

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

MILENE YUMI MAEDA

ESTUDO DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE ALUMÍNIO, COBRE E
PRATA

PONTA GROSSA
2017

MILENE YUMI MAEDA

ESTUDO DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE ALUMÍNIO, COBRE E
PRATA

Dissertação apresentada para obtenção do grau de Mestre no Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Área de Concentração: Caracterização de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho

PONTA GROSSA

2017

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

Maeda, Milene Yumi
M184 Estudo da deformação criogênica de
 alumínio, cobre e prata/ Milene Yumi
 Maeda. Ponta Grossa, 2017.
 82f.

 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.

 1.Deformação criogênica. 2.Laminação
 criogênica. 3.Energia de falha de
 empilhamento. 4.Recuperação. I.Cintho,
 Osvaldo Mitsuyuki. II. Universidade
 Estadual de Ponta Grossa. Mestrado em
 Engenharia e Ciência de Materiais. III. T.

CDD: 673

MILENE YUMI MAEDA

ESTUDO DA DEFORMAÇÃO CRIOGÊNICA DE ALUMÍNIO, COBRE E
PRATA

Dissertação apresentada para obtenção do grau de mestre no programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Área de concentração: caracterização de materiais.

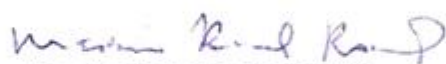
Ponta Grossa, 24 de fevereiro de 2017.



Prof. Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho – Orientador
Doutor em Engenharia Metalúrgica
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr. Márcio Ferreira Hupalo
Doutor em Engenharia de Materiais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Marcio Roberto da Rocha
Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais
Universidade Federal de Santa Catarina

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer neste espaço, às pessoas que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.

Primeiramente à minha família, pelo apoio, incentivo, paciência e compreensão ao longo desta jornada.

Ao professor Dr. Osvaldo Mitsuyuki Cintho pela amizade, compreensão, ensinamentos, incentivo e, principalmente, pela orientação.

Aos professores do departamento de Engenharia de Materiais e aos técnicos de laboratório, em especial ao Prof. Márcio e ao Milton.

À CAPES e à UEPG, pela bolsa de mestrado concedida e pelo programa de mestrado.

Ao LNNano e ao John pelas análises de difração de raios-X.

Aos amigos pela ajuda para pegar nitrogênio, ajuda nas laminações e preparo de amostras. Pela companhia na salinha, almoços no RU, cafés no bloco M e pelos bons momentos compartilhados. Em especial ao Jamil, Edson, Namur, Kairin, Max, Moissa, Murilo, Marcel e Maicon.

Ao Pedro, Rodrigo, Pagano e Flávia por me salvarem várias vezes mandando arquivos e artigos e por sempre me motivarem.

Ao Okada e à Laila pelas segundas gastronômicas, os filmes ruins e os perdidos no mercado.

À Elida, Paola, Luana, Melissa, César e Miyukinha pelas “farmadas” e risadas.

Aos novos amigos que fiz: Tiago, Lukas, José, Gusta, Vitor, Gui e João, obrigada pela parceria.

À Lica, Flá M., Flá N., Isa, Dani e Jacque, pelos “only for girls” e amizade de sempre.

E aos meus amigos de profissão que estão ao meu lado: Didio, Mari, Marina, Veide, Thiaguinho, Wehmuth. Muito obrigada!

RESUMO

Amostras de alumínio, cobre e prata comercialmente puros foram laminadas à temperatura ambiente (TA) e criogênica (TC) até aproximadamente 99% de redução total de espessura, causando deformações (ϵ) entre 3,93 e 4,61. Embora não seja em estado de equilíbrio, os metais tendem a possuir maior densidade de defeitos quando laminados criogenicamente, sobretudo maior densidade de discordâncias, evidenciado pelos cálculos baseados nos dados obtidos através difração de raios-X para cobre e prata. Uma quantidade maior de defeitos implica em maiores dureza e limites de escoamento e resistência, mas menor alongamento. Houve indícios da influência da energia de falha de empilhamento (EFE) no processo, avaliando-se a dureza e as propriedades obtidas através dos ensaios de tração dos materiais. A dureza de todos tende a cair quando mantidos em TA após a laminação criogênica e observou-se uma maior queda de dureza para a prata, que tem baixa EFE e uma menor queda de dureza para o alumínio, que tem elevada EFE. Há indicativos de que a laminação criogênica é mais vantajosa para metais de baixa EFE após envelhecimento em TA, visto que a prata apresentou um aumento simultâneo de limite de resistência de aproximadamente 53% e um ganho de 29% de alongamento quando comparado à mesma laminada em TA. O aumento de alongamento da prata pode ser associado à recristalização estática da mesma, como pode ser evidenciado comparando-se os gráficos de tração da prata após envelhecimento com a prata recristalizada. O cobre, por sua vez, apresentou um aumento de 15% do limite de resistência e apenas 5% de alongamento, enquanto o alumínio apresentou redução tanto do limite de resistência quanto de alongamento.

Palavras-chave: Deformação Criogênica, Laminação Criogênica, Energia de Falha de Empilhamento, Recuperação

ABSTRACT

Commercially pure aluminum, copper and silver samples were rolled at room and cryogenic temperatures until approximately 99% of thickness total reduction, causing deformation (ϵ) between 3.93 and 4.61. Although not in balance state, the metals tend to have more defects density when cryo rolled, especially higher dislocation density, evidenced by calculations based on X-ray data for copper and silver. Higher defects density implies superior hardness, tensile strength limit and yield strength, but smaller elongation. There was evidence of stacking fault energy (SFE) influence in the process, evaluating hardness and properties obtained through tensile tests of the materials. The cryogenic temperature (CT) and room temperature (RT) rolled samples were evaluated by hardness tests, tensile tests, scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD), which indicate influence of stacking fault energy (SFE) on process. The hardness of all the materials tend to drop when they are kept at RT after cryo rolling and bigger larger hardness decrease was observed for silver, which one has the lowest SFE and slightest hardness decreased was noticed for aluminum, which has high SFE. There is evidence that cryo rolling is more attractive for low SFE materials after ageing at RT, as long as silver presented simultaneous increase in higher tensile strength of about 53% and 29% gain of elongation when compared to the same one rolled at RT. Elongation gain of silver can be associated to static recrystallization, as evidenced contrasting silver's tensile charts after ageing and recrystallized silver. In turn, copper presented 15% of strength limit increase and just 5% elongation, whereas aluminum had both strength limit and elongation reduced.

