, dynamic recovery, twinning.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	Curva Tensão de cisalhamento resolvida x Deformação de cisalhamento resolvida, mostrando os quatro estágios do encruamento.	24
Figura 2	Arranjos esquemáticos de discordâncias em metais encruados	25
Figura 3	Representação esquemática da decomposição de uma discordância b1, em duas parciais b2 e b3, separadas pela distância d0.	25
Figura 4	Modelo proposto por Mishra <i>et al.</i> para explicar a evolução microestrutural de amostras de cobre sujeitas a ECAP, gerando a estrutura submicrocristalina.	29
Figura 5	Representação esquemática dos estágios de recuperação de um metal deformado plasticamente.	31
Figura 6	Amolecimento por deformação do níquel pré-deformado por ondas de choque, a 20 GPa.	32
Figura 7	Falha (a) por cisalhamento em um metal puro (b) em um monocristal de cobre.	34
Figura 8	Surgimento de microtrincas e microcavidades no material.	35
Figura 9	Morfologia de <i>dimples</i> presentes na superfície de fratura de um aço 1018 recozido, feitas com microscópio eletrônico de varredura, após teste de tração.	36
Figura 10	Curvas de ensaios mecânicos realizado com ferro Armco em diferentes temperaturas (estrutura CCC).	37
Figura 11	Curvas de ensaios mecânicos realizado com titânio comercialmente puro em diferentes temperaturas (estrutura HC).	37
Figura 12	Dependência da tensão de escoamento com a temperatura para diversos metais CFC comerciais.	38
Figura 13	Representação da contribuição da microdeformação no alargamento do pico de difração.	42
Figura 14	Efeito da deformação na posição e na largura dos picos de difração.	43
Figura 15	Anel síncrotron UVX.	46
Figura 16	Fluxograma representando as etapas de obtenção das amostras, os ensaios realizados e os métodos de análise utilizados.	49
Figura 17	Laminador de laboratório Fenn.	49
Figura 18	Dimensões em milímetros do corpo de prova adaptado para uso na Gleeble 3S50®.	50
Figura 19	Conjunto de suportes usinados para utilização na linha XTMS.	50
Figura 20	Câmara da Gleeble 3S50®.	52
Figura 21	Micrografias da seção longitudinal de amostra de alumínio após recristalização.	57
Figura 22	Micrografias da seção longitudinal de amostra de cobre após recristalização.	57

Figura 23	Micrografias da seção longitudinal de amostra de prata após recristalização.	58
Figura 24	Curvas tensão x deformação para o alumínio ensaiado em temperaturas ambiente e criogênica.	59
Figura 25	Curvas tensão x deformação para o cobre ensaiado em temperaturas ambiente e criogênica.	60
Figura 26	Curvas tensão x deformação para a prata ensaiada em temperaturas ambiente e criogênica.	60
Figura 27	Micrografias da superfície de fratura.	64
Figura 28	Perfis de difração de raios X ensaiadas na linha XTMS.	65
Figura 29	Microdeformação e tensão, em função da deformação.	68
Figura 30	Tamanho de cristalito e tensão, em função da deformação.	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Propriedades gerais de alumínio, cobre e prata.	19
Tabela 2	Substâncias utilizadas para realização de ensaios em baixas temperaturas.	20
Tabela 3	Parâmetros fornecidos por um perfil de difração e as possíveis propriedades obtidas a partir da análise dos parâmetros	44
Tabela 4	Método de análise e forma de cálculo dos parâmetros: tamanho médio de cristalitos e microdeformação.	44
Tabela 5	Temperaturas e tempos de recozimento.	51
Tabela 6	Tempos de aquisição, quantidade de perfis de difração obtidos e faixa de detecção, por amostra ensaiada.	53
Tabela 7	Eletrólitos para polimento eletrolítico.	55
Tabela 8	Reagentes químicos utilizados para ataque das amostras estudadas.	56
Tabela 9	Resultados dos testes mecânicos e de redução de área das amostras ensaiadas em temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K).	61
Tabela 10	Extensão da deformação homogênea das amostras ensaiadas em temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K).	62

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CCC	Cúbica de Corpo Centrado (estrutura)
CFC	Cúbica de Face Centrada (estrutura)
CNPEM	Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais
DPD	Deformação Plástica Dinâmica (<i>Dynamic Plastic Deformation</i>)
EDE	Energia de defeito de empilhamento (SFE - <i>Stacking Fault Energy</i>).
HC	Hexagonal Compacta (estrutura)
JCPDS	Comitê internacional que padroniza dados de difração de raios X (<i>Joint Commitee on Powder Diffraction Standards</i>).
LEDs	Estruturas de discordâncias de baixa energia (<i>Low-energy dislocations structures</i>)
LNLS	Laboratório Nacional de Luz Síncrotron
LNNano	Laboratório Nacional de Nanotecnologia
LRT	Limite de resistência à tração
MGS	Tamanho de grão mínimo (<i>minimum grain size</i>)
MEV-FEG	Microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (do inglês, <i>Field Emission Gun</i>)
SSGS	<i>Steady state grain size</i> (ou tamanho de grão no estado estacionário)
SMAT	Tratamento superficial por atrito mecânico (<i>Surface mechanical attrition treatment</i>)
SPD	Deformação Plástica Severa (<i>Severe Plastic Deformation</i>)
UFG	Materiais com grão ultrafino (<i>Ultrafine Grained Materials</i>)
UVX	Anel síncrotron instalado em Campinas. Será substituído pelo Anel Sirius.
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, onde está instalada o equipamento Gleeble® (<i>X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation Station</i>)

SUMÁRIO

1. OBJETIVOS	15
1.1. OBJETIVO GERAL	15
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	15
2. INTRODUÇÃO	16
3. REVISÃO DE LITERATURA.....	18
3.1. PROPRIEDADES DE ALUMÍNIO, COBRE E PRATA	18
3.2. ESTUDOS DE METAIS EM TEMPERATURAS CRIOGÊNICAS	20
3.3. ENCRUAMENTO, MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO E EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL: INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE PROCESSO ...	22
3.4. DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA: CONCEITOS, RECUPERAÇÃO DINÂMICA E ABORDAGENS DE PESQUISA.....	30
3.5. FRATURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE METAIS DÚCTEIS EM TEMPERATURAS CRIOGÊNICAS.....	34
3.6. ANÁLISE DA ENERGIA ARMAZENADA NA DEFORMAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	39
3.7. FONTE SÍNCROTRON.....	45
3.8. SÍNTESE INTEGRADORA	47
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	49
4.1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS – LAMINAÇÃO	49
4.2. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS – RECOZIMENTO	51
4.3. PARÂMETROS DOS ENSAIOS MECÂNICOS E DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X <i>IN SITU</i> NA LINHA XTMS.....	51
4.4. ANÁLISE DE SUPERFÍCIE DE FRATURA – MEV-FEG	54
4.5. METALOGRAFIA.....	55
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
5.1. MICROGRAFIAS	57
5.2. ENSAIOS MECÂNICOS	59
5.3. FRACTOGRAFIA – MEV-FEG	63
5.4. DIFRAÇÃO DE RAIOS X <i>IN SITU</i>	65
5.4.1. Perfis de difração de raios X	65
5.4.2. Microdeformação	67
5.4.3. Tamanho de Cristalito	69
6. CONCLUSÕES	72
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	73

REFERÊNCIAS.....	74
OBRAS CONSULTADAS	85
ANEXO I: SISTEMA INICIAL DE FIXAÇÃO DAS AMOSTRAS NA GLEEBLE	86

1. OBJETIVOS

1.1. OBJETIVO GERAL

- Avaliar o efeito da energia de defeito de empilhamento no comportamento microestrutural e mecânico de metais de estrutura CFC deformados criogenicamente.

1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar a evolução microestrutural dos metais deformados criogenicamente por meio de difração de raios X *in situ*.
- Analisar o efeito dos parâmetros de deformação criogênica no tamanho de cristalito e na microdeformação.
- Avaliar características de fratura e buscar correlações com as condições de deformação criogênica.

2. INTRODUÇÃO

Diversos estudos têm sido realizados nos últimos anos na área de deformação criogênica de metais, apresentando resultados surpreendentes de aumento de ductilidade e resistência, em alguns casos simultaneamente. Rotas de processamento envolvendo deformação plástica severa em temperaturas criogênicas são extensamente estudadas, atualmente, para avaliação dos mecanismos de deformação e da evolução microestrutural em condições extremas de temperatura e taxa de deformação.

Entretanto, informações do modo como ocorre o rearranjo de defeitos internos durante a deformação em temperaturas criogênicas geralmente são obtidas por técnicas de caracterização convencionais, após os ensaios mecânicos e exposição em temperatura ambiente. Isto resulta em perda de informações da microestrutura devido à recuperação, uma vez que este processo gera a recombinação de discordâncias por meio de processos termicamente ativados, modificando a microestrutura e a densidade de defeitos obtidos na deformação.

Para um maior entendimento dos fenômenos que ocorrem durante a deformação criogênica, é necessário um estudo *in situ*, minimizando a perda de informações microestruturais importantes. Isto é possível por meio da utilização da estação experimental XTMS (*X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation*), acoplada ao anel síncrotron UVX, instalado no Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM, Campinas, Brasil).

Na estação XTMS é possível realizar a difração de raios X simultaneamente ao ensaio mecânico criogênico. Devido ao paralelismo do feixe incidente, e à sua alta intensidade, são obtidas informações precisas, de alta confiabilidade, e com intervalos de aquisição de dados da ordem de poucos segundos. Este sistema é único no mundo, desenvolvido especialmente para a linha XRD1 do anel UVX, e será instalado futuramente no anel Sirius, em construção em Campinas. Apesar de ser utilizada para estudos de diversos fenômenos, este grupo de pesquisa está utilizando a linha XTMS pela primeira vez para entendimento de fenômenos envolvendo deformação criogênica. Estes estudos permitem obter informações precisas da evolução microestrutural que ocorre durante a deformação em temperaturas criogênicas.

Nesta pesquisa, alumínio, cobre e prata, três metais CFC de diferentes energias de defeito de empilhamento (EDE), foram estudados por meio de ensaios de

tração criogênicos na linha XTMS para comparação com os resultados em temperatura ambiente. Os principais resultados de difração de raios X, como a evolução do tamanho de cristalitos e da microdeformação durante a deformação criogênica, foram corroborados por técnicas adicionais de caracterização de materiais, como um exame metalográfico das amostras recristalizadas, e a fractografia das amostras ensaiadas utilizando-se microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG).

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1. PROPRIEDADES DE ALUMÍNIO, COBRE E PRATA

Alumínio e cobre estão entre os metais mais utilizados industrialmente, produzindo uma infinidade de ligas não-ferrosas, utilizadas nas indústrias automobilística, aeroespacial, de construção, no setor elétrico, dentre outros.

Com estrutura CFC, elevada energia de defeito de empilhamento (EDE), cerca de um terço da massa específica do aço ($2,71 \text{ g/cm}^3$) e sendo o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre (atrás somente de oxigênio e silício), o alumínio ganhou importância industrial no final do século XIX. De forma independente, Charles Hall (em Ohio, EUA) e Paul Heroult (na França), em 1886, desenvolveram o processo de redução eletrolítica do óxido de alumínio ¹.

Atualmente, cerca de 25% do alumínio produzido no mundo é utilizado no setor de transportes, 25% na fabricação de embalagens, 15% no setor de construção, 15% em aplicações elétricas e o restante em outras aplicações. Sendo fácil de processar, reciclável, com boa resistência à corrosão (devido à formação de uma fina camada de óxido aderente), e de elevadas condutividades térmica e elétrica, é produzido em uma infinidade de ligas, sendo classificadas em dois grupos principais: as ligas trabalhadas a frio e as ligas usadas para fundição ². As principais propriedades do alumínio são mostradas na Tabela 1.

O cobre é um metal de estrutura CFC, com média EDE, e que pode existir como cobre metálico na natureza. Devido ao menor ponto de fusão em relação ao ferro, começou a ser extraído de rochas ainda na pré-história. Com excelente ductilidade, elevado coeficiente de encruamento, boa resistência à corrosão, e excelentes condutividades térmica e elétrica, são produzidas diversas ligas à base de cobre, como os bronzes (ligas de cobre e estanho) e os latões (liga de cobre e zinco) ². As principais propriedades do cobre podem ser observadas na Tabela 1.

A prata é um metal nobre, com estrutura CFC, e com baixa EDE. Tem excelentes condutividades elétrica e térmica, e elevada resistência à corrosão. Devido à essas propriedades, normalmente a prata é aplicada em eletrodos, ou na indústria joalheira, devido ao seu alto valor comercial ². Diversas propriedades da prata também podem ser encontradas na Tabela 1.

Tabela 1. Propriedades gerais de alumínio, cobre e prata.

Propriedade		Al	Cu	Ag
Parâmetro de rede – a (25°C) ^a		0,404958 nm	0,361509 nm	0,408621 nm
Número Atômico ^b		13	29	47
Peso atômico ^a		26,98	63,54	107,868
Raio Atômico ^b		0,143 nm	0,128 nm	0,126 nm
Densidade (a 20°C) ^b		2,71 g/cm ³	8,94 g/cm ³	10,49 g/cm ³
Contração de volume na solidificação ^a		6,5%	4,92%	5%
Temperatura de Fusão (T _f) ^a		660,4 °C	1084,88 °C	961,9 °C
T _{amb} / T _f (homóloga)		0,31	0,22	0,24
T _{crio} / T _f (homóloga)		0,08	0,05	0,06
Temperatura de Ebulição ^a		2494 °C	2595°C	2163 °C
Coeficiente de Expansão Térmica Linear (α – a 20°C) ^a		19,9 μm/m.K	16,5 μm/m.K	19 μm/m.K
Calor Específico (a 25 °C) ^b		900 J/Kg.K	385 J/Kg.K	235 J/Kg.K
Calor Latente de Fusão ^a		397 kJ/Kg	205 kJ/Kg	104,2 kJ/Kg
Tensão de Escoamento (MPa)	Recozido	34 ^b	33,3 ^a	-
	Trabalhado a frio	117 ^b	333,4 ^a	-
Limite de resistência à tração (MPa)	Recozido	90 ^b	209 ^a	170 ^b
	Trabalhado a frio	124 ^b	344 ^a	296 ^b
Módulo de Elasticidade (GPa)		62 ^b	125 ^b	74 ^b
Módulo de Cisalhamento (GPa)		25 ^a	46 ^a	-
Condutividade Térmica (W/m.K) ^b		222	388	428
Alongamento percentual ^b	Recozido	40%	50%	44%
	Trabalhado a frio	15%	12%	3,5%
Redução de área ^a	Recozido	-	92 %	-
	Trabalhado a frio	-	88 %	-
Faixa de Temperatura de recristalização	Pureza Comercial	200 °C ^e	180 °C ^e	20 a 200°C ^a
	Refinado por zona	-50 °C ^e	80 °C ^e	
Fichas JCPDS ^c		851327	851326	870720
Energia de ativação para autodifusão Q (kJ/mol) ^f		142	200,3	184,6
D ₀ (mm ² /s) ^f		170	31	40
EDE (mJ/m ²)	150 (Método MEAR) ^d	41 (Método do feixe fraco) ^d	16 (Método do feixe fraco) ^d	
	166 ^g	78 ^g	22 ^g	

Fontes: ^a ASM Metals Handbook v. 2 (2004).^b CALLISTER JR., W. D (2008).^c International Center for Diffraction Data.^d CAMPOS, FARIAS e PADILHA (1999).^e PADILHA e SICILIANO JR. (2005).^f PORTER, EASTERLING e SHERIF (2009).^g MURR (1975) apud HUMPHREYS e HATHERLY (2004).

Nota: Os valores de EDE podem variar muito de acordo com o método utilizado para medição, e normalmente um único método não é capaz de cobrir todas as faixas de materiais. Desta forma, para efeito de comparação entre metais de alta e baixa EDE, pode-se escolher os métodos considerados diretos e de grande confiabilidade, como exemplificado por CAMPOS, FARIAS e PADILHA (1999).

3.2. ESTUDOS DE METAIS EM TEMPERATURAS CRIOGÊNICAS

A substância mais utilizada para a obtenção de sistemas criogênicos é o nitrogênio (também conhecido como azoto), no estado líquido, cuja temperatura de ebulição é de 77,3K (ou de -195,85°C) ⁹. O termo “temperatura criogênica” é muitas vezes associado a esta temperatura.

Entretanto, outras substâncias podem ser utilizadas para obtenção de sistemas criogênicos, como mostrado na Tabela 2, onde são listadas diversas substâncias e suas respectivas temperaturas de transformação de fase.

Tabela 2. Substâncias utilizadas para realização de ensaios em baixas temperaturas.

Substância	Temperatura (K)	Temperatura (°C)
Água/ Gelo	273,15	0
Isobutano	263	-10,15
Tetracloroeto de carbono	250	-23,15
Propano	231	-42,15
Tricloroetileno	200	-73,15
Dióxido de Carbono	195	-78,15
Metanol	175	-98,15
n-pentano	142	-131,15
Iso-pentano	113	-160,15
Metano	112	-161,15
Oxigênio	90,1	-183,05
Nitrogênio	77,3	-195,85
Neônio	27,2	-245,95
Hidrogênio	20,4	-252,75
Hélio (He ₄)	4,2	-268,95
Hélio (He ₃)	3,2	-269,95

Fonte: Adaptado de Walsh (2004) ⁹.

Também podem ser utilizadas misturas para obtenção de temperaturas intermediárias, ou também sistemas de resfriamento indireto, com controle de temperatura.

A utilização destas substâncias para realização dos testes depende da aplicabilidade e da magnitude da melhoria de propriedades proporcionada pelo uso, devido à especificidade de manuseio, transporte e acondicionamento destas

substâncias, bem como dos custos relacionados. Todavia, a melhoria de propriedades e a facilidade de aplicação em determinadas situações fez crescer o número de pesquisas de materiais em temperaturas criogênicas nos últimos anos. O custo do nitrogênio líquido é relativamente baixo, uma vez que já é disponibilizado em larga escala para a indústria. Os custos estimados para uso do hélio líquido, por exemplo, podem chegar a 10 vezes os do nitrogênio líquido. Com uma temperatura próxima do hidrogênio líquido, o neônio líquido é também utilizado pela sua facilidade de manuseio, porém os custos podem chegar de 20 a 40 vezes o custo do hélio líquido⁹.

O prefixo “crio” (no inglês, *cryo*) é derivado do grego *Kryos*, que significa frio. Um dos primeiros trabalhos a utilizar o termo de forma científica é datado de 1894, intitulado “*On the cryogenic laboratory at Leiden and on the production of very low temperatures*”¹⁰. É importante ressaltar que os termos, baixa temperatura e alta temperatura, podem ser vagos, sendo mais recomendável utilizar as denominações em termos de temperatura homóloga (T/T_f)⁹. Neste texto, o termo “baixa temperatura” se refere às temperaturas criogênicas.

Investigações do comportamento de diversos materiais em temperaturas negativas ($< 0^\circ\text{C}$) vêm sendo realizadas há algumas décadas, como as apresentadas no Simpósio de Comportamento de Materiais em Temperaturas Criogênicas, conduzido pela ASTM, em 1965¹¹. Outros trabalhos publicados pela ASTM, como: a) *Low-temperature properties of high-strength air-craft and missile materials* (STP 287), de 1960, b) *Physical properties of metals and alloys from cryogenic temperatures* (DS 22), de 1961 e c) *Evaluation of metallic materials in design for low-temperature service* (STP 302), de 1961, já haviam sido publicadas na mesma década¹¹.

O interesse pelo estudo do comportamento mecânico de metais em temperaturas criogênicas aumentou a partir de desastres com embarcações em águas congeladas, onde alguns metais podem exibir um comportamento frágil, devido à elevada temperatura de transição dúctil-frágil². Estudos relacionados a propriedades elétricas e supercondutividade de materiais também contribuíram para estudos de manutenção de materiais em baixas temperaturas, uma vez que muitos supercondutores têm sua temperatura crítica em temperaturas criogênicas.

Em geral, metais com estrutura CCC (cúbica de corpo centrado) apresentam uma temperatura de transição dúctil-frágil bem definida. Em contrapartida, a maioria dos metais com estrutura CFC (cúbica de face centrada) não apresenta uma transição

dúctil-frágil, apresentando também elevada energia absorvida no impacto, devido à elevada quantidade de sistemas de deslizamento efetivos, que facilitam a deformação. Logo, a diminuição de temperatura pode levar a uma diminuição gradual da energia absorvida, ou às vezes até ao aumento ².

Alguns metais de estrutura CCC, como os aços inoxidáveis ferríticos, têm temperatura de transição elevada, frequentemente acima da temperatura ambiente e não são indicados, portanto, para uso em temperaturas criogênicas. Contudo, os aços inoxidáveis austeníticos (com estrutura CFC) são bastante versáteis em termos de aplicabilidade, pois podem ser indicados para uso tanto em baixas temperaturas (por não sofrerem transição dúctil-frágil) quanto em altas temperaturas, em função da resistência ao amolecimento ¹².

Estudos com alguns metais de estrutura CCC, como o ferro Armco, mostram que também é possível aumentar as propriedades mecânicas do material em temperaturas negativas, porém à temperatura do nitrogênio líquido, o material se torna totalmente frágil. Na mesma pesquisa mostrou-se o efeito de várias temperaturas negativas no comportamento mecânico do titânio, metal de estrutura HC (titânio α) em baixas temperaturas (acima de 882°C ocorre a transformação alotrópica para titânio CCC - titânio β) ¹³. Este fato mostra que é possível encontrar uma temperatura ideal onde o aumento de propriedades máximo é alcançado, de acordo com a estrutura do material e as propriedades desejadas.

3.3. ENCRUAMENTO, MECANISMOS DE DEFORMAÇÃO E EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL: INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE PROCESSO

Em condições típicas de processamento de metais comerciais, à temperatura ambiente, o deslizamento de planos assistido pela movimentação de discordâncias é o principal mecanismo de deformação atuante. Nestas mesmas condições, propriedades como ductilidade e resistência podem ter um comportamento inverso, onde o aumento de resistência pelo encruamento geralmente leva a uma perda de ductilidade do material. Este efeito é relacionado ao aumento na quantidade de defeitos e à diminuição da mobilidade de discordâncias.

Diversas teorias foram propostas para o encruamento, como a teoria de longo alcance, de Seeger *et al.* (1961); a teoria que considera degraus (*jogs*) sésseis de

Hirsch (1962) e Mott (1960); a teoria do comprimento de malha (*mesh length*) de Kuhlmann-Wilsdorf (1962) ^{14,15}.

Mais recentemente, Kuhlmann-Wilsdorf fez uma revisão sobre a teoria para o encruamento, com a introdução da teoria de LEDS ^{16,17} (do inglês, *Low-Energy Dislocation Structures*, ou estruturas de discordâncias de baixa energia), onde dentre as possíveis estruturas de discordâncias que poderiam ser formadas sob as restrições de geometria de deformação e de mobilidade das discordâncias, aquelas que têm mais baixa energia associada são mais favoráveis para ocorrer.