Key-words: Cryogenic Deformation, Cryogenic Rolling, Stacking Fault Energy, Recovery.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Representação de uma estrutura cristalina pelo empilhamento de planos (a) Arranjo de átomos em um plano compacto (b) Registro de dois planos compactos (c) Empilhamento de planos sucessivos.	14
Figura 2.2 – Decomposição de uma discordância em duas parciais de Shockley. ...	15
Figura 2.3 – Sequencias de empilhamento para: (a) cristal CFC perfeito, (b) falha intrínseca, (c) falha extrínseca, (d) falha de macla e (e) cristal maclado.....	15
Figura 2.4 – Falha de empilhamento (a) intrínseca ou simples e (b) extrínseca ou dupla.	16
Figura 2.5 – Relação entre plano de deslizamento, direção de deslizamento e eixo de tensão para um cristal cilíndrico.	22
Figura 2.6 – Formação de uma barreira ou trava de Lomer-Cottrell (a) discordâncias unitárias contidas em {111}, (b) dissociação das discordâncias em parciais, (c) formação da trava.	24
Figura 2.7 – (a) Contornos de grão bloqueando o deslizamento (b) Contornos de grão bloqueando bandas de deslizamento.....	25
Figura 2.8 – Influência da tensão de deformação e da temperatura na formação de estruturas celulares em um ferro α (ferrita).	26
Figura 2.9 - Gráfico tensão x deformação mostrando os três estágios de encruamento para um monocristal de estrutura cristalina CFC.	27
Figura 3.1 – Metalografia do alumínio em seu estado inicial.....	37
Figura 3.2 – Metalografia do cobre em seu estado inicial.	38
Figura 3.3 – Micrografia da prata em seu estado inicial.	39
Figura 3.4 – Localização do furo para inserção do termopar nas amostras.....	41
Figura 3.5 – Suportes para lixamento das lâminas de Al, Ag e Cu.	42
Figura 3.6 – Aparato experimental para realização de difração de raios-X a temperaturas criogênicas no aparelho PANanalytical X’Pert PRO.....	43
Figura 3.7 – Dimensões aproximadas dos corpos de prova de tração.....	44
Figura 3.8 – Corpos de prova de Al, Cu e Ag, respectivamente, após laminação e corte.	44
Figura 4.1 – Variação de temperatura durante laminações de Al, Cu e Ag à TA.	45
Figura 4.2 – Variação de temperatura durante laminações de Al, Cu e Ag à TC.	46

Figura 4.3 – Gráfico de temperatura máxima em função da porcentagem acumulada de deformação.	47
Figura 4.4 – Gráfico de evolução de carga de laminação em função da redução acumulada.	48
Figura 4.5 – Variação de dureza para Al, Cu e Ag laminadas a TA em função da % de deformação.	50
Figura 4.6 – Gráfico de dureza em função do tempo para Al, Cu e Ag laminados a TC, após a retirada do NL.	51
Figura 4.7 – DRX do Al laminado a TA e TC.	52
Figura 4.8 – DRX do Cu laminado a TA e TC.	52
Figura 4.9 – DRX da Ag laminada a TA e TC.	53
Figura 4.10 – Gráficos de tração de Al, Cu e Ag.	56
Figura 4.11 – Gráficos de tração para o alumínio.	57
Figura 4.12 – Gráficos de tração para o cobre.	58
Figura 4.13 – Gráfico de tração para a prata laminada e mantida à temperatura ambiente.	59
Figura 4.14 – Corpo de prova de Al após o ensaio de tração.	61
Figura 4.15 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de alumínio laminados: a) temperatura ambiente b) temperatura criogênica c) temperatura ambiente com maior aumento d) temperatura criogênica com maior aumento.	63
Figura 4.16 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de cobre laminados: a) temperatura ambiente b) temperatura criogênica c) temperatura ambiente com maior aumento d) temperatura criogênica com maior aumento.	64
Figura 4.17 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de prata laminados: a) temperatura ambiente b) temperatura criogênica c) temperatura ambiente com maior aumento d) temperatura criogênica com maior aumento.	65
Figura 4.18 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de cobre laminados: a) temperatura ambiente após 1152h de exposição a TA b) temperatura criogênica após 720h de exposição a TA c) temperatura ambiente após 1152h de exposição a TA com maior aumento d) temperatura criogênica após 720h de exposição a TA com maior aumento.	67
Figura 4.19 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de prata laminados: a) temperatura ambiente após 1152h de exposição a TA b) temperatura criogênica após 720h de exposição a TA c) temperatura ambiente após 1152h de exposição a TA com	

maior aumento d) temperatura criogênica após 720h de exposição a TA com maior
aumento.69

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – EFE de alguns metais com estrutura CFC.	17
Tabela 2.2 – Faixas de temperaturas de recristalização para Al, Cu e Ag.	35
Tabela 3.1 – Parâmetros importantes para Al, Cu e Ag.	36
Tabela 4.1 – Dureza dos materiais laminados a aproximadamente 99% de redução.	49
Tabela 4.2 – Contração volumétrica calculada baseada no parâmetro de rede para picos de DRX do Cu.	54
Tabela 4.3 - Contração volumétrica calculada baseada no parâmetro de rede para picos de DRX da Ag.	54
Tabela 4.4 – Parâmetros obtidos da DRX de amostras de Cu e Ag laminadas a TA e TC.	54
Tabela 4.5 – Número de lacunas em equilíbrio em TA e TC.	55
Tabela 4.6 – Dados de tração para Al, Cu e Ag.	60

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1 ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO	14
2.2 DETERMINAÇÃO DA EFE	18
2.2.1 Métodos diretos	18
2.2.2 Métodos indiretos	19
2.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA	20
2.3.1 Tensão resolvida crítica de cisalhamento	21
2.3.2 Escorregamento	22
2.3.3 Encruamento	26
2.3.4 Maclação	29
2.3.5 Efeito de tamanho de grão e EFE nos mecanismos de deformação	30
2.3.6 Deformação plástica severa	31
2.3.7 Recuperação dinâmica	32
2.3.8 Laminação Criogênica	32
2.4 RECOZIMENTO DE METAIS ENCRUADOS	34
3 MATERIAIS E MÉTODOS	36
3.1 MATERIAIS INICIAIS	36
3.2 MÉTODO EXPERIMENTAL	37
3.2.1 Metalografia	37
3.2.2 Recristalização	39
3.2.3 Laminação criogênica	40
3.2.4 Dureza Vickers	41
3.2.5 DRX	42
3.2.6 Ensaio de tração	44
3.2.7 Microscopia eletrônica	44

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	45
5 CONCLUSÕES	70
REFERÊNCIAS	70
APÊNDICE A – Tabela com os dados da laminação em temperatura criogênica do alumínio.....	76
APÊNDICE B – Tabela com os dados da laminação em temperatura criogênica do cobre	77
APÊNDICE C – Tabela com os dados da laminação em temperatura criogênica da prata	78
APÊNDICE D – Tabela com os dados da laminação em temperatura ambiente do alumínio	79
APÊNDICE E – Tabela com os dados da laminação em temperatura ambiente do cobre	80
APÊNDICE F – Tabela com os dados da laminação em temperatura ambiente da prata.....	81
APÊNDICE G - Dados de dureza para alumínio, cobre e prata, em função do tempo	82

1 INTRODUÇÃO

Em baixas temperaturas (“low temperatures”) ou temperaturas criogênicas (TC), há a utilização de frio muito intenso alcançado por gases no estado líquido, existem pesquisas com relativamente poucos resultados conclusivos e isto permite que sejam conduzidas investigações através de seu uso. As deformações em temperaturas próximas à do nitrogênio líquido (NL) suprimem parcialmente a recuperação dinâmica durante a deformação, permitindo que uma maior densidade de discordâncias seja inserida no material que uma deformação à temperatura ambiente (TA). O recozimento usa parte da energia armazenada no material para a formação de novos grãos com baixa densidade de defeitos. Se realizado após a deformação criogênica, os grãos podem atingir tamanhos submicrométricos ou até nanométricos. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; KONKOVA *et al.*, 2010a; RANGARAJU *et al.*, 2005; WANG, Y.; JIAO; MA, E., 2003)

A energia de falha de empilhamento (EFE) tem uma influência importante no processo de encruamento, levando à formação de arranjos celulares para materiais de alta EFE (como alumínio), assim como arranjo planar de discordâncias para materiais com menor EFE (como cobre e prata). As subestruturas de deformação afetam as mudanças microestruturais durante o subsequente recozimento de metais encruados. Deformações a baixas temperaturas combinadas com metais que possuem EFE média ou baixa resultam em maior densidade de discordâncias, promovem deformação por maclação e, como consequência, os materiais apresentam maior resistência, combinada com boa ductilidade e tendem a ter menores tamanhos de grão mesmo após recozimento. (AHLERS, 1970; CRAMPIN *et al.*, 1990; LI, W. *et al.*, 2014)

Os materiais são classificados em materiais de baixa, média e alta EFE, mas não há na literatura valores exatos referentes à esta classificação. Ouro, prata, aços inoxidáveis e chumbo são ditos materiais de baixa EFE (EFE até $\sim 45 \text{ mJ/m}^2$). Alumínio, níquel e metais com estrutura CCC (em geral) possuem alta EFE (acima de $\sim 120 \text{ mJ/m}^2$). Já o cobre, a platina e o tório, possuem média EFE, ou seja, valores intermediários de EFE (entre ~ 35 a 120 mJ/m^2). (CAHN; HAASEN, 1996a; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; VERLINDEN *et al.*, 2007)

Processos de deformação plástica severa (SPD – “Severe Plastic Deformation”) tendem a induzir a formação de amostras nanoestruturadas ou com

grão ultrafino (UFG – “ultrafine grains”), pela imposição de deformações muito grandes, a temperaturas relativamente baixas sob elevada pressão. Uma forma alternativa de obter os mesmos resultados seria a utilização da laminação, que pode ser utilizada também em escala industrial, tornando pertinente a escolha deste processo de conformação associado à utilização de NL. (RANGARAJU *et al.*, 2005)

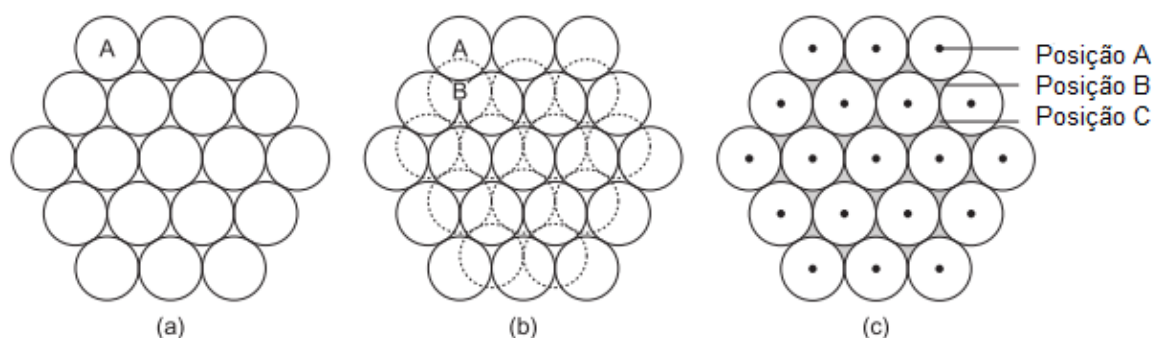
No presente trabalho, amostras de alumínio, cobre e prata foram laminadas à TA e TC até aproximadamente 99% de redução total de espessura, afim de detectar mudanças microestruturais e avaliar a influência da EFE na variação das propriedades obtidas. Estes materiais foram escolhidos devido às diferentes EFE: alumínio (alta), cobre (média) e prata (baixa).

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ENERGIA DE FALHA DE EMPILHAMENTO

Uma determinada estrutura cristalina pode ser representada pelo empilhamento de planos cristalinos em uma sequência regular, como mostra a Figura 2.1. Para os materiais de estrutura cristalina hexagonal compacta (HC), o empilhamento das camadas compactas de átomos é ABABAB ou ACACAC; já para a estrutura cúbica de face centrada (CFC), o empilhamento é ABCABCABC. (SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

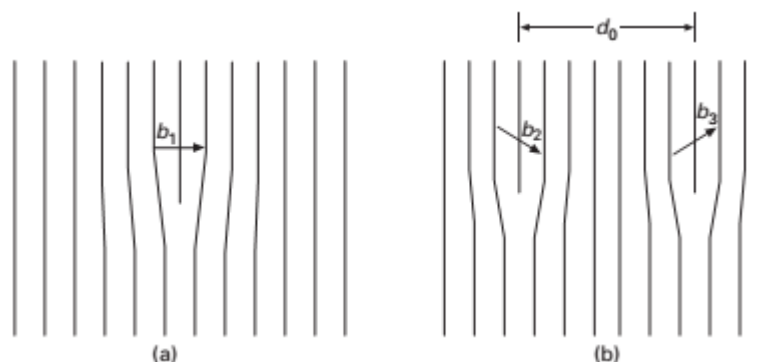
Figura 2.1 – Representação de uma estrutura cristalina pelo empilhamento de planos (a) Arranjo de átomos em um plano compacto (b) Registro de dois planos compactos (c) Empilhamento de planos sucessivos.



Fonte: Figura adaptada de (SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Se esta sequência regular for localmente alterada, têm-se os chamados defeitos ou falhas de empilhamento. Em materiais com estrutura CFC, HC e cúbica do tipo diamante, o defeito ou falha de empilhamento compreende o defeito cristalino entre duas discordâncias ditas parciais, pois não produzem translações completas na rede. A Figura 2.2 mostra a decomposição de uma discordância em duas *parciais de Shockley* com espaçamento d_0 entre elas. A força repulsiva entre duas parciais é balanceada pela atração tentando minimizar a área defeituosa, logo, quanto mais próximas as parciais, maior é a energia de falha de empilhamento (EFE). (GALLEGO, 1989; MEYERS; CHAWLA, 2009)

Figura 2.2 – Decomposição de uma discordância em duas parciais de Shockley.