A partir do entendimento das transformações das estruturas LEDS, foram propostos quatro possíveis estágios durante o encruamento ^{16,17,18}. Esta teoria é bastante abrangente e o entendimento das subestruturas formadas durante a deformação pode dar indícios de quais estágios o material irá apresentar, durante o encruamento. A Figura 1 mostra os possíveis estágios do encruamento segundo teorias recentes.

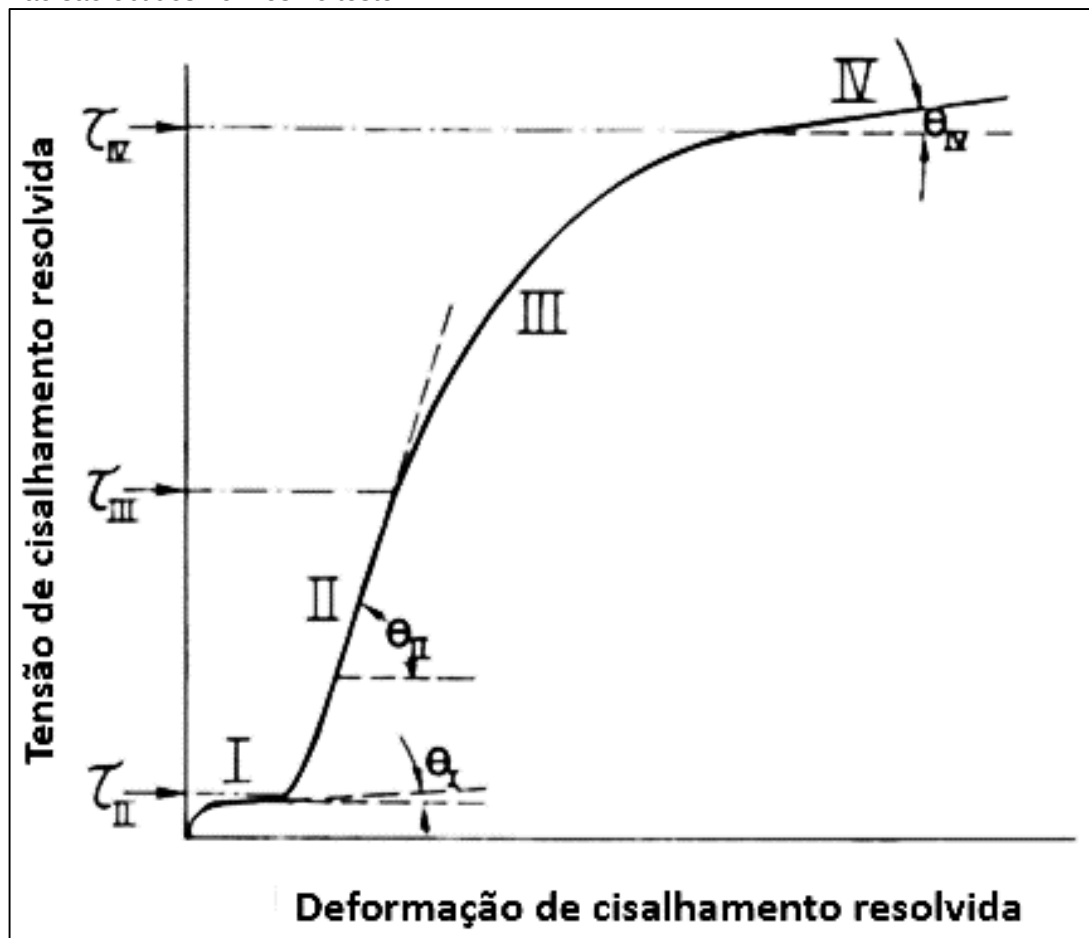
O estágio I é caracterizado pela baixa taxa de encruamento e pelo escorregamento fácil (*easy glide*). Ocorre por exemplo para monocristais de magnésio, de estrutura HC, ou para monocristais de metais CFC, onde opera somente um sistema de deslizamento ^{16,18}.

O estágio II é caracterizado pela ocorrência de vários sistemas de escorregamento, devido à interação entre defeitos, com a formação de emaranhados de discordâncias, levando a um aumento linear na taxa de encruamento ^{16,18}.

Durante o estágio III, ocorre o rearranjo e aniquilação de discordâncias, devido a fenômenos de escorregamento com desvio (ou deslizamento cruzado, no inglês *cross-slip*) e escalagem (ou ascensão, no inglês *climb*), ocorrendo a diminuição da taxa de encruamento devido à recuperação ^{16,18}.

O estágio IV é relacionado à alteração na forma das células de discordâncias, para formas alongadas e achatadas, e está relacionada à metais com energia de defeito de empilhamento muito elevadas. Neste estágio a curva tem novamente uma queda na inclinação, efeito relacionado à elevada quantidade de defeitos, a altos graus de deformação e à recuperação dinâmica ^{16,18}.

Figura 1. Curva Tensão de cisalhamento resolvida x Deformação de cisalhamento resolvida, mostrando os quatro estágios do encruamento. Os estágios são meramente conceituais, e não são obtidos no mesmo teste.

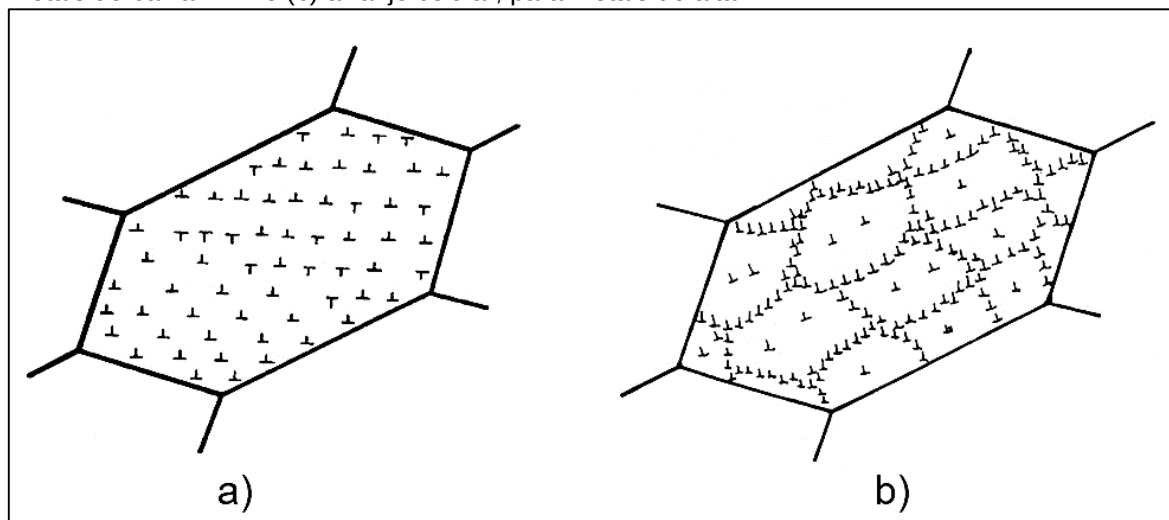


Fonte: Adaptado de Kuhlmann-Wilsdorf, Wilsdorf e Wert (1994) ¹⁷.

Há ainda a consideração de um estágio V, em teorias mais recentes, onde pode ocorrer novamente a alteração na forma das células de discordâncias, podendo ocorrer o rearranjo para células equiaxiais, sendo considerada em alguns casos de elevados graus de deformação, por exemplo, de deformação plástica severa (no inglês *severe plastic deformation* – SPD) ¹⁸.

Os materiais metálicos podem apresentar diversos tipos de arranjos de discordâncias, dependendo das microestruturas de deformação que se formam no decorrer da deformação plástica. Pode-se distinguir esquematicamente dois tipos de arranjos típicos de discordâncias que podem ser formados, em função da energia de defeito de empilhamento (EDE, no inglês *Stacking Fault Energy* - SFE) do metal, como apresentado na Figura 2.

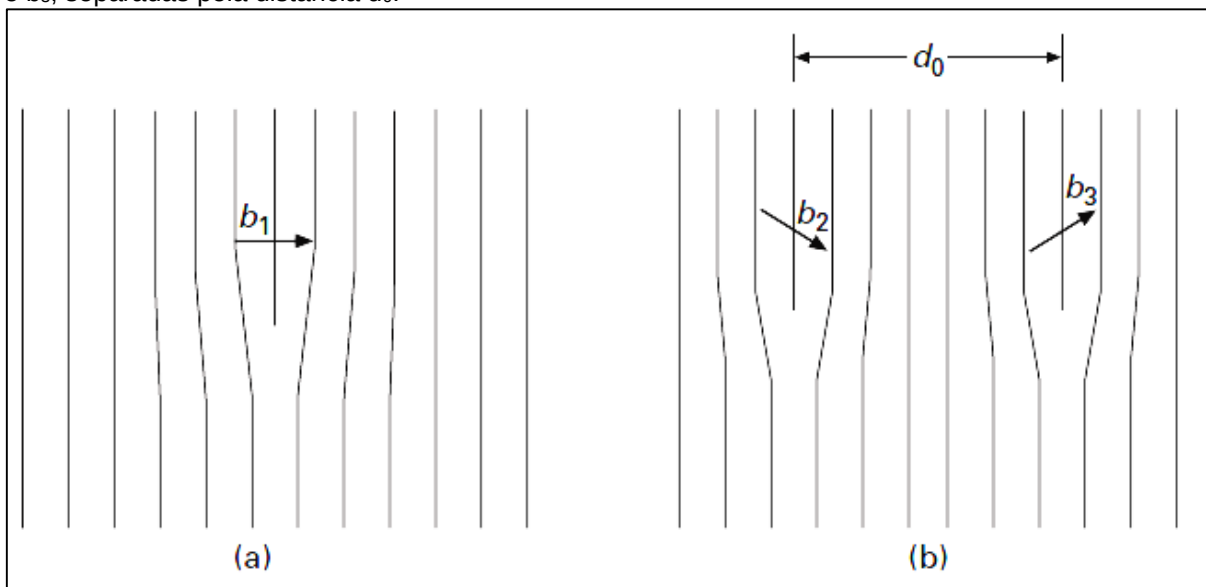
Figura 2. Arranjos esquemáticos de discordâncias em metais encruados (a) arranjo planar, para metais de baixa EDE e (b) arranjo celular, para metais de alta EDE.



Fonte: Padilha e Siciliano Jr. (2005) ⁶.

Os defeitos (ou falhas) de empilhamento podem ser gerados pela dissociação de discordâncias unitárias em parciais, como mostrado na Figura 3. Os vetores de Burgers das discordâncias parciais são formados pela decomposição do vetor de Burgers da discordância unitária.

Figura 3. Representação esquemática da decomposição de uma discordância b_1 , em duas parciais b_2 e b_3 , separadas pela distância d_0 .



Fonte: Adaptado de Meyers e Chawla (2009) ¹⁵.

Em cristais com estrutura CFC, HC e cúbica do diamante, o defeito cristalino entre duas parciais pode ser descrito como uma falha ou defeito de empilhamento. O

mesmo não ocorre para cristais CCC, uma vez que a dissociação de discordâncias primárias gera três ou mais parciais, e o defeito entre elas não pode ser descrito como um defeito de empilhamento. Para cristais com estrutura CFC, HC e cúbica do diamante, a distância de equilíbrio entre as parciais (d_0) é inversamente proporcional à energia de defeito de empilhamento (γ), ou seja, ($d_0 \propto 1/\gamma$)⁵.

Como o escorregamento com desvio em metais CCC é frequentemente observado, infere-se que a EDE seja bastante elevada nestes metais, mas este conceito não é adequado, segundo as considerações acima. Desta forma, a utilização de um parâmetro de probabilidade de ocorrência de escorregamento com desvio pode ser mais apropriado⁵.

Durante a deformação plástica, a interação entre defeitos da microestrutura pode gerar segmentos de discordâncias que só podem se movimentar de modo não-conservativo. Isto implica na ocorrência de fenômenos termicamente ativados (envolvendo fenômenos difusivos) como escorregamento com desvio e escalagem, para auxiliar a movimentação das discordâncias. A mobilidade de discordâncias está intrinsicamente ligada à EDE do metal, a qual pode estar relacionada à facilidade ou dificuldade com que as discordâncias parciais têm de se recombinar (dependendo da estrutura do metal)⁶.

Segundo Gong *et al.* (2013)¹⁹:

A energia de defeito de empilhamento é o parâmetro mais intrínseco na determinação da evolução microestrutural e subdivisão de grãos de metais deformados. A redução da EDE inibe a atividade de discordâncias e promove a maclação mecânica, levando a um refino de grão mais significativo e a uma microestrutura mais homogênea.

A evolução microestrutural é dependente dos parâmetros de deformação, como taxa de deformação, temperatura, modo de carregamento e grau de deformação (parâmetros extrínsecos) e a fatores ligados à estrutura e composição do material, como EDE e tamanho de grão inicial (parâmetros intrínsecos)^{8,20}.

Como o estudo da deformação de metais envolve um efeito combinado destes parâmetros, iniciativas de mapeamento dos mecanismos de deformação atuantes, de acordo com os parâmetros, foram estabelecidas nos denominados mapas de Weertman-Ashby. Uma abordagem constitutiva da transição maclação-deslizamento foi realizada por Meyers, Vöhringer e Chen (1999)²⁰, e Meyers, Vöhringer e Lubarda (2001)²¹. Desta forma, tornou-se viável a inclusão do campo referente à maclação

nos mapas de Weertman-Ashby, normalmente utilizados para estudo de deformação em altas temperaturas, como no estudo de fluência. Assim, é possível estimar quais mecanismos de deformação são atuantes desde temperaturas criogênicas, até a fusão do material.

Esta abordagem é interessante porque a maclação mecânica é um mecanismo de deformação concorrente com a deformação por deslizamento de planos assistida por movimentação de discordâncias, e ocorre quando esta última é dificultada.

Isto ocorre principalmente em materiais com estruturas cristalinas que apresentam poucos sistemas de deslizamento, e em baixas temperaturas e altas taxas de deformação. De uma forma geral, pode-se dizer que as maclas de deformação são geradas principalmente em metais com estrutura HC, eventualmente em metais com estrutura CCC e mais raramente em metais com estrutura CFC ⁶.

Em metais CFC, a maclação mecânica dificilmente é observada quando o metal é de elevada pureza. Entretanto, a combinação de altas taxas de deformação e baixas temperaturas, assim como uma orientação desfavorável ao escorregamento, pode induzir à maclação mecânica ⁶. Este efeito será mais pronunciado em altos graus de deformação, onde a elevada quantidade de defeitos resulta em uma maior dificuldade para a movimentação de discordâncias, facilitando assim a ocorrência de maclação.

Em geral, a obtenção de condições de processamento com altas taxas de deformação e baixas temperaturas têm relacionado o estudo de condições de deformação plástica severa (SPD, do inglês *severe plastic deformation*) combinadas com o processamento em temperaturas criogênicas, visando a obtenção de um sistema de nanomaclas ^{22,23}. Este conceito mostra que o efeito da melhoria de propriedades pela criação do sistema de nanomaclas é semelhante ao efeito da diminuição do tamanho de grão. A formação de um sistema de nanomaclas propicia aumentos de resistência para o cobre de valores de até 600 MPa, produzido por DPD (do inglês, *dynamic plastic deformation*) onde é empregado o carregamento dinâmico, aliado a altas taxas de deformação e baixas temperaturas ^{24,25}.

Metais com diferentes EDE's também apresentam formas diferentes de acomodar a tensão aplicada, pela modificação da microestrutura. Condições extremas de temperatura e taxa de deformação podem favorecer estas modificações. Por exemplo, para o alumínio submetido a condições de SPD em temperaturas

criogênicas, os grãos mudam de forma na direção da tensão imposta ao corpo de prova, de tal forma que a fragmentação dos grãos não é observada, resultando em uma estrutura razoavelmente homogênea com grãos extremamente alongados. Como a supressão da recuperação dinâmica em baixas temperaturas impede a fragmentação dos grãos, que seria esperada em condições normais de processamento para metais de alta EDE, a tensão imposta ao corpo de prova é aliviada nestas condições extremas de deformação pela modificação da forma dos grãos ²⁶. Para o cobre (metal de média EDE) deformado criogenicamente, em altos graus de deformação, o mecanismo de maclação (mais esperado para metais de média e baixa EDE processados nestas condições) pode saturar. A forma como ocorreria a acomodação da tensão imposta, portanto, seria pela formação de bandas de cisalhamento, que atravessariam as colônias de maclas, resultando em maior distorção do reticulado, e proporcionando maior refino microestrutural após a recrystalização ²⁷. Isto mostra a importância das bandas de cisalhamento para altos graus de deformação, em metais de média e baixa EDE deformados criogenicamente.

Para o estudo da deformação em condições diversas de temperatura e taxa de deformação, pode ser utilizado o parâmetro de Zener-Hollomon ¹⁹, para representar o efeito combinado destes parâmetros, dado por:

$$\ln Z = \ln \dot{\epsilon} + \frac{Q}{RT} \quad [1]$$

Onde: Z é o parâmetro de Zener-Hollomon, $\dot{\epsilon}$ é a taxa de deformação, Q é a energia de ativação para deformação, R é a constante dos gases, e T é a temperatura.

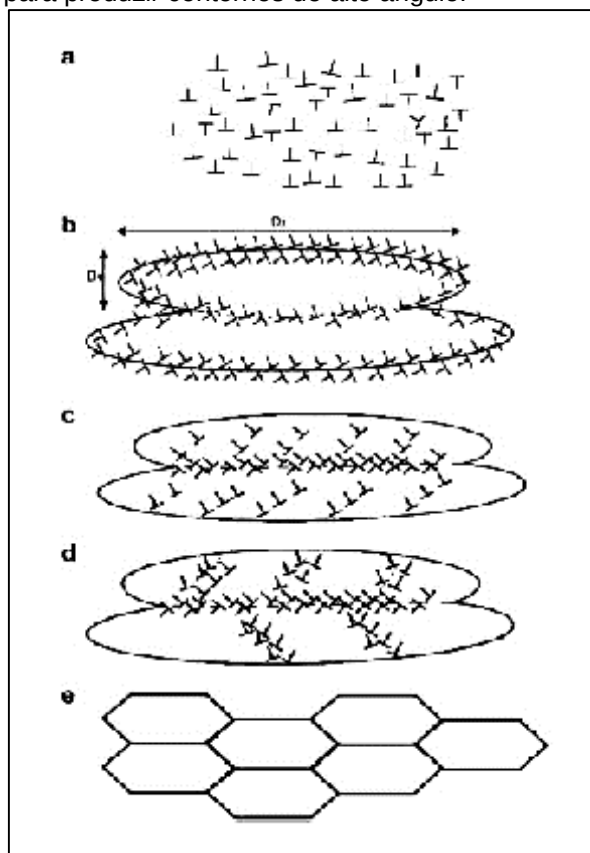
Em geral, o aumento do parâmetro Z (pela diminuição da temperatura e/ou aumento da taxa de deformação) resulta em uma efetiva tendência para maclação mecânica, diminuição no tamanho de grão, aumento de resistência, e diminuição do espaçamento entre maclas de deformação. A propensão para que ocorra maclação é aumentada em menor grau com a diminuição da temperatura, e em maior grau com o aumento da taxa de deformação ¹⁹.

Mishra *et al.* (2007) ²⁸ propuseram um modelo para explicar a evolução microestrutural do cobre, sujeito a extrusão em canal angular (ECAP), gerando uma estrutura sub-microcristalina, como mostrado na Figura 4.

Apesar do rearranjo microestrutural em ECAP ser diferente, comparando-se com outros métodos de SPD, o modelo pode ser útil para entendimento da evolução microestrutural em amostras com elevada concentração de defeitos proveniente da deformação plástica severa, em altos graus de deformação, como no caso da deformação criogênica, influenciando os estágios previstos pelas teorias de encruamento.

Ainda que não seja tratada na literatura como uma forma de SPD, a deformação criogênica apresenta aspectos de evolução microestrutural semelhantes, podendo ser considerada futuramente como uma modalidade de SPD.

Figura 4. Modelo proposto por Mishra *et al.* para explicar a evolução microestrutural de amostras de cobre sujeitas a ECAP, gerando a estrutura submicrocristalina. (a) distribuição homogênea de discordâncias; (b) formação de células alongadas; (c) bloqueio do escorregamento de discordâncias por subcontornos (d) fragmentação das células alongadas; (e) reorientação dos subcontornos para produzir contornos de alto ângulo.



Fonte: Mishra *et al.* (2007) ²⁸.

3.4.DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA: CONCEITOS, RECUPERAÇÃO DINÂMICA E ABORDAGENS DE PESQUISA

Duas abordagens são bastante investigadas atualmente para aumento de resistência e ductilidade simultaneamente:

a) **Diminuição do tamanho de grão**: visando a obtenção de materiais de grão ultrafino pelo aumento da quantidade de defeitos (discordâncias, contornos de grão e maclas de deformação), utilizando elevadas taxas de deformação, com o favorecimento dos mecanismos de deslizamento de contornos de grão e maclação mecânica;

b) **Deformação criogênica**, visando o aumento da quantidade de defeitos pela supressão parcial da recuperação dinâmica, utilizando baixas temperaturas de deformação, com o favorecimento da maclação mecânica.

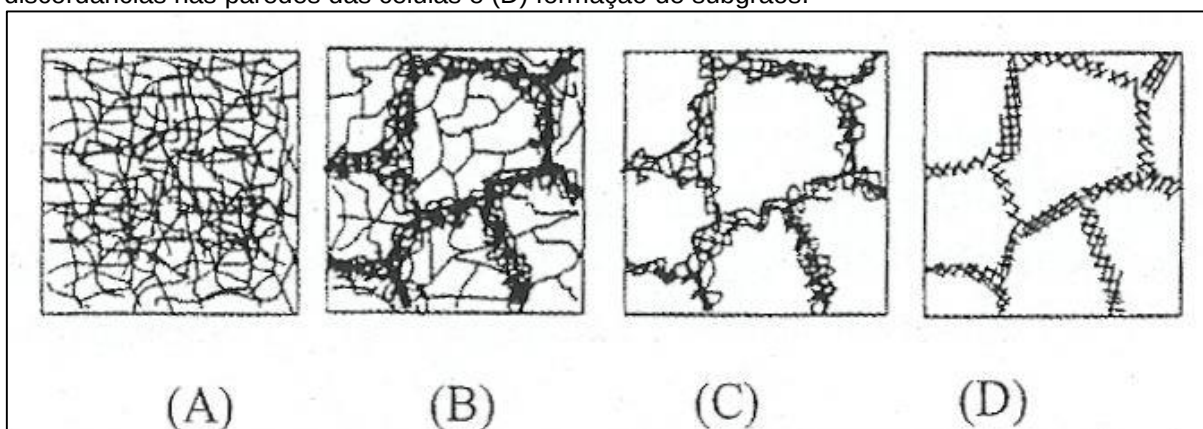
A deformação criogênica pode ser empregada em diversas rotas de processamento e estudo, como:

- a) Laminação criogênica^{27,29-76};
- b) em conjunto com a Deformação Plástica Severa (SPD)^{26,76-85};
- c) em conjunto com a Deformação Plástica Dinâmica (DPD)⁸⁶⁻⁹⁰;
- d) compressão criogênica^{26,91-93};
- e) estiramento criogênico⁹³⁻⁹⁶;
- f) tração criogênica^{9,13,30,62,65,89,90,98};
- g) tratamento superficial por atrito mecânico (SMAT – *Surface mechanical attrition treatment*)⁹⁸;
- h) moagem criogênica⁹⁸⁻¹⁰¹.

A deformação criogênica está associada à maior quantidade de energia interna do material, em relação a um material deformado em temperatura ambiente, devido à maior quantidade de defeitos resultante da deformação. Este efeito é decorrente da supressão parcial da recuperação dinâmica em baixas temperaturas.

A recuperação é associada a fenômenos termicamente ativados, como deslizamento com desvio e escalagem, que possibilitam um rearranjo e aniquilação de defeitos. Caso ocorra em temperaturas relativamente elevadas (em termos de temperatura homóloga), o fenômeno pode ocorrer durante a deformação, sendo denominado como recuperação dinâmica ¹⁰². Uma representação esquemática dos estágios da recuperação pode ser observada na Figura 5.

Figura 5. Representação esquemática dos estágios de recuperação de um metal deformado plasticamente. (A) emaranhados de discordâncias; (B) formação de células; (C) aniquilação de discordâncias nas paredes das células e (D) formação de subgrãos.



Fonte: Padilha e Siciliano Jr (2005) ⁶

Em materiais com elevada EDE, a recuperação dinâmica é facilitada, podendo ocorrer em temperaturas mais baixas ¹⁰². Para o alumínio e suas ligas, por exemplo, a recuperação dinâmica é pouco inibida, de tal forma que a melhoria de resistência pela deformação criogênica, pode ser inferior a 10%, dependendo da técnica de processamento utilizada, segundo reportado na literatura ⁷⁴. Este resultado indica que a supressão da recuperação dinâmica pode ser mais eficiente em metais e ligas com menores valores de EDE.

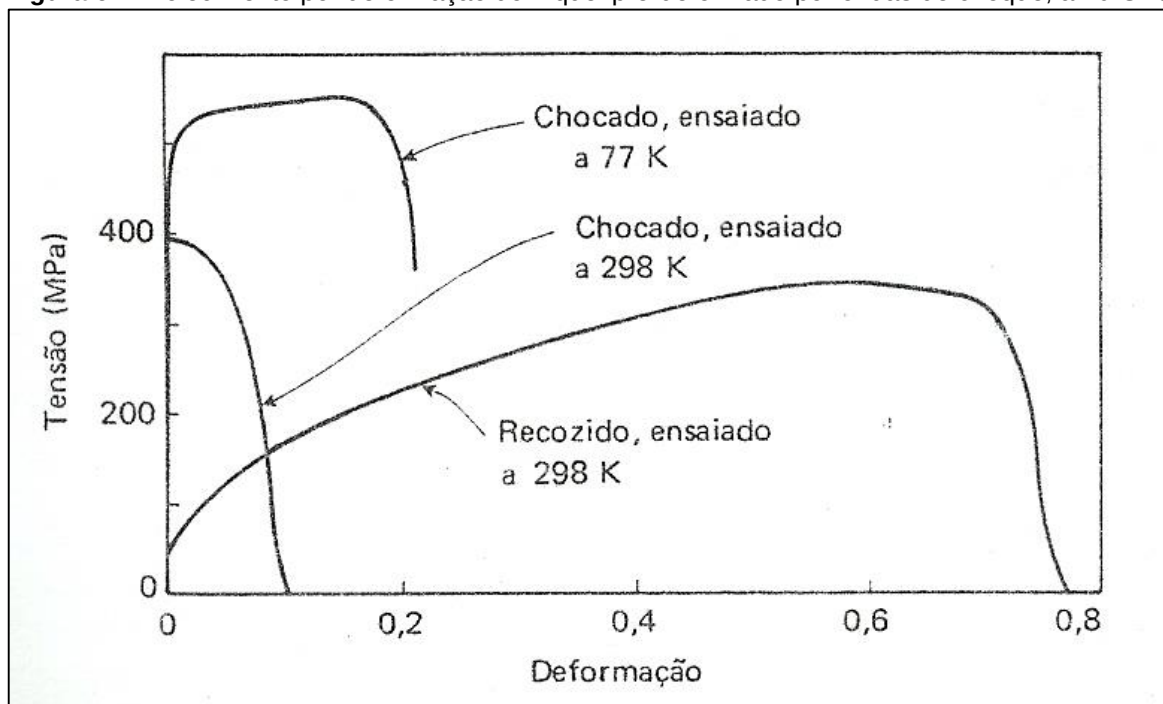
Após a deformação criogênica, dependendo das propriedades desejadas, podem ser requeridos estudos posteriores de recristalização e envelhecimento da liga em condições criogênica e ambiente. Adicionalmente, transformações de fase induzidas por deformação podem ser facilitadas devido à elevada quantidade de defeitos e distorções na rede favorecerem a transformação de fase.

Outro fenômeno atribuído à recuperação dinâmica é o amolecimento por deformação (*work softening*), estudado inicialmente por Polakowsky (1952), Cottrell e Stokes (1955), Longo e Reed-Hill (1970, 1972, 1974) e Meyers (1977) ¹⁴. Neste tipo de abordagem, um corpo de prova é ensaiado em uma das seguintes condições:

- a) Pré-deformação do corpo-de-prova em temperaturas criogênicas, com posterior ensaio em temperatura ambiente.
- b) Pré-deformação com taxas de deformação excepcionalmente elevadas, de até 10^9 s^{-1} , obtidas pela aplicação de ondas de choque, com posterior ensaio em temperatura ambiente.

Esta abordagem mostra que o resultado da pré-deformação, é uma estrutura de emaranhados de discordâncias e células de paredes grossas, como mostrado para o níquel, por Meyers (1977) ¹⁴, como mostrado na Figura 6.

Figura 6. Amolecimento por deformação do níquel pré-deformado por ondas de choque, a 20 GPa.



Fonte: Meyers e Chawla (1982) ¹⁴.

O amolecimento é consequência da recuperação dinâmica do material tracionado em temperatura ambiente, o que não ocorre para o material pré-deformado por ondas de choque e tracionado a 77K, onde espera-se que as temperaturas criogênicas sejam responsáveis pela supressão parcial da recuperação dinâmica. Entretanto, o rearranjo microestrutural de defeitos, principalmente em relação às discordâncias, pode ser diferente de material para material e ocorre em função da EDE.

Resumindo, as abordagens que envolvem o processamento criogênico podem ser mescladas com outras rotas de processamento que incluem as rotas clássicas de SPD, e também de DPD. Podem ser subdivididas de acordo com as propriedades requeridas no estudo, como segue:

- a) **Modificação de propriedades após o processamento criogênico:** que visam a diminuição do tamanho de grão após a deformação criogênica, onde se observa um aumento simultâneo de resistência e ductilidade no metal decorrentes da diminuição do tamanho de grão. Leva-se em consideração o tamanho mínimo de grão que se pode alcançar (SSGS - *steady state grain size* ou MGS – *Minimum grain size*) e a estabilidade do material em temperatura ambiente.

Estudos recentes mostram que o MGS é dependente das ligações atômicas e de parâmetros relacionados, tais como capacidade calorífica específica, energia de ativação para auto-difusão e temperatura homóloga, sendo razoavelmente independente da EDE ^{21,26}. Em contraste, outro estudo com técnicas diferentes de análise, mostra que há uma correlação entre a EDE e o MGS ¹⁰³.

- b) **Aumento da capacidade de deformação durante o processamento criogênico:** visam o aumento da capacidade de deformação devido à deformação por maclação e à supressão parcial da recuperação dinâmica, que resulta em maior quantidade de defeitos no material, com posterior recuperação em temperatura ambiente.
- c) **Modificação da estrutura por meio da transformação de fases induzida pela deformação ou estudos de envelhecimento de ligas deformadas criogenicamente:** materiais com composição mais complexa podem alcançar com maior eficiência a energia de ativação para ocorrência de fenômenos e modificação microestrutural, por meio da deformação criogênica.

3.5. FRATURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO DE METAIS DÚCTEIS EM TEMPERATURAS CRIOGÊNICAS

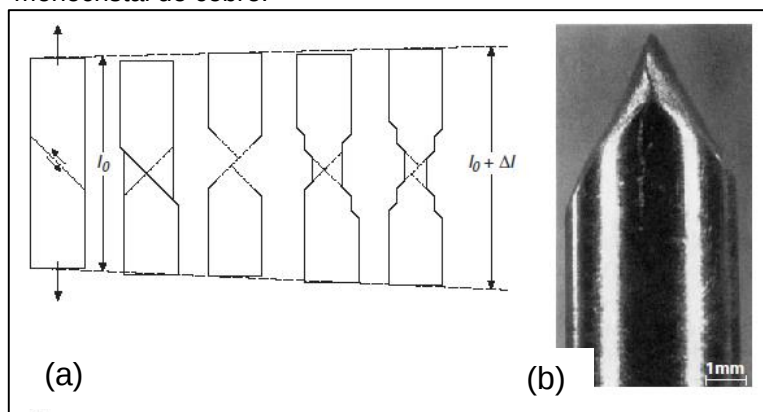
Em metais dúcteis, a superfície de fratura em um exame fractográfico deve exibir dois aspectos fundamentais ²:

- a) A deformação por cisalhamento, onde o deslizamento de planos ocorre quando a tensão resolvida crítica de cisalhamento atinge a tensão crítica (mais intensas a 45° em relação à tensão de tração aplicada uniaxialmente). Desta forma, é gerada uma fratura do tipo taça cone, e as bordas da superfície de fratura indicam o intenso cisalhamento a 45°.
- b) A formação de microcavidades (no inglês, *dimples*) que são resultantes da acomodação dos defeitos internos e das distorções do reticulado, que ocorrem a partir de heterogeneidades como partículas de segunda-fase, inclusões, contornos de grão, células de discordâncias, etc.

Em metais monocristalinos de estrutura CFC e CCC de alta pureza, a ausência de inclusões, de partículas de segunda fase e de contornos de grão, resulta em uma ausência de *dimples*, na fratura, e em um teste de tração uniaxial, a amostra ensaiada deveria sofrer 100% de redução de área ^{15,103}.

A Figura 7 mostra em (a) um esquema de falha por cisalhamento em um metal puro, e em (b) um monocristal de cobre, resultando em uma redução de área de quase 100%.

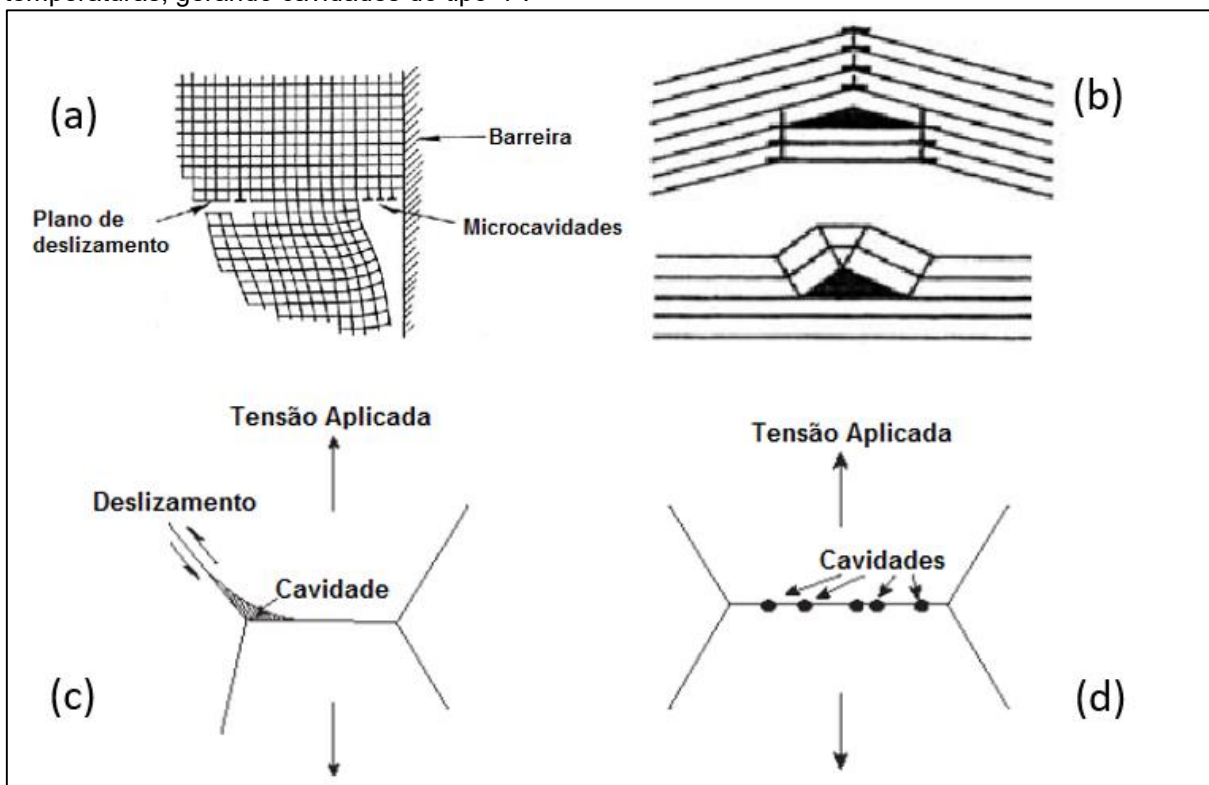
Figura 7. Falha (a) por cisalhamento em um metal puro (b) em um monocristal de cobre.



Fonte: Adaptado de Meyers e Chawla (2009) ¹⁵.

Na Figura 8 são apresentados alguns mecanismos de surgimento de microtrincas e microcavidades. Durante a fratura dúctil, essas microcavidades podem evoluir e coalescer, gerando *dimples* na superfície de fratura ¹⁵.

Figura 8. Surgimento de microtrincas e microcavidades no material. (a) a partir do empilhamento de discordâncias em barreiras (Zener-Stroh); (b) pelo dobramento de planos; (c) pelo deslizamento de contornos de grão, gerando cavidades do tipo “w”; (d) em condições de baixas tensões e altas temperaturas, gerando cavidades do tipo “r”.



Fonte: Adaptado de Meyers e Chawla (2009) ¹⁵.

Com uma maior quantidade de defeitos na microestrutura, metais com menores EDE's têm maior tendência para empilhamento de discordâncias em barreiras, gerando as microcavidades a partir do empilhamento, chamadas de trincas de Zener-Stroh (no inglês, *Zener-Stroh cracks* ¹⁰⁴), como mostrado na Figura 8 (a).

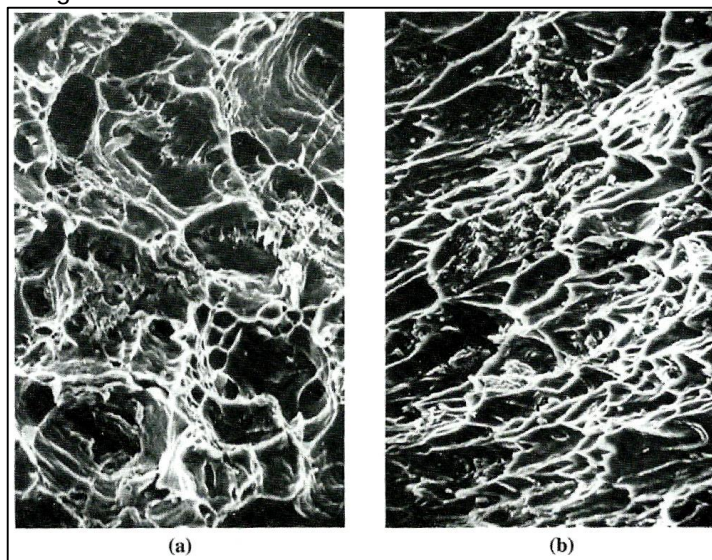
Adicionalmente, a maior tendência à maclação destes metais gera maiores distorções no reticulado. Entretanto, como nem todo o reticulado acompanha os planos que sofrem maclação, são gerados microvazios para acomodar o dobramento dos planos, como mostrado na Figura 8 (b).

O deslizamento de contornos mostrado na Figura 8 (c), tem maior dependência do tamanho de grão inicial, contudo também contribui para a formação de microcavidades que poderão evoluir para *dimples* na superfície de fratura.

Estes três mecanismos de formação de microcavidades podem ser complementares, e podem ajudar no entendimento de formação de *dimples*. Supõe-se que em temperaturas criogênicas, o maior potencial para iniciar os mecanismos descritos resulta em uma maior quantidade de *dimples* na superfície de fratura, e com menor tamanho, devido ao menor caminho livre disponível para expansão das microcavidades geradas. Esta maior predisposição para formação de *dimples*, contudo, não representa perda de propriedades mecânicas. É indício de que o material armazenou maiores quantidades de energia na forma de defeitos internos durante a deformação, e que em elevados graus de deformação, teve maior predisposição para formação de microcavidades, sem ter se tornado frágil necessariamente.

A Figura 9 mostra dois tipos de morfologias relacionadas a *dimples*, de acordo com o modo de aplicação de tensões. No centro da superfície de fratura, são gerados *dimples* equiaxiais, enquanto nas bordas podem ser gerados *dimples* alongados, devido ao cisalhamento.

Figura 9. Morfologia de *dimples* presentes na superfície de fratura de um aço 1018 recozido, feitas com microscópio eletrônico de varredura, após teste de tração. (a) *dimples* equiaxiais no centro da fratura taça-cone (b) *dimples* alongados na borda de cisalhamento.



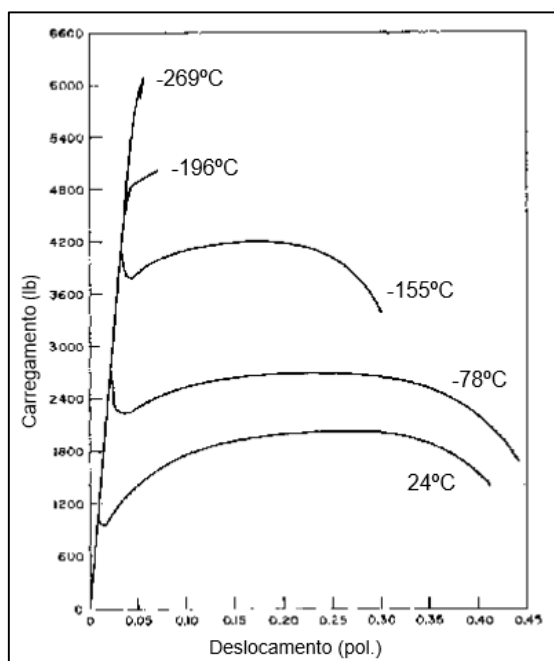
Fonte: Askeland (2008) ².

Em metais com estrutura CCC e HC, o processamento criogênico pode resultar em uma resistência ao escoamento, devido à menor facilidade de escorregamento

característica destas estruturas. Isto implica em fratura frágil abaixo de determinadas faixas de temperaturas.

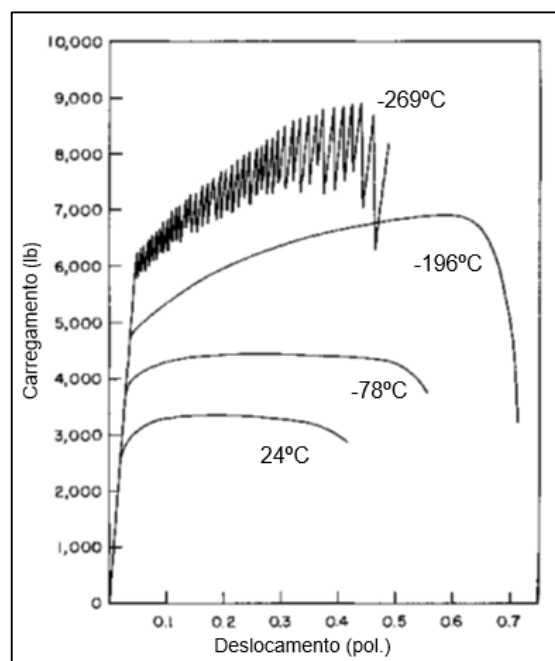
É importante ressaltar que temperaturas negativas (não necessariamente criogênicas) podem ser benéficas para o processamento de alguns destes metais, como mostrado para o ferro Armco, na Figura 10 e para o titânio, na Figura 11 ¹³.

Figura 10. Curvas de ensaios mecânicos realizados com ferro Armco em diferentes temperaturas (estrutura CCC).



Fonte: adaptado de Kula e DeSisto (1966) ¹³.

Figura 11. Curvas de ensaios mecânicos realizados com titânio comercialmente puro em diferentes temperaturas (estrutura HC).



Fonte: adaptado de Kula e DeSisto (1966) ¹³.

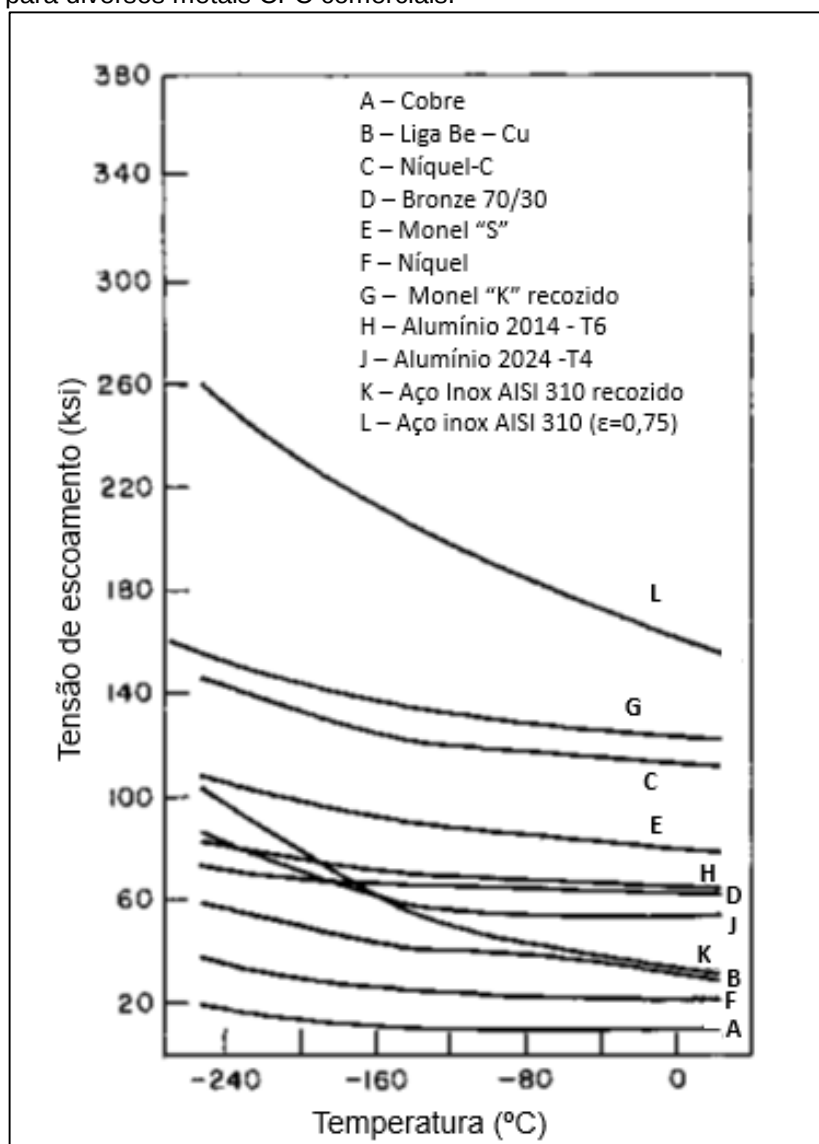
Nota-se que há uma melhoria simultânea de ductilidade e resistência em temperaturas negativas para ambos os materiais, dependendo da temperatura de ensaio. Contudo, o ferro Armco tem melhorias até aproximadamente -155°C , enquanto que na temperatura do nitrogênio líquido, o material se torna visivelmente frágil. Para o titânio, ensaiado em temperaturas criogênicas, há um aumento de resistência com aumento de ductilidade simultaneamente.