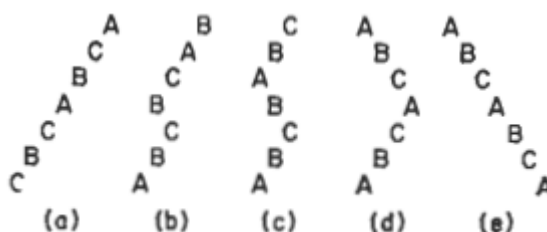
Fonte: (MEYERS; CHAWLA, 2009)

A decomposição em parciais que é demonstrada na Figura 2.2 ocorre quando a reação é vetorialmente possível e energeticamente favorável e pode ser representada pela equação a seguir:

$$b_1 \rightarrow b_2 + b_3, \text{ ou seja, } \frac{a}{2}[10\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[11\bar{2}] + \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}] \quad (1)$$

Numa rede CFC são possíveis três tipos de falha de empilhamento características, a intrínseca, a extrínseca e a de macla, como pode ser visto na Figura 2.3. Estes tipos de falhas se originam pela remoção ou inserção de um plano de átomos, que criam discordâncias *parciais do tipo Frank*. A intrínseca pode ser descrita como a mudança na sequência de empilhamento retirando uma camada de átomos. Já a extrínseca, quando a sequência é alterada pela adição de uma camada de átomos. A de macla é produzida na interface entre dois cristais perfeitos que possuem uma relação de macla (planos espelhados) entre eles. (CAHN; HAASEN, 1996a; PADILHA, 2000)

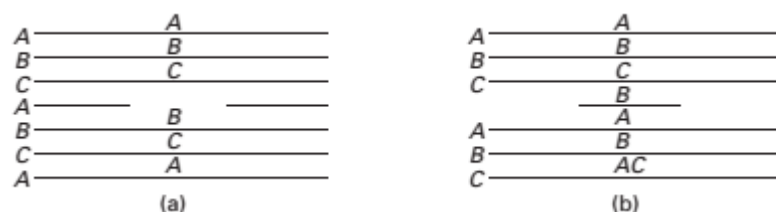
Figura 2.3 – Sequências de empilhamento para: (a) cristal CFC perfeito, (b) falha intrínseca, (c) falha extrínseca, (d) falha de macla e (e) cristal maclado.



Fonte: (CAHN; HAASEN, 1996a)

As falhas de empilhamento intrínsecas são as que recebem mais atenção e estudos e cálculos baseados em modelos idealizados sugerem que tais falhas podem produzir alargamento e deslocamento das posições dos picos de difração de raios-X (DRX). A Figura 2.4 mostra de uma maneira mais clara as falhas de empilhamento intrínseca e extrínseca. (CAHN; HAASEN, 1996a; MEYERS; CHAWLA, 2009)

Figura 2.4 – Falha de empilhamento (a) intrínseca ou simples e (b) extrínseca ou dupla.



Fonte: (MEYERS; CHAWLA, 2009).

A EFE de um metal pode ser relacionada com a taxa de encruamento, resistência à fadiga e fluência, distribuição e densidade de discordâncias, recristalização, energia armazenada na deformação, frequência de maclas de recozimento, dentre outros. (BORGES, 1986; CAHN; HAASEN, 1996a; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016; DIETER, 1982)

A Tabela 2.1 apresenta os valores de EFE para alguns metais de estrutura CFC.

Tabela 2.1 – EFE de alguns metais com estrutura CFC.

Metal	EFE (mJ/m²)	Referência
Al	150	(MILLS; STADELMANN, 1989)
	163	(PADILHA, 2000)
	166	(HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)
Cu	41	(COCKAYNE; JENKINS; RAY, 1971)
	40	(HOWIE; SWANN, 1961)
	40-45	(CARTER; RAY, 1977)
	78	(HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)
Ni	125	(CARTER; HOLMES, 1977)
	150	(HOWIE; SWANN, 1961)
	128	(HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)
	220	(PADILHA, 2000)
Au	32	(JENKINS, 1972)
	45	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E.; ROBERTS, 1964)
	50	(PADILHA, 2000)
Ag	16	(COCKAYNE; JENKINS; RAY, 1971)
	25	(HOWIE; SWANN, 1961)
	22	(HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA, 2000)
Pb	25	(THORNTON; HIRSCH, 1958)
Pt	75	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E.; ROBERTS, 1964)
Pd	130	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E.; ROBERTS, 1964)
	180	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E., 1965)
Rh	330	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E.; ROBERTS, 1964)
	~750	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E., 1965)
Th	70	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E.; ROBERTS, 1964)
	115	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E., 1965)
Yb	10	(DILLAMORE; SMALLMAN, R. E.; ROBERTS, 1964)

A EFE aproximada do ferro α (CCC) é de 939 mJ/m², a do cromo (CCC) é de 1100 mJ/m² e a do zinco (HC) é de 140 mJ/m². Já a EFE aproximada do AISI304 é de 21 mJ/m², a do latão (30% Zn) é 20 mJ/m², indicando que a composição do material influencia a EFE do mesmo, ou seja, quando se tem a adição de elementos de liga, tem-se uma redução na EFE. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; LIU, L. H. *et al.*, 2015; TEUTONICO, 1965)

2.2 DETERMINAÇÃO DA EFE

Existem na literatura, vários métodos utilizados para a determinação da EFE. Os métodos que envolvem a observação por microscopia eletrônica de transmissão (MET) são aqueles ditos como diretos; eles avaliam a distância entre as discordâncias parciais. Já os métodos indiretos, procuram relacionar a EFE com outras grandezas que podem ser mais facilmente medidas. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

Para avaliar a validade dos resultados experimentais encontrados, faz-se a comparação de valores utilizando as seguintes relações: energia de superfície > energia de contorno de grão > EFE. Deve-se atentar também que a EFE deve ser duas vezes maior que a energia de contorno de macla. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

2.2.1 Métodos diretos

São em geral métodos mais precisos, mas seu emprego está restrito a medidas em pequenos intervalos de EFE.

2.2.1.1 Método de nós estendidos de discordâncias

Foi o primeiro método direto a ser utilizado. Mede-se o raio de curvatura de nós de discordâncias dissociadas com o auxílio de microscópios eletrônicos de transmissão (MET) e estes valores são convertidos em valores de EFE através de uma equação. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

O intervalo de precisão de aplicação deste método é $\gamma/Gb \leq 2 \times 10^{-3}$, onde G é o módulo de cisalhamento e b é o vetor de Burgers da discordância parcial. Metais com Ni e Al apresentam EFE acima do limite superior que pode ser determinado por este método, pois em materiais com elevada EFE não são observados nós. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

2.2.1.2 Feixe fraco (“weak beam”)

É uma técnica demorada, mas eficiente para aumentar o contraste na observação da separação das discordâncias parciais diretamente por MET. Para que os valores sejam de maior confiabilidade, deve-se preparar uma lâmina com a maior espessura possível e a região a ser considerada para fins de cálculo deve ser a região de máxima separação entre as parciais. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

2.2.1.3 Tetraedro de defeito de empilhamento

Defeitos puntiformes podem precipitar em falhas de empilhamento e sob a forma de pequenos tetraedros. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

As medidas de EFE por este método estão restritas ao intervalo: $2 \times 10^{-3} \leq \gamma/Gb \leq 8 \times 10^{-3}$. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

2.2.2 Métodos indiretos

2.2.2.1 Difração de raios-x

A difração de raios-X se destaca pois que relaciona a probabilidade de ocorrência de defeitos de empilhamento e a densidade de discordâncias (média das microtensões) e é um método relativamente simples, que pode ser aplicado para uma ampla faixa de valores de EFE com maior precisão entre os métodos indiretos. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

A deformação plástica em materiais policristalinos gera deslocamento das posições e alargamento dos picos. Avaliam-se os picos referentes ao plano [111], que é o plano onde as discordâncias devem estar dissociadas em parciais. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

Através de técnicas experimentais e tratamentos matemáticos adequados, é possível separar os fatores que provocam alargamento e deslocamento das linhas de difração e converter as medidas de alargamento e deslocamento em valores de EFE, referentes ao pico [111] do material após deformação plástica. A análise dos dados

pode ser computadorizada, facilitando sua reprodução experimental. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

2.2.2.2 Textura

Os valores de EFE alteram os mecanismos de deformação atuantes, portanto afetam a formação de texturas de deformação. Por isso, pode-se correlacionar γ/Gb com a intensidade de determinados planos após a deformação, devido à transição de textura e índice de escorregamento com desvio apresentados pelo material em estudo. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

2.2.2.3 Método do estágio 3 (τ_3)

Este método se baseia no escorregamento com desvio, que ocorre no estágio 3 de deformação (curva tensão x deformação de um monocristal). A tensão para que se inicie o escorregamento com desvio depende da temperatura e da taxa de deformação. A energia para que ocorra o escorregamento com desvio é inversamente proporcional à EFE. (BORGES, 1985; CAMPOS; FARIAS; PADILHA, 2016)

2.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

A deformação plástica é um processo de introdução de mais defeitos no material, principalmente pela multiplicação de discordâncias e é um dos modos mais efetivos de transformar trabalho mecânico em calor. Apenas uma pequena parte da energia é armazenada no material na forma de defeitos (até no máximo por volta de 10%) e o restante é dissipado na forma de calor. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA, 2000; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014; VERLINDEN *et al.*, 2007)

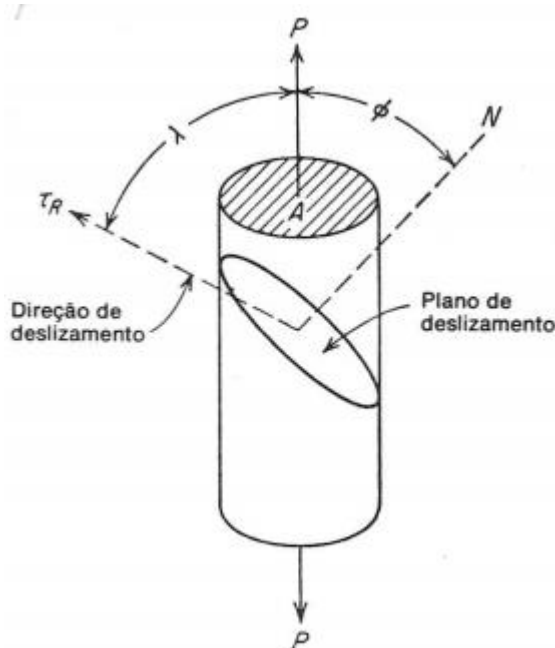
A deformação plástica de um cristal ocorre por meio do movimento relativo de seus planos de escorregamento que, em geral, são aqueles de maior densidade atômica. A direção de escorregamento é aquela de menor espaçamento interatômico. Ela tem início quando se ultrapassa a tensão de escoamento e se dá por dois processos principais: escorregamento ou maclação. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; MEYERS; CHAWLA, 2009; PADILHA, 2000; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

2.3.1 Tensão resolvida crítica de cisalhamento

Em metais policristalinos, a tensão de escoamento deve ser ultrapassada para que se tenha deformação plástica. O deslizamento tem seu início quando a tensão cisalhante no plano de deslizamento, segundo a direção de deslizamento, atinge um valor limite, denominado tensão resolvida crítica de cisalhamento ou tensão cisalhante resolvida crítica. Esta é a tensão que fará com que um número suficiente de discordâncias se mova causando uma deformação mensurável. (DIETER, 1982; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Processos de conformação, como laminação, extrusão e forjamento, assim como ensaios de tração e compressão causam deformação plástica e, conseqüentemente, envolvem processos de escorregamento e maclação citados anteriormente. Embora o sistema de tensões aplicado seja complexo, sabe-se que para que a deformação ocorra, a presença de tensões de cisalhamento é essencial, pois elas estão presentes mesmo que as tensões aplicadas em si não sejam puramente de cisalhamento. Isto pode ser ilustrado examinando-se um cristal cilíndrico de área A , sujeito a um teste de tração de carga P , representado na Figura 2.5. (DIETER, 1982; REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009)

Figura 2.5 – Relação entre plano de deslizamento, direção de deslizamento e eixo de tensão para um cristal cilíndrico.



Fonte: (DIETER, 1982)

O ângulo entre a normal ao plano de deslizamento e o eixo de tração é ϕ e o ângulo entre a direção de deslizamento e o eixo de tração é λ , logo a área do plano de deslizamento é $A/\cos\phi$. A força P aplicada se espalha sobre este plano e pode ser resolvida em uma força normal ao plano $P.\cos\phi$ e uma componente $P.\sin\phi$. Desta maneira, a tensão resolvida crítica de cisalhamento pode ser dada por:

$$\tau_R = \frac{P \cdot \cos\lambda}{\frac{A}{\cos\phi}} = \frac{P}{A} \cos\phi \cdot \cos\lambda \quad (2)$$

A equação 2 pode ser chamada de lei de Schmid e por meio dela, pode-se observar que o valor máximo de tensão de cisalhamento se dá quando o plano de escorregamento está inclinado a 45° em relação ao eixo de tensão.

2.3.2 Escorregamento

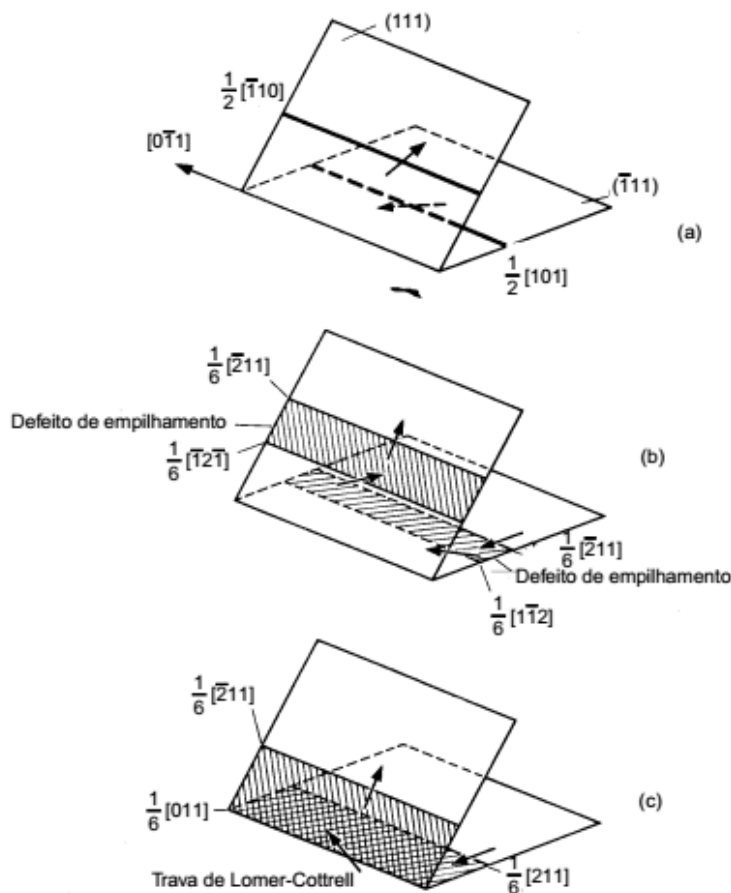
Há dois tipos básicos de movimentação das discordâncias: o escorregamento (modo conservativo) e a escalagem de discordâncias (modo não conservativo). O

deslizamento de várias discordâncias resulta no escorregamento. (HULL; BACON, 2001)