Ambos os materiais foram ensaiados também na temperatura do hélio líquido (aproximadamente -269°C), e nesta condição de ensaio, o ferro Armco apresenta um comportamento totalmente frágil, enquanto o titânio apresenta um serrilhado na curva a partir do início do escoamento, característico de um escoamento descontínuo.

Entretanto, em metais CFC, o processamento criogênico tem sido utilizado como rota alternativa de processamento, para aumento de ductilidade e resistência simultâneos, em decorrência da maior efetividade dos sistemas de deslizamento.

Uma comparação do comportamento de tensão de escoamento por temperatura, para diversos materiais de estrutura CFC pode ser observada na Figura 12¹³.

Figura 12. Dependência da tensão de escoamento com a temperatura para diversos metais CFC comerciais.



Fonte: Kula e DeSisto (1966)¹³.

Como é possível notar, alguns metais e ligas têm maior dependência da temperatura, como é o caso do aço inoxidável AISI 310. Em temperaturas próximas a -120°C , para o material no estado recozido, há uma inflexão na curva que indica um

aumento significativo na tensão de escoamento para temperaturas inferiores a este limite. Para o material com um elevado grau de deformação, o aumento da tensão de escoamento é significativo, para qualquer valor de temperaturas negativas.

3.6. ANÁLISE DA ENERGIA ARMAZENADA NA DEFORMAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Quando um feixe de raios X com um único comprimento de onda e de mesma magnitude do espaçamento interatômico incide sobre um metal, a radiação é espalhada em todas as direções. Contudo, interações entre algumas parcelas do feixe incidente podem ser construtivas, podendo ser detectadas. A condição para que ocorra a difração é estabelecida pela Lei de Bragg ^{106,107}, dada por:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad [2]$$

Onde: n=ordem da reflexão, λ =comprimento de onda da radiação incidente, d=espaçamento interplanar e θ =ângulo de difração.

Caso a lei de Bragg não seja satisfeita, a interferência será de natureza não-construtiva, e o resultado é um feixe de difração com intensidade muito baixa. Entretanto, a lei de Bragg pode ser satisfeita para um determinado plano de átomos, e a interferência ser destrutiva, não ocorrendo a difração, devido ao fator estrutura. A intensidade do feixe difratado depende de vários fatores, dentre eles o fator estrutura, fatores de espalhamento atômico, fator multiplicidade, fator polarização, fator de Lorentz, fator temperatura e fator absorção ^{106,108}.

A principal característica da técnica é a excelente precisão, sendo possível detectar variações muito pequenas no parâmetro de rede. Entretanto, a principal característica negativa é o pequeno limite de detecção, e fases presentes em uma mistura com uma concentração de 1% em volume já são dificilmente detectadas na maioria dos difratômetros comerciais ¹⁰⁸. A utilização de radiação síncrotron fornece uma maior precisão, devido à elevada intensidade deste tipo de radiação.

Algumas aplicações clássicas da difração de raios X são: identificação e quantificação de fases, quantificação da tensão residual, quantificação do tamanho

das fases, estudos de ordenação, estudos de decomposição espinodal e determinação da textura cristalográfica ¹⁰⁸.

Humphreys e Hatherly (2004) ⁸ citam duas formas de medir a energia armazenada na deformação: por técnicas de calorimetria e pelo alargamento e deslocamento dos picos de difração de raios X, usando fonte síncrotron. A diferença entre os resultados de calorimetria e de difração de raios X fornece uma indicação da influência dos defeitos cristalinos na energia armazenada durante a deformação ⁸.

Uma previsão teórica da energia armazenada na deformação foi estudada por Stüwe, Padilha e Siciliano Jr. (2002) ¹⁰⁹ para investigação dos processos de recuperação e recristalização. Sendo fenômenos concorrentes, e que ocorrem simultaneamente, o atraso da recristalização causado pela recuperação, depende de fatores que dependem do material (como a EDE), da quantidade de deformação a qual o material foi submetido, da temperatura de recozimento e da taxa de aquecimento. No método, a densidade de discordâncias é calculada por meio de medidas de dureza, na escala Vickers. Assim, obtendo-se a densidade de discordâncias (ρ – obtida pela análise de Hall-Petch ¹⁰⁹), é possível estimar a energia armazenada na deformação, pela equação 3 ^{8,109}:

$$E = \frac{Gb^2}{2} \rho \quad [3]$$

Onde: E=Energia armazenada, G=módulo de cisalhamento, b=vetor de Burgers da discordância e ρ =densidade de discordâncias.

Portanto, com a utilização de diversos métodos para medida da energia armazenada na deformação (calorimétrico, difração de raios X, e por meio da análise de Hall-Petch), é possível estabelecer uma aproximação da densidade de discordâncias, e avaliar o potencial para recuperação e recristalização do metal deformado em diversas condições.

Em materiais policristalinos, as orientações cristalográficas geralmente seguem uma orientação preferencial (ou textura). Materiais deformados tendem a se orientar em direções preferenciais, para acomodação das tensões aplicadas, ocorrendo a modificação da textura durante a deformação.

Investigações da textura podem ser realizadas por meio de difração de raios X, nêutrons e elétrons. A difração de raios X é a técnica mais vastamente utilizada por

permitir uma análise que abrange uma maior porção do material em um único teste, e é relativamente rápida e barata ¹⁰⁸. A vantagem da difração de nêutrons é a maior penetração da superfície da amostra (de 2 a 4 ordens de grandeza maiores do que a penetração dos raios X ¹⁰⁸).

Segundo Padilha e Siciliano Jr. (2005) ⁶:

As texturas de deformação mais frequentes no alumínio e suas ligas apresentam predominância dos componentes $\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle$ (conhecida como textura tipo cobre) e $\{110\} \langle \bar{1}12 \rangle$ (conhecida como textura tipo latão), e eventualmente a presença dos componentes $\{011\} \langle 110 \rangle$ (conhecida como textura tipo Goss) e $\{123\} \langle 634 \rangle$ (conhecida como textura tipo S). No alumínio de alta pureza, submetido a altas porcentagens de redução por laminação, pode ocorrer, após recozimento, uma textura extremamente intensa, do tipo $\{100\} \langle 001 \rangle$ (conhecida como textura do tipo cubo), muito próxima da textura de um monocristal. A presença de precipitados, especialmente de precipitados grandes que estimulam a nucleação da recristalização, favorecem a presença de textura ao acaso, ou melhor, de ausência de textura. Em geral, a textura de recristalização do tipo cubo é fortalecida por altas reduções a frio e por altas temperaturas de recristalização. A textura do tipo cubo é em geral, indesejável, pois causa a formação de orelhas ("earring") durante a estampagem.

Logo, pode-se concluir que apesar da utilização dos materiais no estado recozido (com o intuito de gerar uma comparação mais realista entre os materiais de estudo, diminuindo o efeito da deformação), o alumínio de elevada pureza segue uma forte tendência para formação de textura do tipo cubo. Desta forma, um estudo aprofundado sobre a deformação e a recristalização do alumínio, com a formação de texturas de deformação e de recristalização, pode ser requerido para aumentar a precisão dos dados obtidos por difração de raios X, para que a comparação entre os metais estudados admita que tenham a mesma condição de partida.

A difração de raios X pode ser utilizada para comparar um material livre de textura, com o material a ser analisado. As intensidades dos picos da amostra sem textura podem ser determinadas experimentalmente utilizando-se uma amostra de pó compactado ¹⁰⁸.

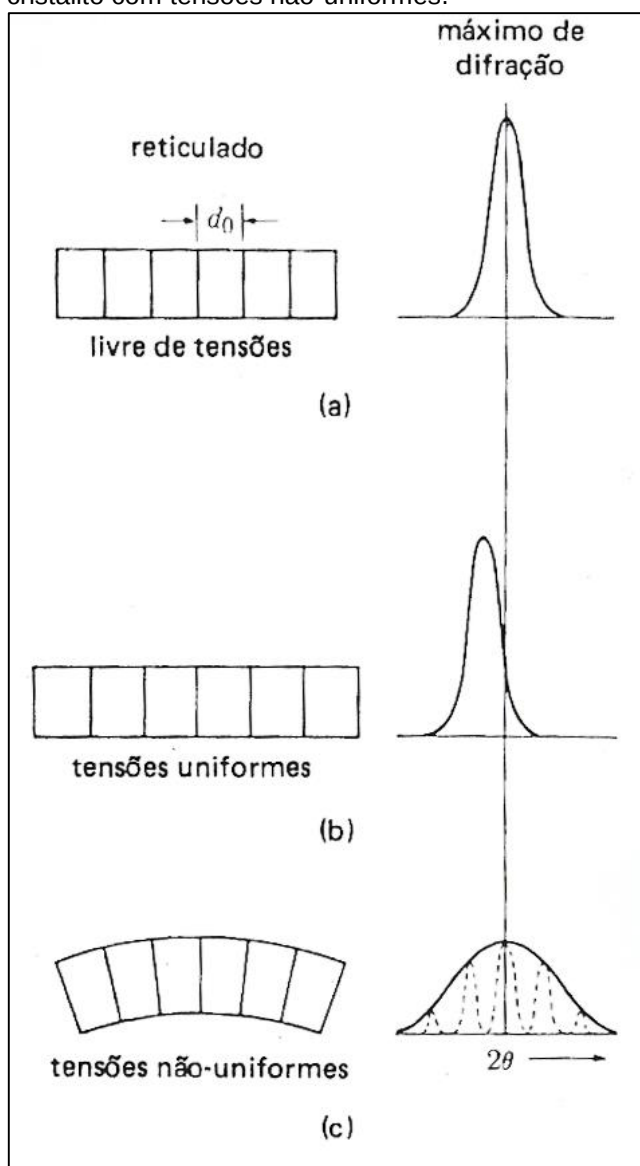
A deformação plástica do material durante o encruamento, por introduzir uma grande quantidade de defeitos, resulta em alargamento e deslocamento dos máximos de difração, em relação a um material recristalizado.

Se identificadas as contribuições dos diferentes efeitos que causam o alargamento e o deslocamento de picos, é possível determinar as tensões internas

introduzidas no material, bem como a energia de defeito de empilhamento dos materiais ^{6,110}.

A Figura 13 apresenta os efeitos de tensões uniformes e de tensões não-uniformes na posição e no deslocamento dos picos de difração. Estes efeitos podem ser estendidos para o entendimento do conceito de microdeformações da rede cristalina.

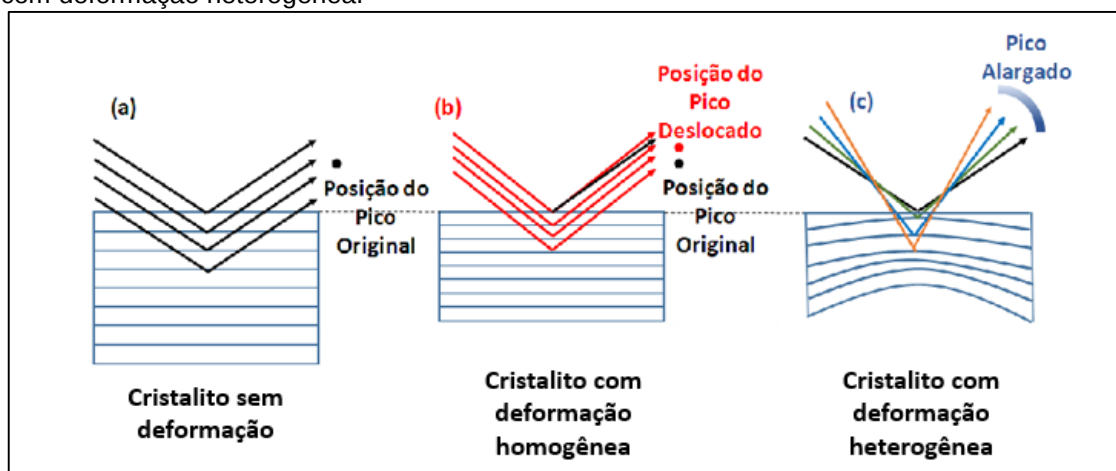
Figura 13. Efeito da deformação na posição e na largura dos picos de difração. (a) cristalito livre de tensões; (b) cristalito com tensões uniformes; (c) cristalito com tensões não-uniformes.



Fonte: Padilha e Ambrozio Filho (1985) ¹¹³.

A Figura 14 mostra outra forma de representação das contribuições da microdeformação no alargamento do pico de difração, comparando um cristalito sem deformação, com cristalitos com deformação homogênea e heterogênea.

Figura 14. Representação da contribuição da microdeformação no alargamento do pico de difração. (a) Cristalito sem deformação; (b) Cristalito com deformação homogênea; (c) Cristalito com deformação heterogênea.



Fonte: adaptado de Ichikawa (2013) ¹¹².

Vários fatores podem causar o alargamento e deslocamento dos picos de difração. Úngar (1997) ¹¹⁴⁻¹¹⁷ listou as causas referentes ao material (separando dos efeitos da deformação elástica e da instrumentação):

- a) Tamanho dos cristalitos (*size broadening*);
- b) Defeitos na rede (*strain broadening*);
 - i. Discordâncias;
 - ii. desajuste entre fases coerentes;
 - iii. contornos de grão em materiais nanocristalinos;
 - iv. deformação entre placas coerentes, especialmente em estruturas lamelares deformadas;
 - v. defeitos pontuais;
 - vi. partículas de segunda fase ou inclusões;
 - vii. gradientes de concentração em materiais multifásicos fora do equilíbrio;
 - viii. falhas de empilhamento;

Utilizando-se equações do método descrito por Reed e Schramm (1975)¹¹⁸ e por Borges *et al.* (1986)¹¹⁰ é possível converter as medidas de deslocamento e alargamento dos picos referentes à família de planos {111} de metais CFC, em valores de EDE, pois nesses planos há uma maior probabilidade das discordâncias estarem dissociadas em parciais⁵.

Ichikawa (2013)¹¹² apresenta uma compilação dos parâmetros fornecidos por um perfil de difração e as possíveis propriedades obtidas a partir da análise dos parâmetros, apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Parâmetros fornecidos por um perfil de difração e as possíveis propriedades obtidas a partir da análise dos parâmetros

Posição	Intensidade	Forma	Deslocamento	Método	Identificação
x				Indexação	Parâmetros da cela
x	x			Análise de Fases	Identificação e quantificação
			x	Análise de deslocamento de Pico	Tensões residuais
x		x		Análise de Perfis	Microdeformação, tamanho médio de cristalitos, defeitos da rede
x	x	x		Refinamento da estrutura	Posições atômicas, fator de Debye-Waller, outros

Fonte: Ichikawa (2013)¹¹².

A análise de perfis de difração, considerando posição e forma, possibilita a determinação de alguns parâmetros como microdeformação, tamanho médio de cristalitos e defeitos da rede.

Diversos métodos de análise são utilizados para avaliação do tamanho médio de cristalito e microdeformação. Na Tabela 4, são apresentados alguns métodos de análise e a forma de cálculo destes parâmetros¹¹².

Tabela 4. Método de análise e forma de cálculo dos parâmetros: tamanho médio de cristalitos e microdeformação.

Método	Tamanho Médio de Cristalitos	Microdeformação
Scherrer	Ponderado pelo volume	Não há
Stokes-Wilson	Não há	Deformação máxima (ϵ)
Williamson-Hall	Ponderado pelo volume	Deformação máxima (ϵ)
Warren-Averbach	Ponderado pela área	Deformação quadrática média $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$
Single-Line	Ponderado pelo volume	Deformação máxima (ϵ)

Fonte: adaptado de Ichikawa (2013)¹¹².

Apesar de mais precisa, a microdeformação quadrática média $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ deve ser obtida pelo método de Warren-Averbach, que utiliza as séries de Fourier. Entretanto, a escolha do método deve levar em consideração quais métodos de ajuste são mais adequados para aplicação, em função dos softwares de análise disponíveis (funções gaussianas, lorentziana e de Voigt).

Neste trabalho, a análise de perfis de difração considerou a função gaussiana para ajuste dos perfis, após correção instrumental com padrão de ítria. A análise do tamanho de cristalito foi realizada pelo método de Scherrer, e a análise de microdeformações máximas, por meio do método de Stokes e Wilson. Desta forma, é possível observar a influência da deformação criogênica no refino microestrutural dos materiais de estudo. Mais informações das técnicas são descritas na Seção 4.3.

3.7. FONTE SÍNCROTRON

Quanto maior a intensidade do feixe incidente, maior é a precisão da análise de difração de raios x, pois maior é a intensidade dos picos de difração. A intensidade do feixe incidente é dependente das fontes de raios x, que podem ser classificadas como ¹¹⁹:

- a) Anodo selado;
- b) anodo rotativo;
- c) aceleradores de partícula de alta energia - radiação síncrotron.

Dentre as fontes, a fonte síncrotron é a que oferece raios X de mais alta energia. A radiação síncrotron é obtida a partir de um acelerador de partículas e, com ela, é possível detectar traços de elementos em amostras ¹¹⁹.

A radiação síncrotron foi observada inicialmente na década de 1970 no acelerador NINA, em Daresbury, Reino Unido, porém foi estudada como utilização parasita do acelerador de partículas, que não foi projetado para tais fins ¹²⁰. Como esta radiação é instável após a sua emissão, foi necessária a utilização de um anel de armazenamento (*storage ring*), o qual é considerado a verdadeira fonte de raios X, e estabiliza o feixe em termos de intensidade, posição e direção ¹²⁰.

O anel síncrotron utilizado neste estudo é denominado fonte de luz síncrotron UVX, e nele estão instaladas 20 linhas de luz. A Figura 15 mostra o anel e algumas das linhas de luz instaladas.

Figura 15. Anel síncrotron UVX. Atualmente estão instaladas 20 linhas de luz.



Fonte: CNPEM ¹²¹.

Na linha XRD1, está instalada a estação XTMS (*X-ray scattering and thermo-mechanical simulation*), que contém o simulador termomecânico Gleeble 3S50®.

Na linha XTMS, é possível realizar a difração de raios X simultaneamente ao ensaio mecânico, em diversas temperaturas, desde temperaturas criogênicas, até altas temperaturas. Devido à intensidade do feixe ser maior do que por métodos de difração convencionais, é possível se obter espectros de difração com tempo de aquisição entre cada espectro da ordem de alguns segundos. Outra vantagem é o maior paralelismo do feixe, em comparação com difratômetros convencionais.

Para mais detalhes da linha XTMS e de parâmetros do anel síncrotron UVX, ver seção 4.3.

Futuramente, deverá ocorrer a instalação do novo anel síncrotron brasileiro denominado Sirius, o qual será o terceiro equipamento no mundo com baixa emitância e alto brilho.

3.8. SÍNTESE INTEGRADORA

Diversos trabalhos foram realizados anteriormente na área de deformação criogênica de aços, ligas de alumínio, cobre, titânio e magnésio, dentre outros metais, principalmente por meio dos processos de laminação criogênica, ou por deformação plástica severa em temperaturas criogênicas. São mais frequentemente utilizadas técnicas de caracterização das amostras após a deformação, como por exemplo, a difração de raios X em difratômetros convencionais. Entretanto, como a caracterização não é realizada *in situ*, a recuperação decorrente do processo de preparação das amostras pode acarretar em perda de informações importantes da evolução microestrutural dos metais estudados.

A utilização do simulador termomecânico acoplado ao anel síncrotron UVX permite a realização de testes em condições extremas de temperatura, taxa de aquecimento/resfriamento, e de taxa de deformação, com a difração de raios X ocorrendo simultaneamente ao teste mecânico, possibilitando o entendimento dos fenômenos que envolvem a modificações dos mecanismos de deformação atuantes em condições adversas, e da forma como se estabelecem os rearranjos microestruturais decorrentes da deformação plástica. Adicionalmente, 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.

A energia de defeito de empilhamento é um dos parâmetros de deformação mais importantes, pois é um indicativo de como ocorrem estes rearranjos microestruturais. Assim, pode ser considerada em termos de projeto, adotando-se estratégias para modificação do parâmetro, ou pela seleção de materiais mais adequados para a aplicação desejada.

Diversas rotas de processamento visando aumento da capacidade de deformação e aumento da resistência mecânica, muitas vezes simultaneamente, são utilizadas para estudo em escala laboratorial. Contudo, em termos de aplicações práticas, muitas não podem ser utilizadas em escala industrial, pela limitação de

tamanho de amostras ou de equipamentos, como ocorre em estudos de deformação plástica severa.

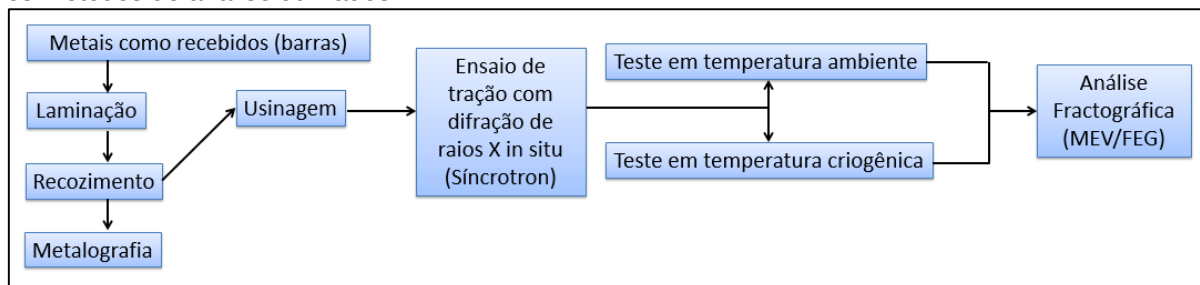
Em contrapartida, a utilização de temperaturas criogênicas pode ser obtida por meio do resfriamento da amostra em nitrogênio líquido, o qual pode ser utilizado em escala industrial, em rotas de processamento secundárias (ou até mesmo primárias) devido à disponibilidade e preço deste material.

Estudos mostram que existem condições ótimas de temperatura e taxa de deformação, que possibilitam o maior ganho de propriedades, em termos de resistência e ductilidade. Assim, o entendimento dos fenômenos que ocorrem durante a deformação plástica permite a aplicação destes conceitos nos mais diversos materiais, otimizando suas propriedades sem um aumento de custo significativo.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 16 apresenta um fluxograma que resume as etapas de obtenção das amostras, os ensaios realizados e os métodos de análise utilizados.