Durante a deformação plástica há a geração, interação, movimentação e aniquilação de discordâncias. A geração, interação e movimentação ocorrem com maior frequência que a aniquilação, uma vez que a densidade de discordâncias e defeitos em geral, aumenta com o aumento do grau de deformação plástica. Contudo, em metais e ligas com elevada EFE, pode haver a recuperação durante o processo de deformação plástica do material, a chamada recuperação dinâmica. Então, a taxa de aniquilação pode ser maior ou igual à taxa de geração, movimentação ou interação de defeitos. (CAHN; HAASEN, 1996a; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)

Um tipo de reação entre discordâncias ocorre quando discordâncias unitárias contidas em um plano de deslizamento do tipo $\{111\}$ e paralelas à linha de intersecção entre estes planos, dissociam-se em parciais (delimitando falhas de empilhamento), como mostram as Figura 2.6(a) e (b). (MEYERS; CHAWLA, 2009; PADILHA, 2000)

Figura 2.6 – Formação de uma barreira ou trava de Lomer-Cottrell (a) discordâncias unitárias contidas em $\{111\}$, (b) dissociação das discordâncias em parciais, (c) formação da trava.



Fonte: (PADILHA, 2000)

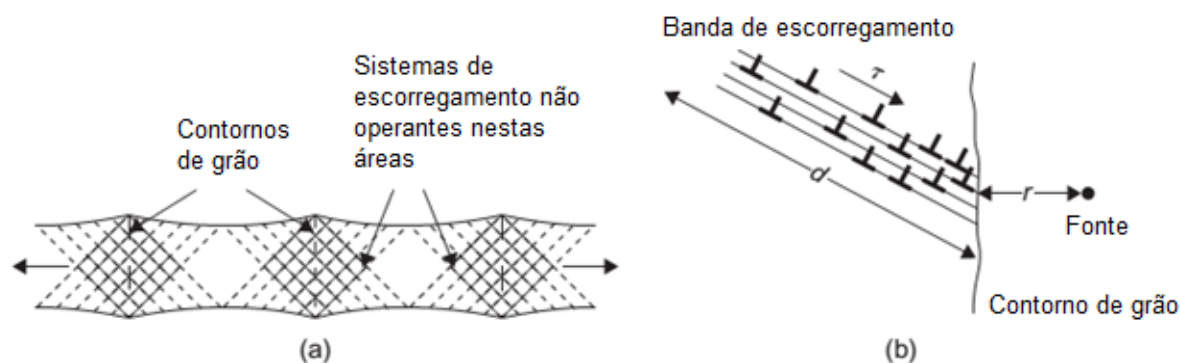
Neste caso, como é energeticamente favorável, as parciais interagem entre si, resultando em uma discordância situada na intersecção dos planos, como mostra a Figura 2.6(c). Como o vetor de Burgers desta discordância resultante não está contido em nenhum dos planos, a discordância não pode se movimentar neles e é formada uma barreira, chamada de trava de Lomer-Cottrell. Devido à sua configuração resultante, ela pode ser chamada de discordância escada ou degrau. (MEYERS; CHAWLA, 2009; PADILHA, 2000)

Durante a deformação, a forma dos grãos é alterada acompanhando as alterações macroscópicas do componente sujeito à deformação. Microscopicamente, as discordâncias podem empilhar-se em contornos de grão, formando degraus na superfície do grão e aumentando, assim, a área superficial total e a forma dos grãos. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; MEYERS; CHAWLA, 2009)

Em metais policristalinos, a deformação ocorre por escorregamento somente nos grãos orientados favoravelmente, em seguida, se espalha para todos os outros

grãos, enquanto os grãos deformados primeiramente encruam. Cada grão possui áreas em formato de cunha, como mostrado na Figura 2.7, onde o escorregamento não opera, indicando a dificuldade da continuidade do escorregamento de um grão para o outro. O agregado policristalino deve ser forte o suficiente para que todos os sistemas de escorregamento dentro de qualquer grão do mesmo façam contato com um contorno de grão, mas não necessariamente seja operante. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Figura 2.7 – (a) Contornos de grão bloqueando o deslizamento (b) Contornos de grão bloqueando bandas de deslizamento.



Fonte: (SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Com o aumento da densidade de discordâncias no interior do grão, a tendência é que ocorra o rearranjo das discordâncias e a consequente redução de energia armazenada. Isto conduz à formação de subestruturas ou estruturas de discordâncias. (KUHLMANN-WILSDORF, 1998; MEYERS; CHAWLA, 2009; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

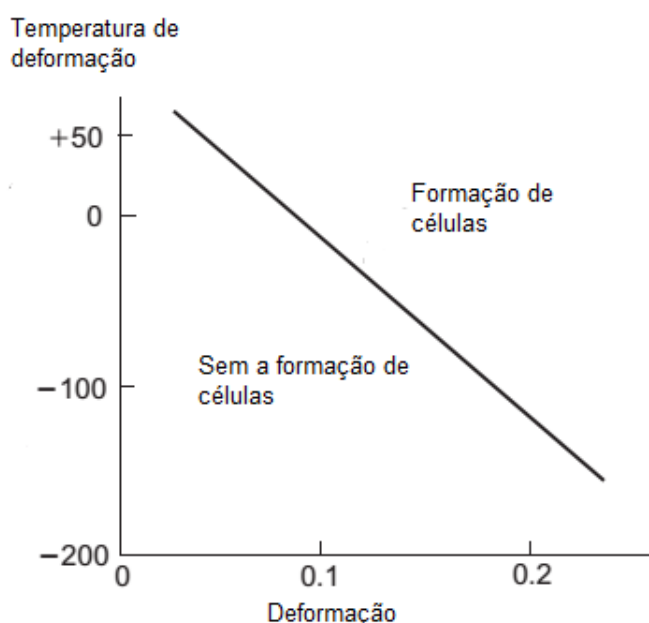
As discordâncias primárias interagem com discordâncias secundárias, dando origem a dipolos e anéis (“loops”) de discordâncias, que resultam em um emaranhado (“tangle”) de discordâncias local, que gradualmente tende a desenvolver uma rede tridimensional de subgrãos. A forma e distribuição das discordâncias e a extensão do encruamento dependem da estrutura cristalina, da EFE, da composição química, da microestrutura inicial, da forma de deformação, da temperatura, entre outros parâmetros. Geralmente, o tamanho dessas células diminui com o aumento da deformação. Em metais CFC com alta EFE, como o alumínio, os emaranhados de discordâncias se rearranjam em estruturas celulares bem definidas, ou seja, têm uma distribuição heterogênea de discordâncias, enquanto que em metais com baixa

energia de falha de empilhamento, há uma distribuição homogênea das discordâncias, as discordâncias estão dissociadas e o escorregamento com desvio é mais difícil, os subgrãos acentuados não se formam mesmo a altas deformações. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Diminuindo-se a temperatura de deformação, tem-se a redução da tendência de formação de células, para o ferro α como mostra a

Figura 2.8.