Figura 16. Fluxograma representando as etapas de obtenção das amostras, os ensaios realizados e os métodos de análise utilizados.



Fonte: o autor.

4.1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS – LAMINAÇÃO

Barras cilíndricas de cobre e alumínio com aproximadamente ($\phi=6,35$ mm) e de prata (barra de seção quadrada de 30 mm, e 10 mm de espessura), de pureza comercial (Al=99,95%p, Cu=99,9%p e Ag=99,9%p) foram cortados e laminados utilizando-se um laminador de laboratório Fenn, com diâmetro dos cilindros de 108 mm, como mostrado na Figura 17.

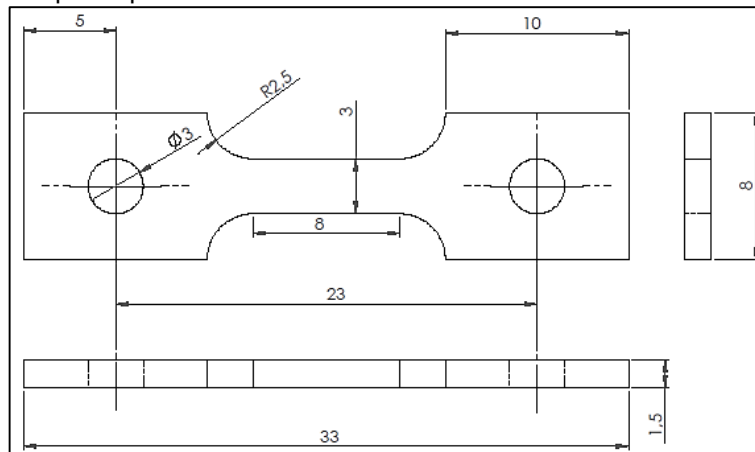
Figura 17. Laminador de laboratório Fenn, instalado no laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.



Fonte: o autor.

Em seguida, as amostras laminadas foram usinadas para obtenção dos corpos de prova, de 33 mm de comprimento, 8 mm de largura e 1,5 mm de espessura, conforme mostrado na Figura 18.

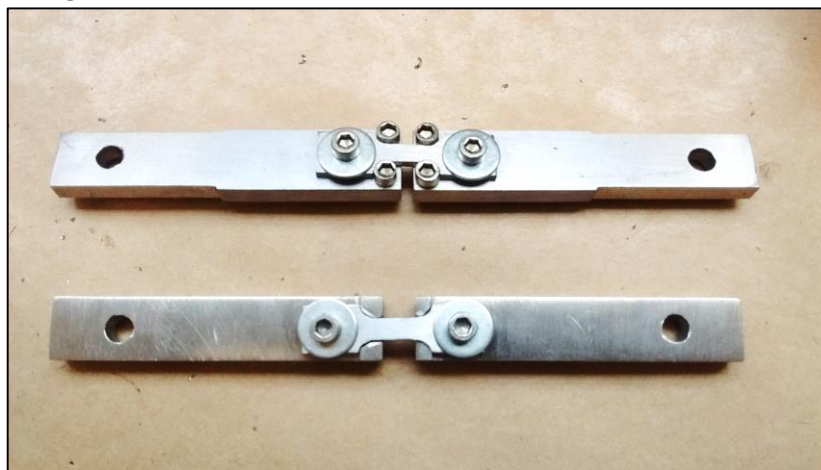
Figura 18. Dimensões em milímetros do corpo de prova adaptado para uso na Gleeble 3S50®.



Fonte: o autor.

Essas amostras de tamanho reduzido (*subsize*) foram adaptadas para ajustar os materiais de estudo aos possíveis modelos de corpos-de-prova para ensaio no simulador termomecânico Gleeble 3S50®. O desenho técnico do projeto do suporte inicialmente projetado para adaptar a amostra às garras do Gleeble 3S50® é mostrado no Anexo I. Posteriormente, foram utilizados outros modelos de suporte aprimorados, semelhantes ao projetado inicialmente, como mostrado na Figura 19.

Figura 19. Conjunto de suportes usinados para utilização na linha XTMS.



Fonte: o autor.

4.2. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS – RECOZIMENTO

Após a deformação, as amostras foram recozidas, utilizando atmosfera de argônio, de acordo com os seguintes tempos e temperaturas ^{32,122}:

Tabela 5. Temperaturas e tempos de recozimento.

Metal	Temperatura (°C)	Temperatura homóloga (T/T_i)	Tempo
Alumínio	345°C	0,66	15 minutos
Cobre	345°C	0,45	15 minutos
Prata	400°C	0,55	15 minutos

Fonte: o autor.

Segundo Santos (2006) ¹⁰², a temperatura de recristalização média (material metálico totalmente recristalizado em um intervalo de 1 hora) para amostras de alumínio de pureza comercial é de 280°C, e de cobre de pureza comercial é de 200°C. Considerando-se as faixas de temperaturas utilizadas e que as amostras utilizadas são de tamanho reduzido (*subsize*), possibilitando rápida homogeneização de temperatura no corpo de prova, supõe-se que o tempo e a temperatura foram suficientes para total recristalização das amostras.

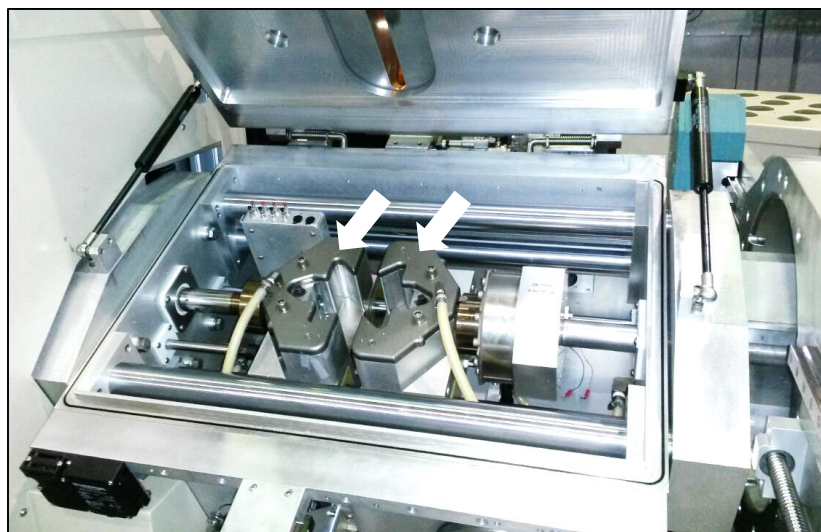
4.3. PARÂMETROS DOS ENSAIOS MECÂNICOS E DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X *IN SITU* NA LINHA XTMS

O sistema instalado no CNPEM (Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais), na segunda baía da linha XRD1 do anel síncrotron, é denominado como XTMS (X-ray Scattering and Thermo-Mechanical Simulation Station) e é composto por um simulador termomecânico Gleeble 3S50® (Figura 20), e um sistema de aquisição e instrumentação pelas equipes do LNNano (Laboratório Nacional de Nanotecnologia – CNPEM), LNLS (Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – CNPEM) e pela Dynamic Systems Inc. (DSI). Todo o conjunto, inclusive o simulador termomecânico, foi desenvolvido exclusivamente para operação no anel síncrotron.

Utilizado pela primeira vez para ensaios integralmente criogênicos, o simulador termomecânico da linha XTMS contempla um sistema de resfriamento com nitrogênio líquido, com taxas de resfriamento de até -150°C/s, e experimentos em temperaturas

menores do que -100°C são obtidas facilmente. Neste trabalho, os valores de temperatura alcançados no resfriamento foram de aproximadamente -180°C , e se mantiveram estáveis durante todo o teste, pela aspersão de nitrogênio líquido nos corpos de prova. Termopares do tipo K foram fixados nas amostras, tendo uma resolução de aproximadamente $0,2^{\circ}\text{C}$ ¹²³.

Figura 20. Câmara da Gleeble 3S50®. As setas mostram as garras onde são presos os corpos de prova.



Fonte: o autor.

O anel síncrotron é composto por um anel de armazenamento com capacidade de 1,37 GeV, com injeção de corrente da faixa de 250 mA. A linha XTMS possui um duplo monocromador de silício (111). A amostra é posicionada dentro do simulador termomecânico a 17 metros do segundo cristal monocromador. Na posição da amostra, o tamanho (diâmetro) do raio incidente tem uma largura máxima média de 3,6 mm horizontalmente e de 1,2 mm verticalmente ¹²³.

Os detectores ficam posicionados de 360 a 600 mm da amostra, sendo dois sistemas de detectores de raios X: um deles contemplando dois detectores lineares Mythen 1K, e o segundo contempla o detector de área Rayonix SX165CCD ¹²³. A quantidade de perfis de difração que é obtida por teste varia de acordo com o tempo de aquisição estipulado para cada amostra, e com a duração de cada ensaio. Na Tabela 6, são apresentados os tempos de aquisição, a quantidade de perfis de difração obtidos, e a faixa de detecção, por ensaio:

Tabela 6. Tempos de aquisição, quantidade de perfis de difração obtidos e faixa de detecção, por amostra ensaiada.

Metal	Quantidade de perfis de difração	Intervalo de detecção (s)	Faixa de detecção (2θ, em graus)
Alumínio (293K)	148	10	23,03 - 43,94
Alumínio (77K)	147	10	23,03 - 43,94
Cobre (293K)	147	10	27,75 - 48,69
Cobre (77K)	196	10	27,75 - 48,69
Prata (293K)	147	3	23,03 - 43,94
Prata (77K)	407	3	23,03 - 43,94

Fonte: o autor.

Ajustes em relação à geometria e posicionamento devem ser corrigidos em relação ao feixe incidente, a cada posicionamento de amostras. Cada detector Mythen 1K linear abrange uma faixa de cerca de $9,15^\circ$, com um *gap* mínimo de cerca de $0,5^\circ$ entre os detectores. A tampa da câmara se situa a 280 mm da amostra, e possui uma janela transparente a raios X. A janela abrange uma faixa de 130° e o ângulo de difração 2θ pode variar entre -5° e 125° ¹²³.

O detector em área Raionix SX165 tem um diâmetro de cerca de 165 mm e, apesar de mais lento em relação aos detectores Mythen 1K lineares, pode ser mais preciso, reduzindo efeitos causados por textura e baixo número de cristalitos ¹²³.

A radiação incidente na linha XTMS possui energia de 12 keV e comprimento de onda $\lambda=1,0332 \text{ \AA}$. A taxa de deformação utilizada na Gleeble[®] foi de $1,9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Os perfis de difração foram coletados entre 3 e 10 segundos.

A sincronização dos tempos entre o teste mecânico e a difração de raios X foi realizada utilizando um algoritmo desenvolvido por Faria (2014) ¹²⁴ para Matlab[®].

O ajuste dos picos de difração foi realizado por meio de uma função gaussiana, usando o software IgorPro[®]. Durante os experimentos, a superfície de difração é afetada por mudanças nas dimensões da amostra, as quais são dependentes da temperatura e da deformação. Assim, a posição e a intensidade dos picos de difração são corrigidas pelas Equações 4 e 5 ^{106,107,124}, respectivamente.

$$\Delta(2\theta) = \tan^{-1}((\varepsilon)(t/g)(\sin(2\theta_{obs})/\sin(\omega))) \quad [4]$$

$$I(2\theta) \approx (I_{obs}(2\theta))e^{-(1+(\sin(\omega)/\sin(2\theta-\omega)))} \quad [5]$$

Onde: $\Delta(2\theta)$ é a posição corrigida do ângulo de difração, $2\theta_{obs}$ é o ângulo observado, t é a espessura da amostra, ω é o ângulo do feixe incidente, ε é a deformação da amostra, g é a distância entre o centro do detector e região irradiada da amostra, $I(2\theta)$ é a intensidade corrigida, $I_{obs}(2\theta)$ é a intensidade medida e θ é o ângulo corrigido do pico de difração. O fator temperatura não é considerado porque esta permanece constante durante todo o teste, controlada por termopares fixados na amostra, resultando em deformação induzida pela variação de temperatura praticamente nula ^{106,107,124}.

A microdeformação foi estimada pela fórmula de Stokes e Wilson ^{125,126,127}, de acordo com a Equação 6.

$$\varepsilon = \beta \cos \theta / 4 \sin \theta \quad [6]$$

Onde: β é a largura à meia altura dos picos de difração (no inglês, FWHM – *Full width at half maximum*), corrigidos pelo fator instrumental, e θ é o ângulo de difração.

O tamanho de cristalito D é estimado pela equação de Scherrer ^{106,107} (Equação 7), como segue abaixo. O fator instrumental foi determinado analiticamente com base em medidas realizadas com padrões de ítria (Y_2O_3) de elevada pureza.

$$D = 0,94\lambda / \beta \cos \theta \quad [7]$$

4.4. ANÁLISE DE SUPERFÍCIE DE FRATURA – MEV-FEG

A análise da superfície de fratura dos materiais foi realizada utilizando-se um 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 (C-Labmu).

A redução percentual de área é dada pela Equação 8 ³:

$$\%RA = \left(\frac{A_0 - A_f}{A_0} \right) * 100 \quad [8]$$

Onde: A_0 é área inicial da seção transversal do corpo de prova na área útil, e A_f é a área de fratura. A redução de área foi calculada a partir das imagens da superfície de fratura utilizando-se o software Image J[®].

4.5. METALOGRAFIA

As amostras de alumínio, cobre e prata recristalizadas foram embutidas em resina de cura a frio, lixadas (lixa 100#, 220#, 320#, 400#, 600# e 1200#) e posteriormente polidas manualmente com pasta diamantada (6 μ m e 3 μ m) para as amostras de prata, e com polimento eletrolítico para as amostras de cobre e alumínio, em sistema de eletro-polimento modelo Eletromet 4, da Buehler[®]. Segue na Tabela 7, a composição dos eletrólitos utilizados no polimento eletrolítico.

Tabela 7. Eletrólitos para polimento eletrolítico.

Metal	Reagente	Tempo Médio	Célula de voltagem
Alumínio	800 ml de etanol (absoluto) 60 ml de ácido perclórico (HClO ₄) 140 ml de água destilada (opcional)	15 – 60 segundos	30 - 80
Cobre	250 ml de etanol (absoluto) 250 ml de ácido fosfórico (H ₃ PO ₄) 500 ml de água destilada	1 – 5 min	-

Fonte: ASM Handbook v. 9 (2004) ¹²⁸.

O ataque químico das amostras foi realizado com os reagentes descritos na Tabela 8. São mostradas as composições dos reagentes e os tempos aproximados de imersão das amostras.

Tabela 8. Reagentes químicos utilizados para ataque das amostras estudadas.

Metal	Reagente	Tempo de Imersão	Ref.
Alumínio	2 ml de ácido fluorídrico (HF) 25 ml de ácido nítrico (HNO ₃) 100 ml de água destilada	30 s a 1 min.	129
Alumínio	(Reagente de Weck) 4g de permanganato de potássio (KMnO ₄) 1 g de hidróxido de sódio (NaOH - lentilha) 100 ml de água destilada	5 s	130
Cobre	5 g de cloreto férrico (FeCl ₃) 50 ml de ácido clorídrico (HCl) 100 ml de água destilada	5 s	131
Prata	50 ml de hidróxido de amônio (NH ₄ OH) 10-30 ml de peróxido de hidrogênio (H ₂ O ₂ – 50%)	5 s	131

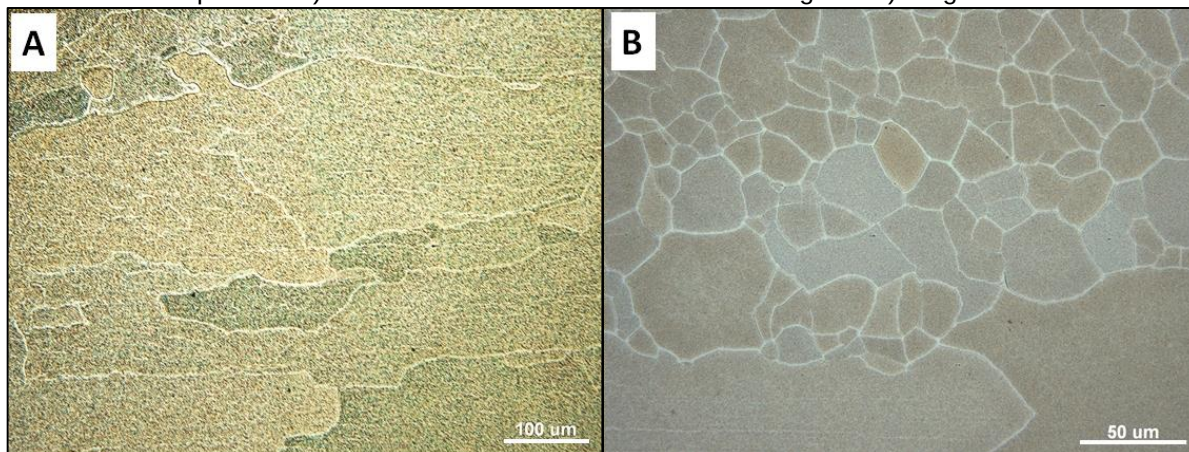
Fontes: Coutinho (1980) ¹²⁹; Gao, Harada e Kumai (2012) ¹³⁰; ASTM (2016) ¹³¹.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. MICROGRAFIAS

A Figura 21 mostra a seção longitudinal da amostra de alumínio recristalizada. Nota-se uma estrutura heterogênea de tamanhos de grão, devido à ocorrência de recristalização secundária. Na Figura 21 (a), notam-se grãos grandes e alongados, observados também na porção inferior da Figura 21 (b).

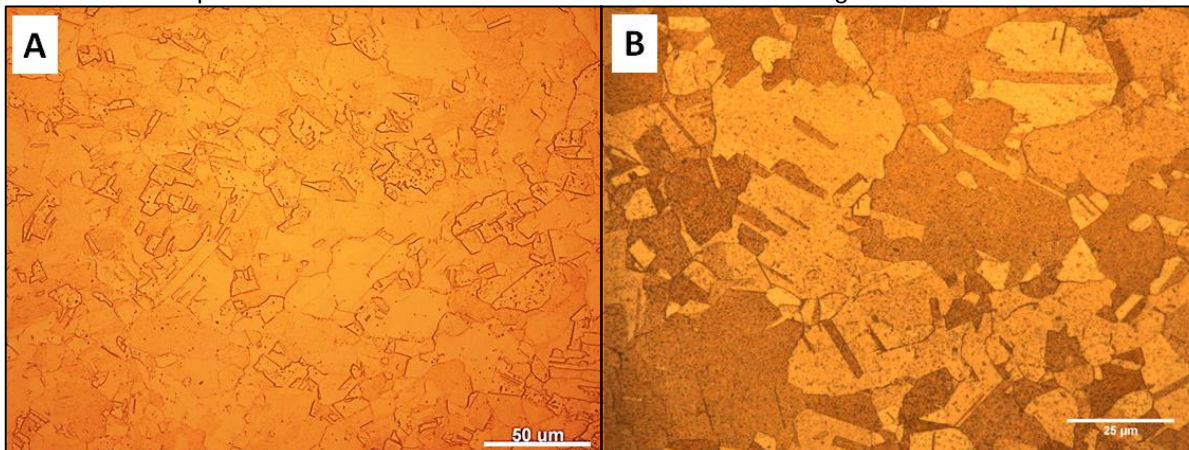
Figura 21. Micrografias da seção longitudinal de amostra de alumínio após recristalização. Polimento eletrolítico e ataque com a) ácidos fluorídrico e nítrico diluídos em água e b) reagente de Weck.



Fonte: o autor.

A Figura 22 mostra a seção longitudinal da amostra de cobre recristalizada, com distribuição mais homogênea de tamanhos de grão.

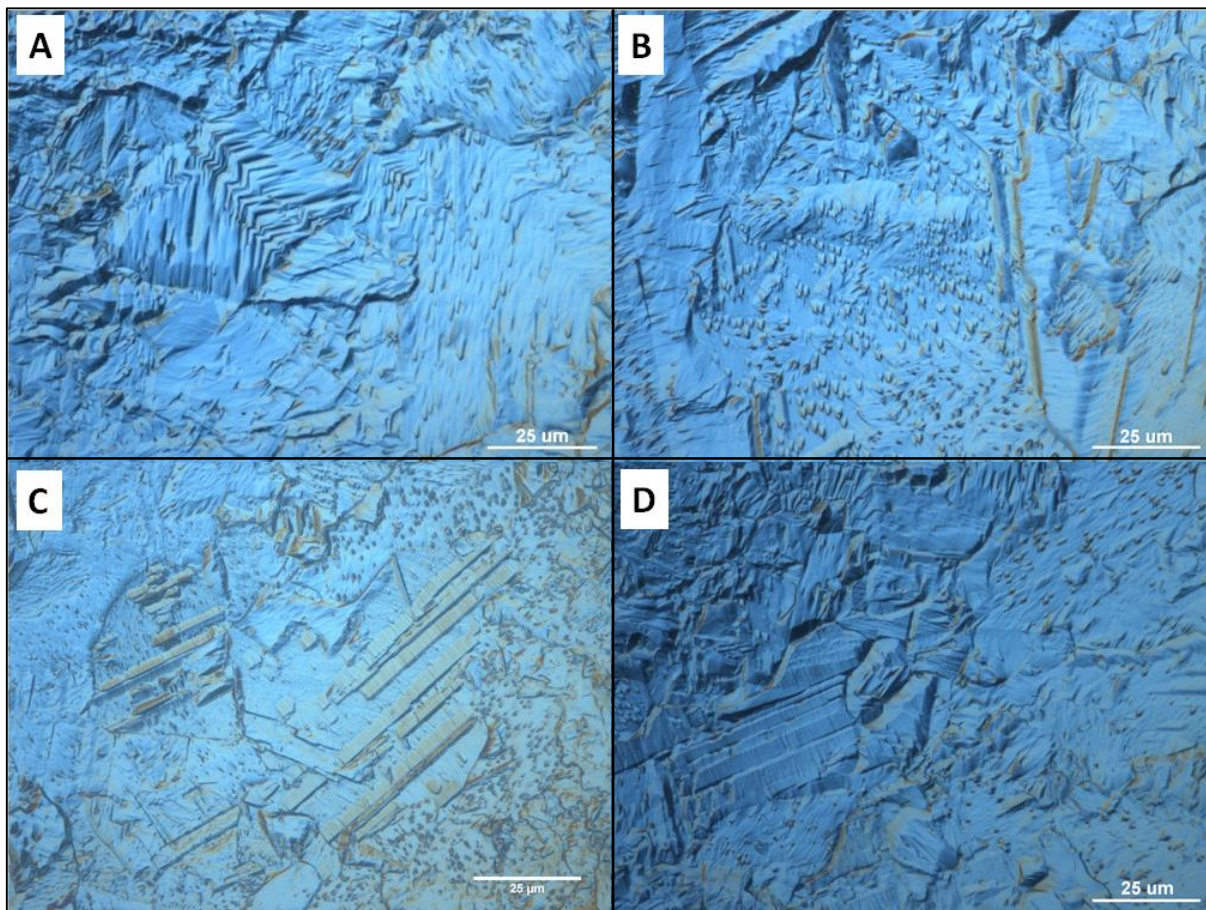
Figura 22. Micrografias da seção longitudinal de amostra de cobre após recristalização. Polimento eletrolítico e ataque com ácido clorídrico e cloreto férrico diluídos em água.



Fonte: o autor.

A Figura 23 mostra a seção longitudinal da amostra de prata recristalizada. Na prata, o ataque preferencial em determinadas direções cristalográficas e a utilização do filtro Nomarski, para análise do relevo de superfície, permitem a observação de detalhes da microestrutura, como maclas de recozimento.

Figura 23. Micrografias da seção longitudinal de amostra de prata após recristalização. Polimento em pasta diamantada 3 μm . Ataque com hidróxido de amônio e peróxido de hidrogênio. Utilização de filtro Nomarski.



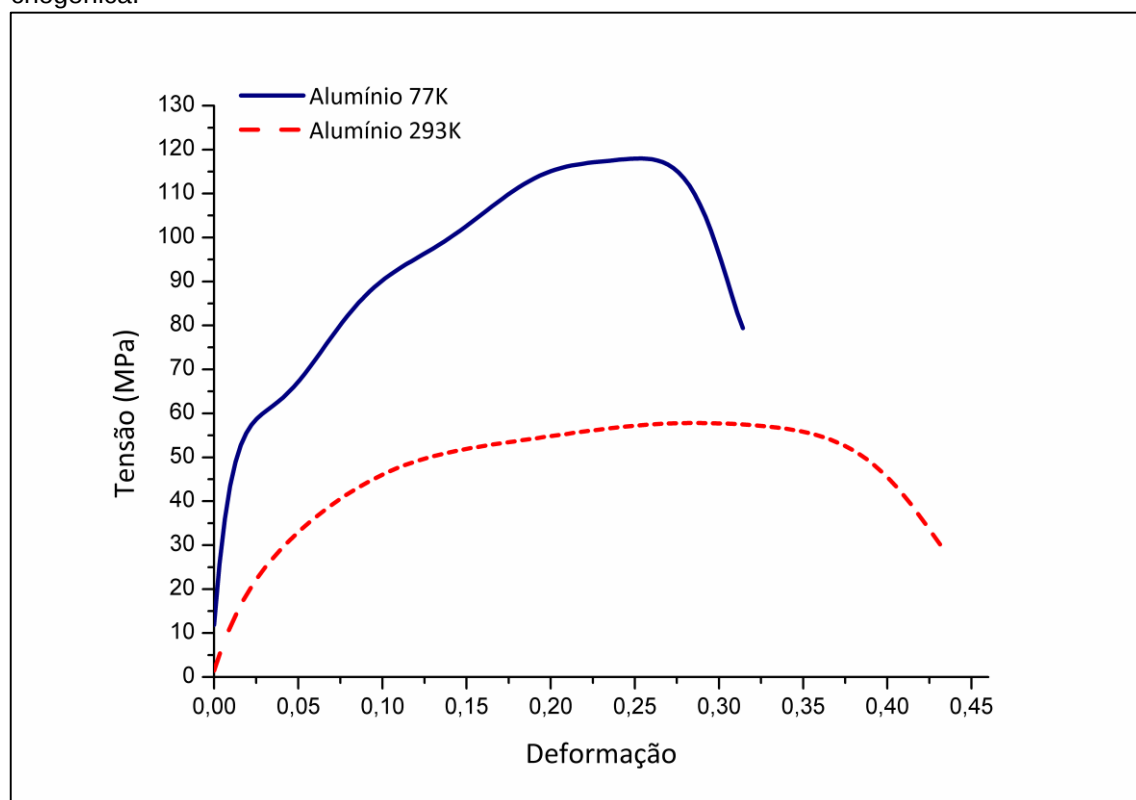
Fonte: o autor.

Uma microestrutura homogênea poderia ser mais desejável para efeito comparativo entre os materiais. Contudo, o processo de laminação gera grãos alongados, e no alumínio de pureza comercial, após o recozimento, a textura do tipo cubo pode ser favorecida ⁶. Estudos adicionais de técnicas de obtenção dos corpos de prova e de recristalização dos metais podem melhorar o efeito comparativo deste estudo.

5.2. ENSAIOS MECÂNICOS

A Figura 24 mostra o resultado do teste de tração para as amostras de alumínio testadas em temperaturas ambiente (293K) e criogênica (77K). Nota-se um elevado aumento de resistência mecânica, com perda de ductilidade.

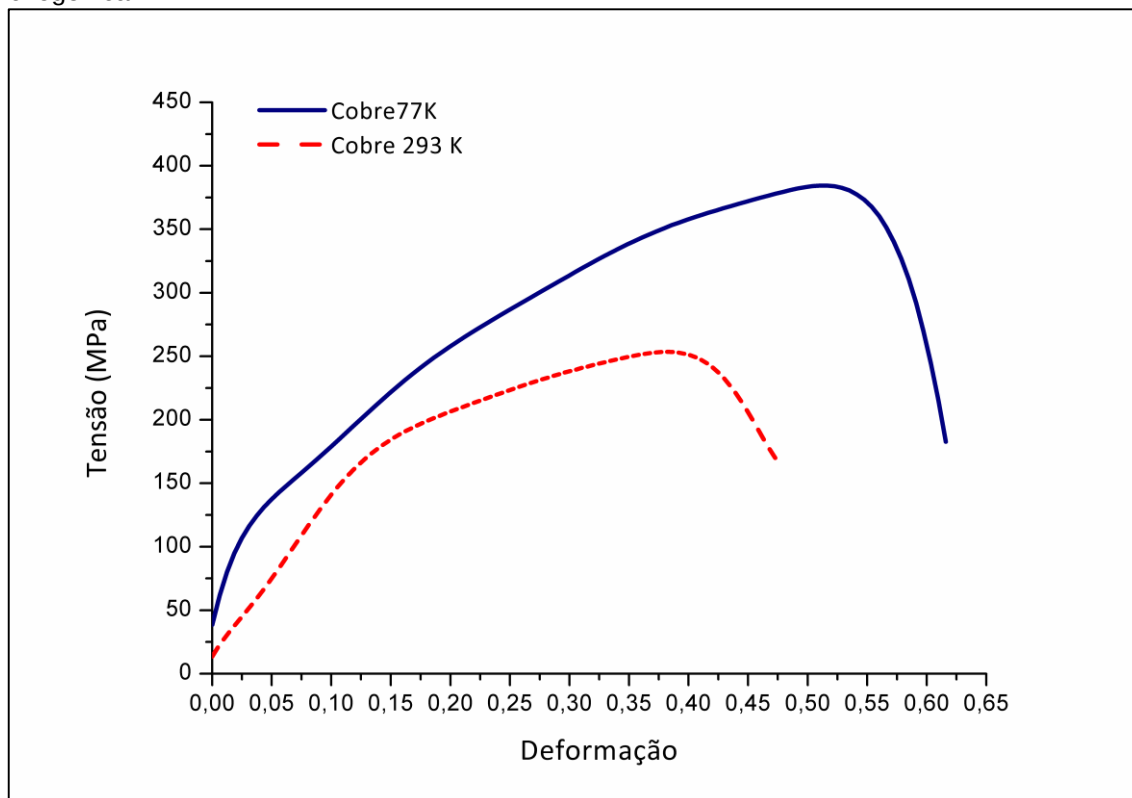
Figura 24. Curvas tensão x deformação para o alumínio ensaiado em temperaturas ambiente e criogênica.



Fonte: o autor

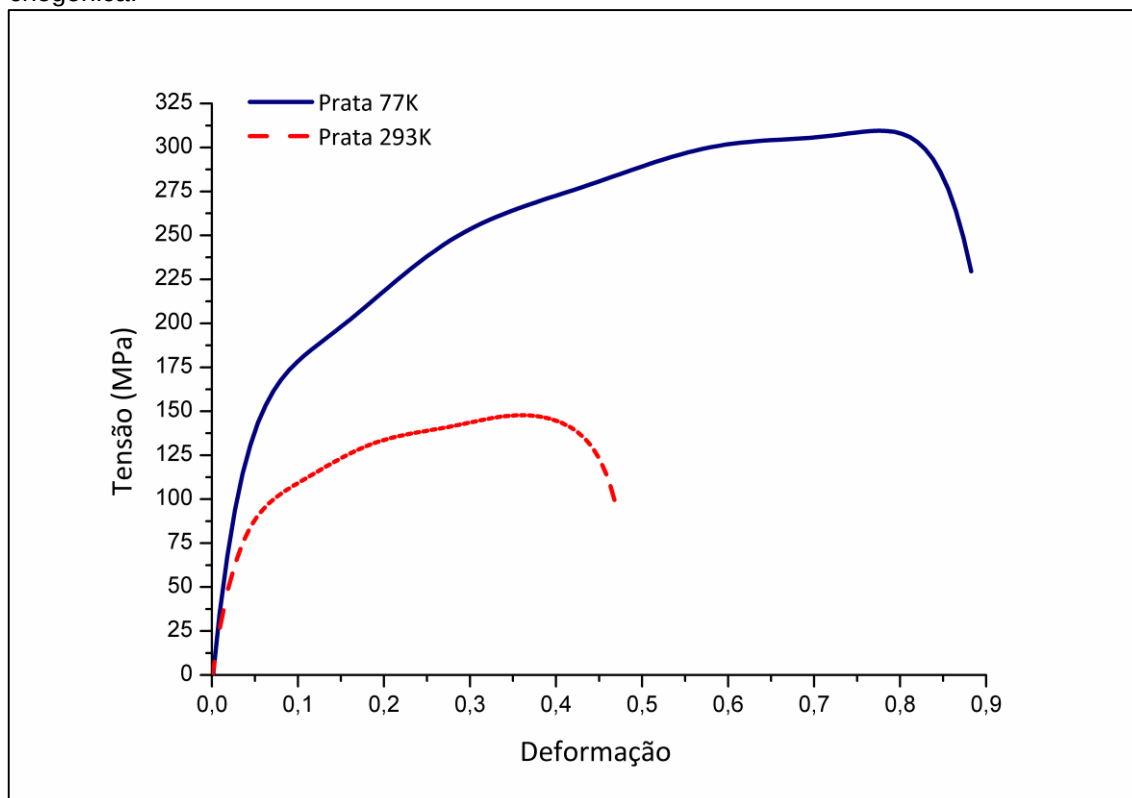
A Figura 25 mostra o resultado do teste de tração para as amostras de cobre testadas em temperaturas ambiente (293K) e criogênica (77K). Na Figura 26 é mostrado o resultado do teste de tração para as amostras de prata testadas em temperaturas ambiente (293K) e criogênica (77K). É possível notar um aumento de resistência e ductilidade simultaneamente para ambos os metais, porém muito mais significativo para a prata, metal de baixa EDE.

Figura 25. Curvas tensão x deformação para o cobre ensaiado em temperaturas ambiente e criogênica.



Fonte: o autor.

Figura 26. Curvas tensão x deformação para a prata ensaiada em temperaturas ambiente e criogênica.



Fonte: o autor

Na Tabela 9 são apresentados os resultados dos testes de tração. Todos os ensaios foram realizados a uma taxa de deformação de $1,9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. É possível observar que no alumínio, há um aumento do limite de resistência (109,1%) e aumento da tensão de escoamento (81,3%), com uma perda de alongamento (-26,5%) no teste criogênico.

Em contrapartida, cobre e prata tiveram aumento simultâneo de resistência e ductilidade. O cobre teve 57,1% de aumento da tensão de escoamento, 52,2% de aumento do limite de resistência e 31,9% de aumento de alongamento. Já a prata teve os maiores incrementos de propriedades mecânicas no teste criogênico, com 78,2% de aumento na tensão de escoamento, 108,7% de aumento no limite de resistência e 88,8% de aumento de alongamento.

Tabela 9. Resultados dos testes mecânicos e de redução de área das amostras ensaiadas em temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K).

Metal	Expoente de encruamento (n)	Redução de área (%)	Tensão de escoamento - σ_y - (MPa)	Variação de σ_y (%)	Alongamento	Variação do alongamento (%)	Limite de resistência à tração LRT (MPa)	Variação do LRT (%)
Al 293 K	0,11	99,0	22,1	81,3	0,43	-26,5	57,1	109,1
Al 77 K	0,34	99,0	40,1		0,32		119,4	
Cu 293 K	0,38	94,7	37,2	57,1	0,47	31,9	254,5	52,2
Cu 77 K	0,47	95,6	58,5		0,62		387,3	
Ag 293 K	0,24	93,3	51,6	78,2	0,47	88,8	149,6	108,7
Ag 77 K	0,27	81,6	92,0		0,88		312,1	

Fonte: o autor.

O aumento no expoente de encruamento segue uma tendência, onde maiores incrementos pela deformação criogênica são obtidos para materiais de maiores EDE's. No alumínio, o expoente de encruamento aumenta cerca de três vezes. O expoente de encruamento é utilizado como parâmetro para avaliação da capacidade do material de redistribuir a deformação de forma uniforme, à medida que a deformação ocorre e, é importante por exemplo, para estudos de conformabilidade e estampabilidade de chapas ¹².

Quanto maior a EDE, menor a distância entre as discordâncias parciais, de tal modo que um mínimo aumento de temperatura é suficiente para gerar sua recombinação. Isto resulta em um rearranjo e aniquilação de discordâncias, levando à formação de estruturas celulares de discordâncias em materiais de alta EDE ⁶. Estudos por microscopia eletrônica de transmissão (MET) com níquel (metal CFC de alta EDE) deformado criogenicamente mostram que mesmo com a supressão da recuperação dinâmica em temperaturas criogênicas, há tendência para formação de arranjos celulares nestas condições ¹³².

Rémy, Pineau e Thomas (1978)¹³³ estudaram a EDE de diversos metais e ligas de estrutura CFC, e a dependência da EDE com a temperatura. Apesar de fazerem correlações da EDE de determinados grupos de metais com a temperatura, eles fizeram ressalvas quanto à dificuldade de se fazer medidas experimentais. No futuro, avanços nas técnicas de medição da EDE podem propiciar maiores progressos em relação a esta correlação.

No que se refere à redução de área, nota-se uma tendência de maior redução para o alumínio. No alumínio e cobre, a variação da redução de área, em relação à temperatura ambiente, é pequena ou praticamente nula. Para a prata, há menor redução de área no material testado criogenicamente. Este efeito é discutido com maior detalhamento na Seção 5.3.

A Tabela 10 mostra os valores de extensão da deformação homogênea para os metais de estudo. Para a taxa de deformação utilizada ($1,9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), a maior variação ocorreu para a prata, metal de menor EDE.

Tabela 10. Extensão da deformação homogênea das amostras ensaiadas em temperatura ambiente (293K) e criogênica (77K).

Metal	Extensão da deformação homogênea	Variação (%)
Alumínio 293 K	0,256	-3,9
Alumínio 77 K	0,246	
Cobre 293 K	0,369	39,6
Cobre 77 K	0,515	
Prata 293 K	0,339	123,9
Prata 77 K	0,759	

Fonte: o autor.

O aumento da extensão da deformação homogênea apresentada pela prata deformada criogenicamente ($\Delta=123,9\%$) mostra que, dependendo da EDE do metal estudado, a deformação criogênica pode contribuir para este aumento, o qual é desejável como parâmetro de conformação de diversos metais e ligas, como por exemplo na estampagem de chapas.

5.3. FRACTOGRAFIA – MEV-FEG

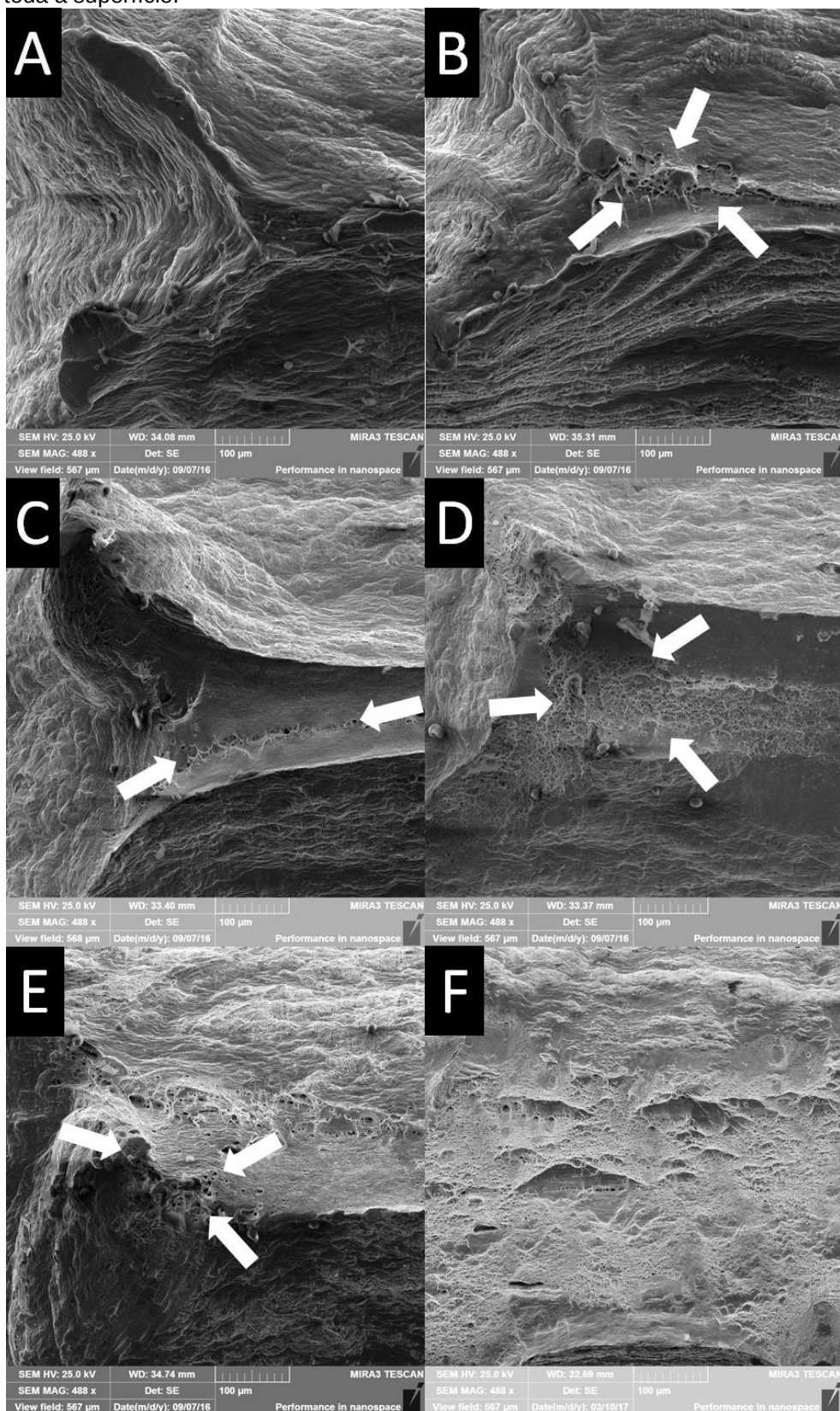
Na Figura 27 são apresentadas micrografias da superfície de fratura obtidas no microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV-FEG). Para melhor efeito comparativo, é exibida apenas uma das extremidades da seção transversal de cada amostra.

Observa-se também, uma tendência de diminuição do tamanho dos *dimples* em temperaturas criogênicas. Isto pode ser explicado pelo fato de que o aumento na quantidade de microcavidades ocasiona em menores caminhos livres para expansão individual, até a fratura.

Como visto na Seção 5.2, a redução de área para a prata foi menor em temperaturas criogênicas, apesar da melhoria de resistência e ductilidade ser mais acentuada para este metal. Isto ocorre porque no cobre, a menor quantidade de fontes de microcavidades induz sua formação em locais mais favoráveis energeticamente, resultando em uma linha de *dimples* no centro da superfície de fratura

Entretanto, para a prata ocorre uma saturação da quantidade de pontos de surgimento de microcavidades, resultando em uma seção menos resistente após o coalescimento destes microvazios. Isto resulta, portanto, em uma menor redução de área na prata deformada criogenicamente. Todavia, apesar da menor redução de área ser muitas vezes associada à fragilidade do material, nota-se que a prata deformada criogenicamente tem maior capacidade de deformação do que a prata deformada em temperatura ambiente, e a ruptura ocorre em maiores graus de deformação.

Figura 27. Micrografias da superfície de fratura das amostras de (A) Alumínio 293K; (B) Alumínio 77K; (C) Cobre 293K; (D) Cobre 77K; (E) Prata 293K; (F) Prata 77K, obtidas com os mesmos aumentos. As setas indicam regiões com *dimples*. Em (F) a seção transversal contém uma grande quantidade de *dimples*, distribuídos por toda a superfície.



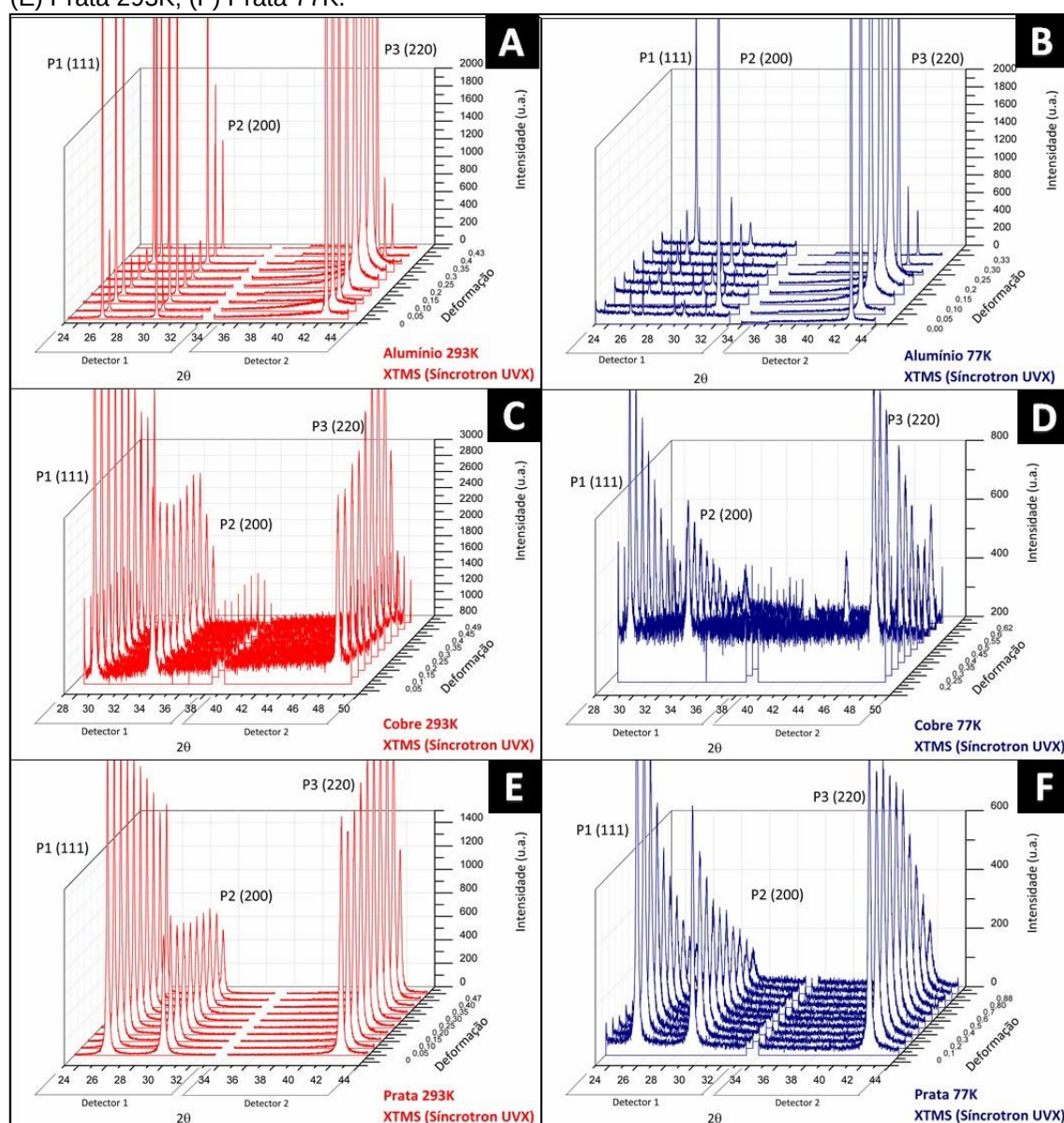
Fonte: o autor.