Figura 2.8 – Influência da tensão de deformação e da temperatura na formação de estruturas celulares em um ferro α (ferrita).



Fonte: (SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

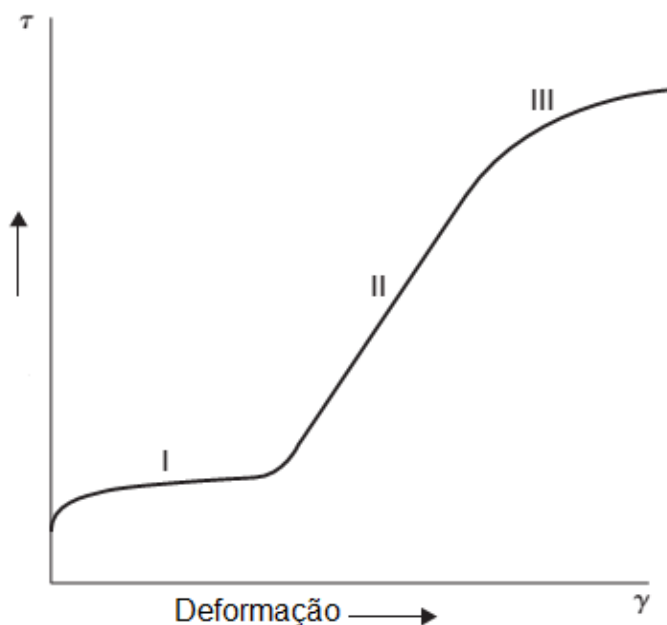
2.3.3 Encruamento

A resistência oferecida pelo material ao escorregamento com a continuação da deformação é conhecida como encruamento. A tensão requerida para mover as discordâncias normalmente aumenta durante a deformação plástica devido à obstrução da movimentação das discordâncias ao encontrarem barreiras. O grau de encruamento varia para metais de diferentes estruturas cristalinas e deve ser associado com a interação que resulta do escorregamento da interseção de famílias de planos. (MEYERS; CHAWLA, 2009; PADILHA, 2000; VERLINDEN *et al.*, 2007)

A taxa de encruamento é determinada como a facilidade na qual um emaranhado de discordâncias se rearranja e ela é elevada em metais com baixa EFE. (SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Divide-se o encruamento em três etapas, as quais podem ser observadas em um gráfico tensão x deformação, como mostra a Figura 2.9.

Figura 2.9 - Gráfico tensão x deformação mostrando os três estágios de encruamento para um monocristal de estrutura cristalina CFC.



Fonte: (SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

No estágio I, que se inicia logo após o limite de escoamento, tem-se uma baixa taxa de encruamento e o deslizamento é facilitado nesta região. Tem-se apenas escorregamento de um sistema atuante e as discordâncias praticamente não interagem entre si. O pequeno encruamento apresentado se deve à chegada das discordâncias na superfície do cristal (como para este caso, representa-se o encruamento de um monocristal). (FERREIRA, 2010; PADILHA, 2000; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

No estágio II, tem-se uma região linear de endurecimento e a taxa de encruamento aumenta rapidamente. Este estágio começa quando se iniciam deslizamentos em outros sistemas com direções próximas ao carregamento (carga externa) da peça. Há a interação entre as discordâncias geradas nos sistemas primários com as geradas no sistema secundário de deslizamento (e há uma rápida

multiplicação, ou geração de discordâncias) e as mesmas começam a ter seu movimento dificultado pela formação de barreiras e defeitos como florestas de discordâncias (“forest dislocations”), travas de Lomer-Cottrell e degraus. Consequentemente, o comprimento de deslizamento das discordâncias é reduzido e o encruamento tem sua taxa aumentada linearmente. (FERREIRA, 2010; PADILHA, 2000; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Já no estágio III, também conhecido como região de encruamento parabólico, tem-se uma baixa taxa de encruamento e aparecem bandas de deslizamento. O início deste estágio é dependente da temperatura; há um aumento na deformação com a redução da temperatura, associada à aniquilação de discordâncias como consequência do deslizamento com desvio, que, neste estágio, ocorre frequentemente. Alguns processos que ocorrem neste estágio, como deslizamento com desvio, escalagem de discordâncias e/ou aniquilação de segmentos com sinais opostos levam à recuperação dinâmica do material. (DIETER, 1982; FERREIRA, 2010; PADILHA, 2000; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014; VERLINDEN *et al.*, 2007)

A microestrutura formada no estágio III tem como característica a formação de subestruturas celulares bem definidas, compostas por paredes de discordâncias que delimitam o interior da célula, o qual possui uma baixa densidade de discordâncias. As paredes celulares são inicialmente emaranhados complexos de discordâncias, mas ao longo do estágio III, tendem a se tornar mais finas e simples. O tamanho das células tende a diminuir com a deformação, assim como o grau de desorientação entre elas tende a aumentar de 1 a 4 °. (VERLINDEN *et al.*, 2007)

Metais com alta EFE tendem a apresentar apenas os estágios I e II de encruamento, enquanto que metais de baixa EFE apresentam os três estágios a temperatura ambiente. (FERREIRA, 2010; PADILHA, 2000; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Há ainda autores que indicam a presença de um quarto estágio ou até de um quinto. No quarto estágio, que ocorre em processos como laminação e extrusão, cuja deformação é ≥ 1 , muitos grãos se fragmentam em bandas de diferentes orientações, separadas por zonas de transição ou contornos de grão. Em deformações muito elevadas, se desenvolve uma estrutura lamelar composta de microbandas desorientadas paralelamente à direção de laminação. (ARGON; HAASEN, P., 1993; VERLINDEN *et al.*, 2007; ZEHETBAUER, M., 1993; ZEHETBAUER, M.; SEUMER, 1993)

No estágio IV, há um aumento da densidade de discordâncias com a deformação, embora o tamanho das células permaneça constante ou uma diminuição muito pequena. (ZEHETBAUER, M.; SEUMER, 1993)

No estágio V, a densidade de discordâncias se aproxima a um valor constante e há a transformação de paredes celulares em subgrão, indicando um início de escalagem de discordâncias neste estágio. (ZEHETBAUER, M.; SEUMER, 1993)

2.3.4 Maclação

A maclação ocorre quando uma porção do material sofre um pequeno deslocamento (movimentos atômicos inferiores a uma distância atômica), tendo sua orientação alterada, mas de maneira definida e simétrica em relação ao restante da rede cristalina. A região maclada é uma imagem especular da matriz cristalina e o plano de simetria que as separa é chamado plano de maclação. (DIETER, 1982; MEYERS; CHAWLA, 2009; PADILHA, 2000)

A importância da maclação é porque as mudanças de orientação causadas por ela podem inserir novos sistemas de deslizamento em orientações favoráveis, tornando possível a ocorrência de mais deslizamento. (DIETER, 1982; MEYERS; CHAWLA, 2009)