5.4. DIFRAÇÃO DE RAIOS X *IN SITU*

5.4.1. Perfis de difração de raios X

A Figura 28 exibe os perfis de difração de raios X obtidos durante o ensaio mecânico.

Figura 28. Perfis de difração de raios X ensaiadas na linha XTMS, obtidos simultaneamente ao ensaio mecânico (*in situ*). (A) Alumínio 293K; (B) Alumínio 77K; (C) Cobre 293K; (D) Cobre 77K; (E) Prata 293K; (F) Prata 77K.



Fonte: o autor.

Como é possível constatar, os perfis possuem elevada intensidade dos picos de difração, obtidos em intervalos de aquisição entre 3 e 10 segundos. Cada um dos detectores analisa uma faixa de aproximadamente 10 graus, com um *gap* entre os detectores. Com estas faixas de detecção é possível observar os principais picos (mais intensos) referentes aos metais de estudo. Na imagem, foram escolhidos apenas alguns graus de deformação por amostra, e foi selecionada uma faixa de exibição, para ressaltar alguns pontos importantes do aspecto visual, como o alargamento e deslocamento de picos, que ocorre durante a deformação.

Verifica-se, por exemplo, que as amostras de alumínio apresentam elevado grau de orientação preferencial, uma vez que a maior parte da informação presente é referente aos planos (220). Como mostrado na Seção 3.6, o alumínio de elevada pureza tem grande tendência para a formação de textura de recristalização do tipo cubo. Adicionalmente, pelo exame metalográfico, observa-se um crescimento exagerado dos grãos, em detrimento dos grãos vizinhos, processo bastante comum e conhecido como recristalização secundária. A textura resultante, neste caso, é geralmente diferente das texturas de deformação e de recristalização, sendo que no alumínio, a textura resultante de recristalização secundária mais frequente é a do tipo (100) [011] ⁶.

É possível notar também que, durante a deformação, os picos referentes aos planos (220) têm um alargamento considerável. Uma alternativa de estudo seria a utilização método *single-line*, empregado quando somente é possível observar um pico de difração, correspondente a uma reflexão de primeira ordem ¹¹². Nestes casos, picos correspondentes às reflexões maiores não podem ser obtidos (por exemplo, em materiais muito deformados, composições com muitas fases presentes, materiais com orientação preferencial, etc.). Entretanto, para efeito de comparação, foi utilizado o mesmo método de análise para os três materiais.

Em contrapartida, as amostras de cobre e prata têm três picos bem definidos, desde o início do ensaio mecânico. O cobre apresenta uma quantidade de ruído bastante elevada, provavelmente devido à oxidação da superfície, ainda que as amostras tenham sido cuidadosamente lixadas instantes antes do ensaio. Já as amostras de prata possuem perfis com baixa quantidade de ruído, devido à fina camada de óxido protetor e aderente formado na superfície.

5.4.2. Microdeformação

A microdeformação, também denominada como microdeformação máxima, para diferenciação da microdeformação quadrática média (*root mean square strain*)¹¹², foi demonstrada por Stokes e Wilson¹²⁶, como sendo o limite superior das deformações na rede cristalina. As Figuras 12 e 13 mostram esquemas de como microdeformações modificam o sinal de difração de raios X, podendo ser detectadas.

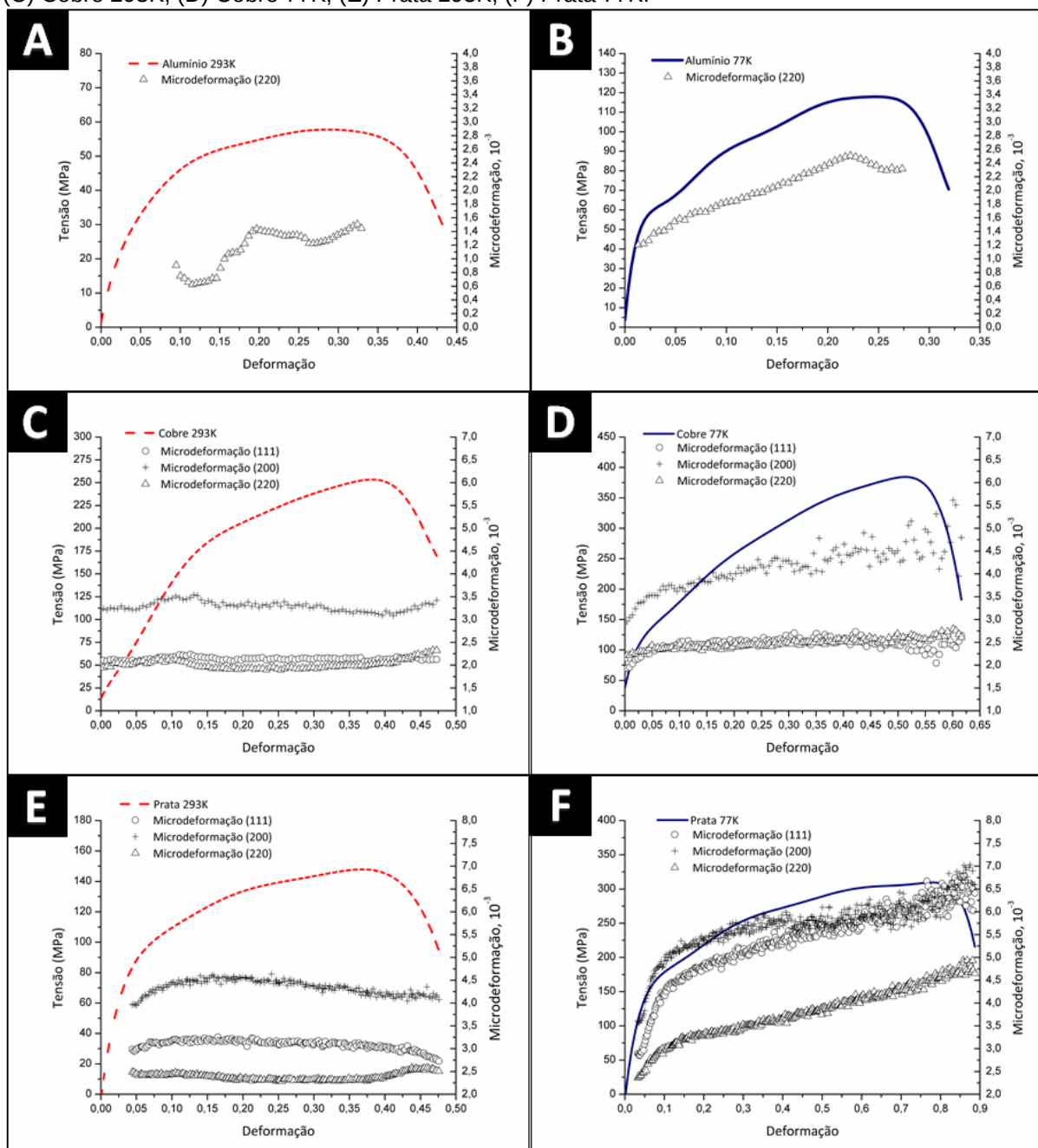
Na Figura 29 são apresentados os resultados de microdeformação e tensão, em função da deformação dos metais em temperatura ambiente e criogênica.

No alumínio, como discutido anteriormente, somente o pico referente aos planos (220) foi considerado para análise. Observa-se um aumento da microdeformação ao longo do teste. Uma grande dispersão de dados foi encontrada no início (devido à deformação elástica) e no término do ensaio (devido à estricção), e estes dados não foram considerados.

Como o alargamento dos picos de difração (*line broadening*) tem influência de três fatores fundamentais (microdeformação, ou *strain broadening*; diminuição do tamanho médio do tamanho de cristalitos, ou *size broadening*; e do fator instrumental)^{112,114}, nota-se que o comportamento constante da microdeformação nos ensaios de cobre e prata em temperatura ambiente (293K) sugere que a mudança no tamanho de cristalito é responsável pelo alargamento de pico nessas condições.

Já para as amostras testadas em temperatura criogênica (77K), é possível observar um grande aumento na microdeformação. Este resultado sustenta a tese de que em temperatura ambiente, a recuperação dinâmica não cria um ambiente saturado de defeitos, não causando microdeformações na rede cristalina (acarretando, entretanto, em uma deformação global). Assim, o rearranjo e a aniquilação de defeitos são responsáveis pela formação de subestruturas de deformação (células para materiais de elevada EDE, e uma distribuição mais homogênea, em metais de baixa EDE) ⁶.

Figura 29. Microdeformação e tensão, em função da deformação. (A) Alumínio 293K; (B) Alumínio 77K; (C) Cobre 293K; (D) Cobre 77K; (E) Prata 293K; (F) Prata 77K.



Fonte: o autor.

Em temperaturas criogênicas, o cobre apresenta um aumento na microdeformação somente para os planos referentes aos picos (200), enquanto que a prata apresenta um aumento da microdeformação referente aos três picos analisados (111), (200) e (220). Isto mostra que a prata, metal de baixa EDE e que apresentou os maiores valores de melhoria de propriedades mecânicas, apresenta também maior influência da microdeformação.

Considerando-se que as contribuições de tamanho de cristalito e microdeformação no alargamento dos picos de difração são separadas matematicamente ¹¹², então é possível supor que a maior ocorrência de maclação mecânica em metais CFC de baixa EDE possa contribuir para o aumento de microdeformações na rede cristalina, principalmente em temperaturas criogênicas, quando a maclação é mais favorecida.

Nota-se também que em temperaturas criogênicas, o aumento da microdeformação para o alumínio ocorre nos picos referentes aos planos (220), plano menos compacto. Em contrapartida, o cobre tem maior efeito da microdeformação nos picos referentes aos planos (200), e a prata, em todos os picos analisados, inclusive nos picos referentes aos planos (111), os mais compactos. A confirmação desta tendência, com uma maior quantidade de amostras de metais CFC de diferentes EDE's pode permitir, futuramente, que seja possível fazer uma correlação entre resultados de microdeformação obtidos por difração de raios X, com mecanismos de deformação atuantes em temperaturas criogênicas, sendo uma ferramenta importante em termos de projeto.

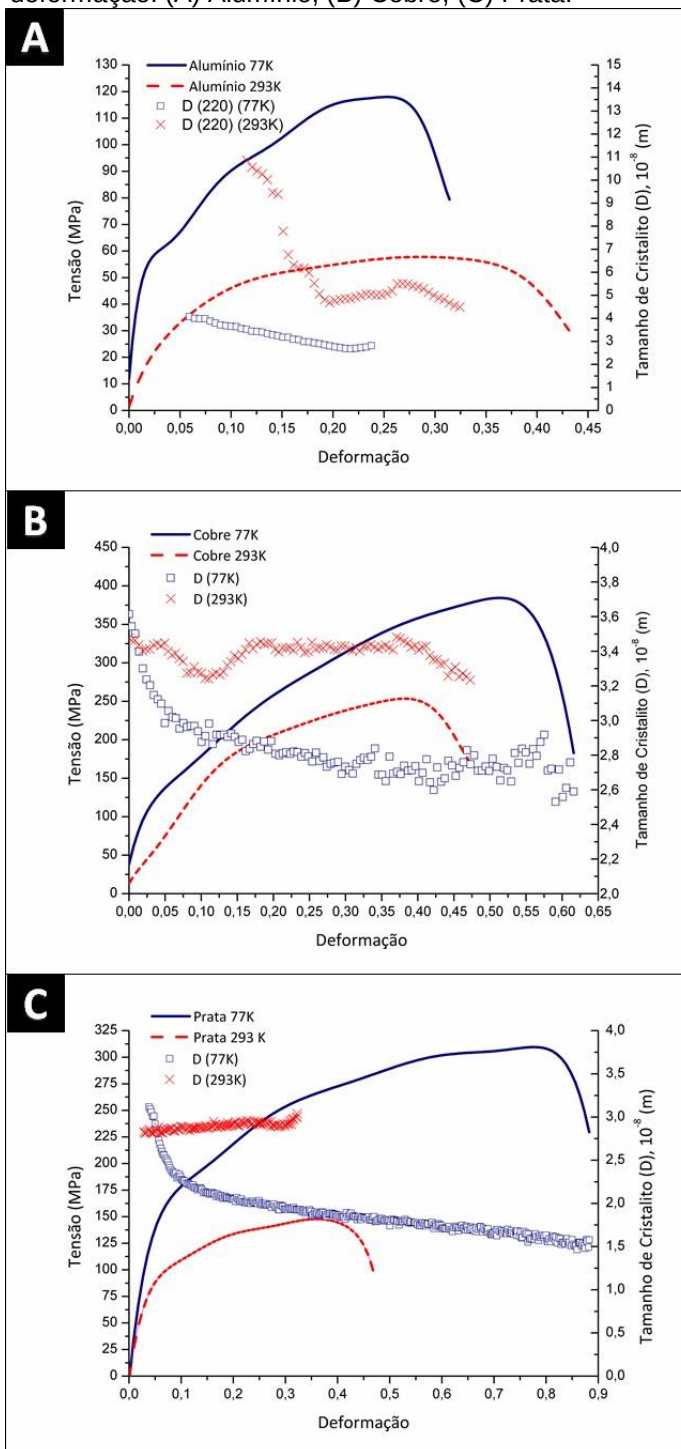
5.4.3. Tamanho de Cristalito

A Figura 30 mostra o efeito da diminuição do tamanho de cristalito, em função da deformação, para os três metais estudados.

Como é possível observar, os três materiais alcançaram menores valores de tamanhos de cristalitos em temperatura criogênicas, logo nos estágios iniciais da deformação. Devido à dispersão de dados gerada no início e final do teste, estes valores não foram dispostos graficamente.

É importante ressaltar que neste contexto, os cristalitos são associados aos domínios de difração, podendo ser relacionados a subgrãos. Logo, a diminuição do tamanho de cristalito está associada a um refino microestrutural. Contudo, não pode ser relacionada a tamanho de grão.

Figura 30. Tamanho de cristalito e tensão, em função da deformação. (A) Alumínio; (B) Cobre; (C) Prata.



Fonte: o autor.

O alumínio, em temperatura ambiente, apresenta queda abrupta do tamanho de cristalito, até atingir um ponto de saturação, próximo de 0,20 de deformação. Neste ponto, o alumínio apresenta um *plateau*, semelhante a um regime de tensão no estado estacionário (possivelmente associado à recuperação dinâmica), ou *steady state*

stress ⁶. Neste estágio, não ocorrem migrações de contornos de alto ângulo, ocorrendo somente mudança na forma dos grãos, para acomodação de tensões ⁶. Este fato pode explicar o comportamento da mudança de inclinação da curva de microdeformação para o alumínio. Quando há o início da estricção, a microdeformação volta a aumentar, e o tamanho de cristalito volta a diminuir.

A forma da curva na região plástica também pode estar associada à menor quantidade de grãos observada no alumínio, onde a rotação destes grãos, para acomodação da tensão imposta, causa um aumento do tamanho de cristalito observável na superfície da amostra. Isto ocorre porque o feixe incidente é perpendicular à superfície da amostra, e o alongamento dos grãos, na direção longitudinal ao corpo de prova, podendo induzir a um aumento do tamanho de cristalito observável na superfície. Desta forma, a diminuição do tamanho de cristalino que ocorre na seção transversal da amostra, não é detectado. A variação do tamanho de cristalito médio e da microdeformação na região plástica pode ter influência deste efeito.

Em termos de temperatura homóloga, a recristalização pode ocorrer em temperaturas de $0,3T_f$ ³. Considerando-se o aumento de temperatura durante a deformação, e que a temperatura ambiente é cerca de $0,31T_f$ para o alumínio, pode-se esperar que ocorra recristalização dinâmica na deformação do alumínio em temperatura ambiente, fato evidenciado pelo perfil da curva tensão-deformação, característico deste fenômeno.

Nas amostras de cobre e prata deformadas em temperatura ambiente, a queda no tamanho de cristalito ocorre em pequenos graus de deformação, atingindo um ponto onde se torna constante, ou seja, alcança-se um tamanho de cristalito mínimo. Nas amostras deformadas criogenicamente, o tamanho de cristalito médio continua diminuindo até maiores graus de deformação. Este fato mostra o efeito do maior refino microestrutural alcançado em temperaturas criogênicas, reduzindo-se pela metade o tamanho de cristalito da prata com o processamento criogênico.

6. CONCLUSÕES

- 1) Com o cobre e a prata deformados criogenicamente obteve-se um aumento de resistência e ductilidade simultaneamente, sendo este aumento mais significativo para a prata, fato associado à mais baixa energia de defeito de empilhamento deste metal. O alumínio apresentou um aumento significativo de resistência mecânica, com leve perda de ductilidade.
- 2) A extensão da deformação homogênea foi maior para a prata deformada criogenicamente (aumento de 123,9%), demonstrando o potencial da deformação criogênica e a importância da EDE para o desenvolvimento de processos de conformação.
- 3) A deformação criogênica resultou em menores tamanhos de cristalitos em relação à deformação em temperatura ambiente. Tanto a redução dos tamanhos de cristalitos como a presença de microdeformação da rede foram mais intensamente observados para a prata, de menor energia de defeito de empilhamento.
- 4) Os resultados de microdeformação para os picos estudados sugerem uma dependência da microdeformação com a orientação cristalográfica, uma vez que para o cobre, somente os planos (200) tiveram aumento significativo da microdeformação. Para a prata foi observado um aumento da microdeformação em todos os picos estudados – (220), (200) e (111).
- 5) A presença de microcavidades que evoluem para *dimples* na superfície de fratura mostrou-se dependente da temperatura de deformação e da EDE. A deformação em temperatura criogênica, de metais de mais baixa EDE, resultou em maiores quantidades de *dimples*.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1) Complementação do estudo em diversas taxas de deformação, ampliando-se o entendimento dos mecanismos de deformação atuantes em diversas condições de processamento, como por exemplo na exploração dos mapas de Weertman-Ashby.
- 2) Estudos de recristalização adicionais, para os corpos de prova de alumínio, gerando melhores efeitos comparativos para este material em relação aos metais de média e baixa EDE. Outra alternativa é o estudo com outro metal CFC de alta EDE.
- 3) Estudos com amostras de alumínio mais homogêneas e de menor tamanho de grão.
- 4) Utilização de outros tipos de ajuste de funções (Lorentziana e Voigt), e de outros métodos de análise, como os métodos de Williamson-Hall, Warren-Averbach e *Single-line*. Com outros métodos, é possível calcular a densidade de defeitos a partir dos perfis de difração (discordâncias e de maclas).
- 5) Exploração de diversos softwares de análise de perfis de difração, para aperfeiçoamento dos cálculos matemáticos.
- 6) Estudo da utilização da deformação criogênica em ligas CFC comerciais de baixa EDE, como o latão e os aços inoxidáveis austeníticos.
- 7) Estudos de textura, como por exemplo por EBSD, para confirmação da dependência da microdeformação com a orientação cristalográfica.

REFERÊNCIAS

- 1 ASM. **ASM Handbook v. 2 – Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. ASM, 2004.
- 2 ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 2008.
- 3 CALLISTER JR, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 7ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- 4 INTERNATIONAL CENTER FOR DIFFRACTION DATA. **Banco de dados do software XRD 6000®**. Fichas 851327(Al), 851326 (Cu), 851326 (Ag).
- 5 CAMPOS, M. F.; FARIAS, M. C. M.; PADILHA, A. F. Uma compilação crítica de valores de energia de defeito de empilhamento para diversos metais. **Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP 9901**, São Paulo, p. 1-20, 1999.
- 6 PADILHA, A. F.; SICILIANO JÚNIOR, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3ed. rev. e ampl. São Paulo: ABM, 2005.
- 7 PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E.; SHERIF, M. Y. **Phase transformations in metals and alloys**. 3 ed. New York, CRC Press, 2009.
- 8 HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2 ed. Oxford: Elsevier, 2004.
- 9 WALSH, R. P. Tension and compression testing at low temperatures. In: **ASM Handbook v. 8: Mechanical testing and evaluation**. ASM, 2004. p. 384-402.
- 10 TIMMERHAUS, K. D.; REED, R. P. (editores). **Cryogenic engineering: fifty years of progress**. New York: Springer, 2007.
- 11 ASTM. **Behavior of materials at cryogenics temperatures – ASTM STP 387**. Baltimore: ASTM, 1966.
- 12 COSTA E SILVA, A. L. V. da; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. 3 ed. São Paulo: Blucher, 2010.
- 13 KULA, E. B.; DESISTO, T. S. Plastic Behavior at cryogenic temperatures. **Behavior of materials at cryogenic temperatures – ASTM STP 387**, ASTM, 1966.
- 14 MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Princípios de Metalurgia Mecânica**. São Paulo: Edgard Blücher, 1982.

- 15 MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical Behavior of Materials**. New York: Cambridge University Press, 2009.
- 16 KUHLMANN-WILSDORF, D. Questions you always wanted (or should have wanted) to ask about workhardening. **Materials Research Innovations**, v. 1, n. 4, p. 265-297, 1998.
- 17 KUHLMANN-WILSDORF, D.; WILSDORF, H. G. F.; WERT, J. A. LEDS theory of workhardening stages and “planar” versus “distributed” glide. **Scripta metallurgica et materialia**, v. 31, n. 6, p. 729-734, 1994.
- 18 SCHON, C. G. **Mecânica dos Materiais** (apostila). São Paulo: USP, 2010.
- 19 GONG, Y. L. et al. The influence of strain rate, deformation temperature and stacking fault energy on the mechanical properties of Cu alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 583, p. 199-204, 2013.
- 20 MEYERS, M. A.; VÖHRINGER, O.; CHEN, Y. J. A constitutive description of the slip-twinning transition in metals. In: ANKEM, S.; PANDE, C. S. **Advances in twinning**. Warrendale: Minerals, Metals & Materials Society, 1999. p. 43-65.
- 21 MEYERS, M. A.; VÖHRINGER, O.; LUBARDA, V. A. The onset of twinning in metals: a constitutive description. **Acta Materialia**, v. 49, n. 19, p. 4025-4039, 2001.
- 22 ZHANG, Y.; TAO, N. R.; LU, K. Effect of stacking-fault energy on deformation twin thickness in Cu–Al alloys. **Scripta Materialia**, v. 60, n. 4, p. 211-213, 2009.
- 23 TAO, N. R.; LU, K. Nanoscale structural refinement via deformation twinning in face-centered cubic metals. **Scripta Materialia**, v. 60, n. 12, p. 1039-1043, 2009.
- 24 ZHAO, W. S. et al. High density nano-scale twins in Cu induced by dynamic plastic deformation. **Scripta materialia**, v. 53, n. 6, p. 745-749, 2005.
- 25 LU, Lei et al. Ultrahigh strength and high electrical conductivity in copper. **Science**, v. 304, n. 5669, p. 422-426, 2004.
- 26 HUANG, Y.; PRANGNELL, P. B. The effect of cryogenic temperature and change in deformation mode on the limiting grain size in a severely deformed dilute aluminium alloy. **Acta Materialia**, v. 56, p. 1619-1632, 2008.
- 27 KONKOVA, T. et al. Microstructural response of pure copper to cryogenic rolling. **Acta materialia**, v. 58, p. 5262-5273, 2010
- 28 MISHRA, A. et al. Microstructural evolution in Copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and Analysis. **Acta Materialia**, v. 55, p. 13-28, 2007.

- 29 MAGALHÃES, D. C. C.; HUPALO, M. F.; CINTHO, O. M. Natural aging behavior of AA7050 Al alloy after cryogenic rolling. **Materials Science and Engineering: A**, v. 593, p. 1-7, 2014.
- 30 MAGALHÃES, D. C. C. et al. Plastic deformation of FCC alloys at cryogenic temperature: the effect of stacking-fault energy on microstructure and tensile behavior. **Journal of Materials Science**, v. 52, n. 12, p. 7466-7478, 2017.
- 31 CAMILO, D. C. **Estudo da laminação criogênica e do envelhecimento natural na liga AA7050: microestrutura e propriedades**. 2013, 124 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais – Área de Processamento de Materiais) – UEPG, Ponta Grossa, 2013.
- 32 MAEDA, M. **Estudo da deformação criogênica de alumínio, cobre e prata**. 2017, 82 f. Dissertação Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais – Área de Processamento de Materiais) – UEPG, Ponta Grossa, 2013.
- 33 GUO, D. et al. Simultaneously enhancing the ductility and strength of cryorolled Zr via tailoring dislocation configurations. **Materials Science and Engineering: A**, v. 558, p. 611-615, 2012.
- 34 GOEL, S. et al. Mechanical behaviour and microstructural characterizations of ultrafine grained Zircaloy-2 processed by cryorolling. **Materials Science and Engineering: A**, v. 603, p. 23-29, 2014.
- 35 SHANMUGASUNDARAM, T.; MURTY, B. S.; SARMA, V. Subramanya. Development of ultrafine grained high strength Al–Cu alloy by cryorolling. **Scripta materialia**, v. 54, n. 12, p. 2013-2017, 2006.
- 36 BAHMANPOUR, H. et al. Effect of stacking fault energy on deformation behavior of cryo-rolled copper and copper alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 529, p. 230-236, 2011.
- 37 WEI, W. et al. Microstructure and tensile properties of Cu Al alloys processed by ECAP and rolling at cryogenic temperature. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 678, p. 506-510, 2016.
- 38 CHEN, X. P. et al. The effect of initial aging treatment on the microstructure and mechanical properties of cryorolled 6016 Al alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 667, p. 311-316, 2016.
- 39 DAS, P; SINGH, I. V.; JAYAGANTHAN, R. An experimental evaluation of material properties and fracture simulation of cryorolled 7075 Al alloy. **Journal of materials engineering and performance**, v. 21, n. 7, p. 1167-1181, 2012.
- 40 DAS, P. et al. Fatigue behaviour and crack growth rate of cryorolled Al 7075 alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 24, p. 7124-7132, 2011.

- 41 GANG, Ui Gu; LEE, Sang Hun; NAM, Won Jong. The evolution of microstructure and mechanical properties of a 5052 aluminium alloy by the application of cryogenic rolling and warm rolling. **Materials transactions**, v. 50, n. 1, p. 82-86, 2009.
- 42 JAYAGANTHAN, R. et al. Microstructure and texture evolution in cryorolled Al 7075 alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 496, n. 1, p. 183-188, 2010.
- 43 KUMAR, Nikhil et al. Effect of cryorolling and annealing on recovery, recrystallisation, grain growth and their influence on mechanical and corrosion behaviour of 6082 Al alloy. **Materials Chemistry and Physics**, v. 165, p. 177-187, 2015.
- 44 RANGARAJU, Nikhil et al. Effect of cryo-rolling and annealing on microstructure and properties of commercially pure aluminium. **Materials Science and Engineering: A**, v. 398, n. 1, p. 246-251, 2005.
- 45 RAO, P. N; VISWANADH, B.; JAYAGANTHAN, R. Effect of cryorolling and warm rolling on precipitation evolution in Al 6061 alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 606, p. 1-10, 2014.
- 46 YADOLLAHPOUR, M.; HOSSEINI-TOUDESHPY, H.; KARIMZADEH, F. Effect of cryorolling and aging on fatigue behavior of ultrafine-grained Al6061. **JOM**, v. 68, n. 5, p. 1446-1455, 2016.
- 47 KRISHNA, N. Naga et al. Mechanical anisotropy and microstructural changes during cryorolling of Al–Mg–Si alloy. **Materials Characterization**, v. 107, p. 302-308, 2015.
- 48 SINGH, Dharmendra; RAO, P. Nageswara; JAYAGANTHAN, R. Effect of deformation temperature on mechanical properties of ultrafine grained Al–Mg alloys processed by rolling. **Materials & Design**, v. 50, p. 646-655, 2013.
- 49 RAO, P N.; SINGH, D.; JAYAGANTHAN, R. Effect of post cryorolling treatments on microstructural and mechanical behaviour of ultrafine grained Al–Mg–Si alloy. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 30, n. 10, p. 998-1005, 2014.
- 50 YU, Hai-liang et al. Mechanical properties of Al–Mg–Si alloy sheets produced using asymmetric cryorolling and ageing treatment. **Materials Science and Engineering: A**, v. 568, p. 212-218, 2013.
- 51 IMMANUEL, R. J.; PANIGRAHI, S. K. Influence of cryorolling on microstructure and mechanical properties of a cast hypoeutectic Al–Si alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 640, p. 424-435, 2015.
- 52 KRISHNA, K. G. et al. Localized corrosion of an ultrafine grained Al–4Zn–2Mg alloy produced by cryorolling. **Corrosion Science**, v. 60, p. 82-89, 2012.

- 53 KRISHNA, K. G. et al. Microstructural evolution and aging behavior of cryorolled Al–4Zn–2Mg alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 535, p. 129-135, 2012.
- 54 DAS, Jayanta. Evolution of nanostructure in α -brass upon cryorolling. **Materials Science and Engineering: A**, v. 530, p. 675-679, 2011.
- 55 DASHARATH, S. M.; KOCH, Carl C.; MULA, Suhrit. Effect of stacking fault energy on mechanical properties and strengthening mechanisms of brasses processed by cryorolling. **Materials Characterization**, v. 110, p. 14-24, 2015
- 56 KUMAR, N. K.; ROY, B.; DAS, J. Effect of twin spacing, dislocation density and crystallite size on the strength of nanostructured α -brass. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 618, p. 139-145, 2015.
- 57 WANG, Yinmin; JIAO, Tong; MA, En. Dynamic processes for nanostructure development in Cu after severe cryogenic rolling deformation. **Materials transactions**, v. 44, n. 10, p. 1926-1934, 2003.
- 58 WEI, Wei et al. Microstructure and tensile properties of Cu Al alloys processed by ECAP and rolling at cryogenic temperature. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 678, p. 506-510, 2016.
- 59 SARMA, V. Subramanya et al. Microstructure and mechanical properties of ultra-fine grained Cu–Zn and Cu–Al alloys produced by cryorolling and annealing. **Materials Science and Engineering: A**, v. 489, n. 1, p. 253-258, 2008.
- 60 JINLONG, Lv; HONGYUN, Luo. The effects of cold rolling temperature on corrosion resistance of pure iron. **Applied Surface Science**, v. 317, p. 125-130, 2014.
- 61 LEE, T. R.; CHANG, C. P.; KAO, P. W. The tensile behavior and deformation microstructure of cryo-rolled and annealed pure nickel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 408, n. 1, p. 131-135, 2005.
- 62 ROY, B.; KUMAR, R.; DAS, J. Effect of cryorolling on the microstructure and tensile properties of bulk nano-austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 631, p. 241-247, 2015.
- 63 TRIVEDI, Pramanshu et al. Biocompatibility of ultrafine grained zircaloy-2 produced by cryorolling for medical applications. **Materials Science and Engineering: C**, v. 46, p. 309-315, 2015.
- 64 ZHEREBTSOV, S. V. et al. Formation of nanostructures in commercial-purity titanium via cryorolling. **Acta Materialia**, v. 61, n. 4, p. 1167-1178, 2013.

- 65 CHUN, Y. B. et al. Combined effects of grain size and recrystallization on the tensile properties of cryorolled pure vanadium. **Materials Science and Engineering: A**, v. 508, n. 1, p. 253-258, 2009.
- 66 KONKOVA, T. et al. Microstructure response of cryogenically-rolled Cu–30Zn brass to electric-current pulsing. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 659, p. 184-192, 2016.
- 67 KONKOVA, T. et al. On the room-temperature annealing of cryogenically rolled copper. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 24, p. 7432-7443, 2011.
- 68 PANIGRAHI, Sushanta Kumar; JAYAGANTHAN, R. A study on the combined treatment of cryorolling, short-annealing, and aging for the development of ultrafine-grained Al 6063 alloy with enhanced strength and ductility. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 41, n. 10, p. 2675-2690, 2010.
- 69 PANIGRAHI, Sushanta Kumar; JAYAGANTHAN, R. Development of ultrafine grained high strength age hardenable Al 7075 alloy by cryorolling. **Materials & Design**, v. 32, n. 6, p. 3150-3160, 2011.
- 70 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, 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, n. 40, p. 9609-9616, 2011.
- 71 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, R. Effect of annealing on precipitation, microstructural stability, and mechanical properties of cryorolled Al 6063 alloy. **Journal of materials science**, v. 45, n. 20, p. 5624-5636, 2010.
- 72 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, R.; CHAWLA, V. Effect of cryorolling on microstructure of Al–Mg–Si alloy. **Materials Letters**, v. 62, n. 17, p. 2626-2629, 2008.
- 73 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, R. Effect of rolling temperature on microstructure and mechanical properties of 6063 Al alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 492, n. 1, p. 300-305, 2008.
- 74 SARMA, V. S. et al. Role of stacking fault energy in strengthening due to cryo-deformation of FCC metals. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 29, p. 7624-7630, 2010.
- 75 PANIGRAHI, S. K.; JAYAGANTHAN, R. Influence of solutes and second phase particles on work hardening behavior of Al 6063 alloy processed by cryorolling. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 7, p. 3147-3160, 2011.
- 76 MAGALHÃES, D. C. C. **Microestrutura e propriedades mecânicas da liga AA6061 processada por deformação plástica severa em temperatura**

- criogênica**. 2017, 145f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). UFSCAR, São Carlos, 2017.
- 77 MORENO-VALLE, E. C. et al. Effect of the grain refinement via severe plastic deformation on strength properties and deformation behavior of an Al6061 alloy at room and cryogenic temperatures. **Materials Letters**, v. 65, n. 19, p. 2917-2919, 2011.
 - 78 MENDES FILHO, A. de A. **Deformação plástica severa em temperaturas ambiente e criogênica, de Ti comercialmente puro**. 2015, 160 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). UFSCAR, São Carlos, 2015.
 - 79 VALIEV, R. Z. et al. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. **JOM**, v. 58, n. 4, p. 33, 2006.
 - 80 RAO, P. Nageswara; SINGH, Dharmendra; JAYAGANTHAN, R. Mechanical properties and microstructural evolution of Al 6061 alloy processed by multidirectional forging at liquid nitrogen temperature. **Materials & Design**, v. 56, p. 97-104, 2014.
 - 81 YU, Hailiang et al. Microstructure evolution of accumulative roll bonding processed pure aluminum during cryorolling. **J. Mater. Res**, v. 31, n. 6, 2016.
 - 82 ZAHID, G. H.; HUANG, Y.; PRANGNELL, P. B. Microstructure and texture evolution during annealing a cryogenic-SPD processed Al-alloy with a nanoscale lamellar HAGB grain structure. **Acta Materialia**, v. 57, n. 12, p. 3509-3521, 2009.
 - 83 HUANG, Y. Characteristics of steady state deformation of an Al–0.1 Mg alloy at low temperatures. **Journal of Materials Science**, v. 48, n. 13, p. 4484-4491, 2013.
 - 84 EDALATI, K. et al. 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**, v. 613, p. 103-110, 2014.
 - 85 YIN, J. et al. Nanostructural formation of fine grained aluminum alloy by severe plastic deformation at cryogenic temperature. **Journal of materials science**, v. 39, n. 8, p. 2851-2854, 2004.
 - 86 HUANG, F.; TAO, N. R.; LU, K. Effects of Impurity on Microstructure and Hardness in Pure Al Subjected to Dynamic Plastic Deformation at Cryogenic Temperature. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 27, n. 7, p. 628-632, 2011.
 - 87 CAI, S. S.; SUN, L. X.; TAO, N. R. Weakening rolling texture in a nanotwinned copper. **Materials Science and Engineering: A**, v. 670, p. 90-96, 2016.

- 88 LI, Y. S.; TAO, N. R.; LU, K. Microstructural evolution and nanostructure formation in copper during dynamic plastic deformation at cryogenic temperatures. **Acta Materialia**, v. 56, n. 2, p. 230-241, 2008.
- 89 XIAO, G. H.; TAO, N. R.; LU, K. Microstructures and mechanical properties of a Cu–Zn alloy subjected to cryogenic dynamic plastic deformation. **Materials Science and Engineering: A**, v. 513, p. 13-21, 2009.
- 90 YAN, F. et al. Quantifying the microstructures of pure Cu subjected to dynamic plastic deformation at cryogenic temperature. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 27, n. 8, p. 673-679, 2011.
- 91 IVANISENKO, Yu et al. Variation of the deformation mechanisms in a nanocrystalline Pd–10at.% Au alloy at room and cryogenic temperatures. **International Journal of Plasticity**, v. 60, p. 40-57, 2014.
- 92 AHN, S. H. et al. Microstructural refinement and deformation mode of Ti under cryogenic channel die compression. **Materials Science and Engineering: A**, v. 528, n. 1, p. 165-171, 2010.
- 93 HONG, D. H. et al. Stress-induced hexagonal close-packed to face-centered cubic phase transformation in commercial-purity titanium under cryogenic plane-strain compression. **Scripta Materialia**, v. 69, n. 5, p. 405-408, 2013.
- 94 KAUFFMANN, A. et al. Efficiency of the refinement by deformation twinning in wire drawn single phase copper alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 624, p. 71-78, 2015.
- 95 KAUFFMANN, A. et al. Severe deformation twinning in pure copper by cryogenic wire drawing. **Acta Materialia**, v. 59, n. 20, p. 7816-7823, 2011.
- 96 BRANDAO, L. et al. Development of high strength pure copper wires by cryogenic deformation for magnet applications. **IEEE transactions on applied superconductivity**, v. 10, n. 1, p. 1284-1287, 2000.
- 97 FURNISH, T. A. et al. Temperature-dependent strain localization and texture evolution of highly nanotwinned Cu. **Applied Physics Letters**, v. 103, n. 1, p. 011904, 2013.
- 98 DARLING, K. A. et al. Enhancing grain refinement in polycrystalline materials using surface mechanical attrition treatment at cryogenic temperatures. **Scripta Materialia**, v. 69, n. 6, p. 461-464, 2013.
- 99 LIAO, X. Z. et al. Nanostructures and deformation mechanisms in a cryogenically ball-milled Al-Mg alloy. **Philosophical magazine**, v. 83, n. 26, p. 3065-3075, 2003.

- 100 LAVERNIA, E. J.; HAN, B. Q.; SCHOENUNG, J. M. Cryomilled nanostructured materials: Processing and properties. **Materials Science and Engineering: A**, v. 493, n. 1, p. 207-214, 2008.
- 101 CHOI, Jae Hoon et al. Consolidation behavior of nanocrystalline Al–5at.% Ti alloys synthesized by cryogenic milling. **Journal of alloys and compounds**, v. 315, n. 1, p. 178-186, 2001.
- 102 SANTOS, R. G. dos. **Transformações de fases em materiais metálicos**. Campinas: Editora da Unicamp, 2006.
- 103 PARVIN, H.; KAZEMINEZHAD, M. Dependency modeling of steady state grain size on the stacking fault energy through severe plastic deformation. **Materials Letters**, v. 159, p.410-412, 2015.
- 104 THOMASON, P. F. **Ductile Fracture of Metals**. Exeter: Pergamon Press, 1990.
- 105 WEERTMAN, J. Zener-Stroh crack, Zener-Hollomon parameter, and other topics. **Journal of applied physics**, v. 60, p. 1877-1887, 1986.
- 106 CULLITY, B. D. et al. **Elements of X-ray Diffraction**. 2 ed. Addison-Wesley Reading, 1978.
- 107 WARREN, B. E. **X-Ray diffraction**. New York: Dover Publications, 1990.
- 108 RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. Transformações de fase. São Paulo: Artliber, 2007.
- 109 STÜWE, H. P.; PADILHA, A. F.; SICILIANO JR., F. Competition between recovery and recrystallization. **Materials Science and Engineering: A**, v. 333, p. 361-367, 2002.
- 110 BORGES, J. F. A. **Determinação da energia de defeito de empilhamento em metais e ligas com estrutura cúbica de face centrada por difração de raios x**. 1985, 92 f. Dissertação (Mestrado em Ciências – Área de Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), São Paulo, 1985.
- 111 MARTINEZ, Luis Gallego. **Desenvolvimento e implantação de uma técnica de análise de perfis de difração de raios X, para a determinação da energia de falha de empilhamento de metais e ligas de estrutura CFC**. 1989, 86 f. Dissertação (Mestrado em Ciências – Área de Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), São Paulo, 1989.
- 112 ICHIKAWA, R. U. **Aplicações do método de Warren-Averbach de análise de perfis de difração**. 2013, 94 f. Dissertação (Mestrado em Ciências – Área

de Tecnologia Nuclear e Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), São Paulo, 2013.

- 113 PADILHA, A. F.; AMBROZIO FILHO, F. **Técnicas de análise microestrutural**. São Paulo: Hemus, 1985.
- 114 ÚNGAR, T. S. Strain broadening caused by dislocations. **Materials Science Forum**, v. 278, p. 151-157, 1998.
- 115 UNGÁR, T. S. et al. 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 materialia**, v. 46, n. 10, p. 3693-3699, 1998.
- 116 UNGÁR, T. Dislocation densities, arrangements and character from X-ray diffraction experiments. **Materials Science and Engineering: A**, v. 309, p. 14-22, 2001.
- 117 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, n. 5, p. 992-1002, 1999.
- 118 REED, R. P.; SCHRAMM, R. E. Relationship between stacking-fault energy and x-ray measurements of stacking-fault probability and microstrain. **Journal of Applied Physics**, v. 45, n. 11, p. 4705-4711, 1974.
- 119 OOI, L. **Principles of X-ray Crystallography**. Oxford University Press, 2010.
- 120 CLEGG, W. (editor). **Crystal structure analysis: principles and practice**. Oxford University Press, 2009.
- 121 CNPEM. **UVX**. Disponível em: <http://lnls.cnpem.br/uvx/maquina/>. Acesso em 28 mar 2017.
- 122 ASM. **ASM Handbook v. 4 – Heat Treating**. ASM, 2004.
- 123 FARIA, G. et al. Advanced Facility for Parallel Thermo-Mechanical Simulation and Synchrotron X-Ray Diffraction. In: **In-situ Studies with Photons, Neutrons and Electrons Scattering II**. Springer International Publishing, 2014. p. 245-259.
- 124 Faria G. **Explorando o comportamento de materiais metálicos através de estudos cristalográficos *in situ* via radiação síncrotron** [Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica. Área de concentração de Materiais e Processos de Fabricação]. Campinas: Unicamp; 2014.
- 125 GAUSS, C. et al. *In situ* synchrotron X-ray evaluation of strain-induced martensite in AISI 201 austenitic stainless steel during tensile testing. **Materials Science and Engineering: A**, v.651, p. 507-516, 2016.

- 126 STOKES, A. R.; WILSON, A. J. C. The diffraction of X rays by distorted crystal aggregates – I. **Proceedings of the Physical Society**, v. 56, n.3, p. 174-181, 1944.
- 127 MICHLER, T. et al. Microstructural properties controlling hydrogen environment embrittlement of cold worked 316 type austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 628, p. 252-261, 2015.
- 128 ASM. **ASM Handbook v. 9 – Metallography and Microstructures** ASM, 2004.
- 129 COUTINHO, T. de A. **Metalografia de não-ferrosos: análise e prática**. São Paulo: Edgard Blücher, 1980.
- 130 GAO, L; HARADA, Y.; KUMAI, S. Analysis of microstructure evolution and precise solid fraction evaluation of A356 aluminum alloy during partial re-melting by a color etching method. **Journal of Materials Science**. v. 47, n. 18, p. 6553-6564, 2012.
- 131 ASTM. **ASTM E-407-07 Standard Practice for Microetching Metals and Alloys**. ASTM International: 2016.
- 132 ABBASCHIAN, R.; ABBASCHIAN, L.; REED-HILL, R. E. **Physical Metallurgy Principles**. 4 ed. Stamford: Cengage Learning, 2009.
- 133 RÉMY, L.; PINEAU, A.; THOMAS, B. Temperature dependence of stacking fault energy in close-packed metals and alloys. **Materials Science and Engineering**, v. 36, p. 47-63, 1978.

OBRAS CONSULTADAS

ASTM, E8. 8M: Standard test method for tension testing of metallic materials (Metric). In: **Annual Book of ASTM Standards**, Philadelphia, 1991.

OLIVEIRA, A. M. et al. (org.) **Manual de normalização bibliográfica para trabalhos científicos**. 3 ed. ver. atual. Ponta Grossa: UEPG, 2014.

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: microestrutura e propriedades**. São Paulo: HEMUS, 1997.

REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, R. **Physical Metallurgy Principles**. 3 ed. Boston: PWS, 1994.

TOTTEN, George E.; MACKENZIE, D. Scott (Ed.). **Handbook of aluminum: Vol. 1: physical metallurgy and processes**. CRC Press, 2003.

ANEXO I: SISTEMA INICIAL DE FIXAÇÃO DAS AMOSTRAS NA GLEEBLE