A maclação mecânica é observada em apenas alguns metais, pois ocorre apenas sob algumas condições de deformação. O processo de cisalhamento envolvido na maclação deve ocorrer pelo movimento de discordâncias parciais e, conseqüentemente, a tensão necessária para causar a maclação dependerá não somente da linha de tensão da fonte de discordâncias, como no caso de escorregamento, mas também da tensão superficial do contorno de macla. Deste modo, a tensão necessária para a maclação é usualmente maior que para o escorregamento a temperatura ambiente, portanto o escorregamento é o mecanismo de deformação preferencial nesta temperatura. Com a diminuição da temperatura, a tensão crítica resolvida de cisalhamento aumenta para o escorregamento, porque o nível de tensões geral será elevado e há maior propensão do processo de deformação por maclação. Um aumento na taxa de deformação também favorece a maclação. (EL-DANAF; SOLIMAN; AL-MUTLAQ, 2015; MEYERS; CHAWLA, 2009; PADILHA, 2000)

Em metais de estrutura hexagonal compacta (HC), por seu número limitado de sistemas de escorregamento (limitados aos planos basais), a maclação é um mecanismo essencial e inevitável em metais policristalinos. Em metais de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) e cúbica de face centrada (CFC), a maclação pode ser induzida por impacto a temperatura ambiente (altas taxas de deformação) ou quando se diminui a temperatura, na qual a tensão crítica de cisalhamento para o escorregamento é muito alta. Mas, mesmo em baixas temperaturas, os metais CFC raramente apresentam maclação (normalmente encontrada apenas em cobre, prata e ouro). (DIETER, 1982; MEYERS; CHAWLA, 2009; PADILHA, 2000)

Na maioria dos cristais, primeiramente há o escorregamento e núcleos de macla são criados por meio de concentrações de tensão muito elevadas encontradas em empilhamentos de discordâncias. Visto que a tensão para propagar uma macla é muito menor que para a nucleação da mesma, uma vez que são formadas, as maclas tendem a propagar (o mecanismo de deformação preferencial se torna a maclação), pois a tensão crítica de cisalhamento é maior que o valor crítico para a maclação. (MEYERS; HRINGER; LUBARDA, 2001; MEYERS; CHAWLA, 2009; PADILHA, 2000)

2.3.5 Efeito de tamanho de grão e EFE nos mecanismos de deformação

Em metais e ligas, a microestrutura é determinada pela temperatura de deformação, EFE, taxa de deformação e, adicionalmente, pela orientação local, ou seja, em alguns grãos, a deformação favorece a maclação, em outros, escorregamento. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)

Em ligas de baixíssima EFE ($\sim 3 \text{ mJ/m}^2$) foram reportadas falhas e maclação em todos os quatro planos $\{111\}$ durante a laminação em deformação (ϵ) igual a 0,4. Em tal estrutura, o alinhamento gradual de um conjunto de maclas de deformação com o plano de laminação é claramente impossível e na ausência de um modo alternativo de deformação, a formação de bandas de cisalhamento se inicia a $\epsilon = 0,4$ a 0,5. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)

Em metais e ligas com baixa EFE, as discordâncias se encontram altamente dissociadas e seus movimentos ficam restringidos aos planos de deslizamento, então o deslizamento com desvio é extremamente dificultado. Em baixos níveis de deformação, as discordâncias tendem a se empilhar nos planos de deslizamento e criar estruturas planares de discordâncias. Quando o nível de deformação aumenta,

ocorre micromaclação (ou, em alguns casos, transformação martensítica localizada) e podem se formar bandas de cisalhamento. (VERLINDEN *et al.*, 2007)

Estudos indicam que a maclação ocorre em metais com EFE na faixa de 20 a 50 mJ/m², enquanto que para metais com EFE abaixo de 15 mJ/m², ocorre tanto a maclação, quanto transformação martensítica induzida por deformação. (EL-DANAF; KALIDINDI, S. R.; DOHERTY, R. D., 1999; RÉMY; PINEAU, 1976)

Em metais e ligas com valores intermediários de EFE, a microestrutura resultante consiste em volumes contendo células de discordâncias e microbandas adjacentes a volumes mostrando maclas de deformação. Em alguns grãos em que a orientação é apropriada, ambos escorregamento e maclação ocorrem e, conforme a orientação muda, também muda o modo de deformação. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; LI, W. *et al.*, 2014)

Em materiais com média e alta EFE, o efeito do tamanho de grão não é muito proeminente, mas em metais com baixa EFE, nota-se que quanto maior o tamanho de grão, maior é a redução na taxa de endurecimento por deformação. Observou-se também que, para uma mesma deformação, grãos maiores apresentam mais maclas de deformação. Vários trabalhos mostram que materiais nano estruturados (tamanho de grão < 50 nm) podem apresentar mecanismos alternativos de deformação, como maclas de deformação e falhas de empilhamento. (EL-DANAF; KALIDINDI, S. R.; DOHERTY, R. D., 1999; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; KALIDINDI, S., 1998)

2.3.6 Deformação plástica severa

Processos de deformação plástica severa (*Severe Plastic Deformation* - SPD), ou seja, que aplicam deformações “ ϵ ” superiores a 1,4 têm sido desenvolvidos para produzir materiais com grãos ultrafinos ou materiais nanoestruturados, devido às suas propriedades superiores (elevada resistência mecânica, mantendo-se sua ductilidade ou capacidade de deformação), sem que haja a introdução de porosidade e impurezas e que não podem ser obtidos por processos termomecânicos convencionais. Elas envolvem deformações muito grandes a temperaturas relativamente baixas ou alta pressão. Entretanto, uma limitação desta técnica é que o mínimo tamanho de grão muitas vezes é da ordem de várias centenas de nanômetros, ficando fora da faixa cristalina 1–100 nm; ou seja, apenas em alguns casos se consegue obter tamanhos de grão nanométricos. Em contrapartida, nestes processos não há a limitação de

espessura nem alteração dimensional significativa, como nos métodos convencionais. (AZUSHIMA *et al.*, 2008; KONKOVA *et al.*, 2010a; WANG, Y.; JIAO; MA, E., 2003)

2.3.7 Recuperação dinâmica

Recuperação é quando o material tem o movimento de suas discordâncias resultantes da deformação plástica, formando subgrãos ou células de discordâncias. Quando ela ocorre durante o processo de deformação plástica, é chamada de recuperação dinâmica. Em alguns metais puros, há a tendência de formação de estruturas de discordâncias mesmo à temperaturas muito baixas. (REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009; VERLINDEN *et al.*, 2007)

Os efeitos da recuperação dinâmica se tornam mais fortes com o aumento da temperatura, visto que isso causa um aumento na mobilidade das discordâncias (devido ao aumento da difusividade). Como consequência, as células tendem a se formar em deformações menores, as paredes celulares tendem a se tornar mais finas e mais bem definidas e o tamanho de célula tende a aumentar. Portanto, a recuperação dinâmica é mais importante em deformações a quente de metais e em metais de elevada EFE. (REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009)

A recuperação dinâmica acontece com maior frequência em metais de alta EFE, indicando que o mecanismo primário envolvido nela é o escorregamento, associado ao escorregamento com desvio e a escalagem de discordâncias, que são termicamente ativados. Na recuperação dinâmica, a tensão aplicada causando a deformação é somada às tensões que atuam entre as discordâncias. Como resultado, os efeitos da recuperação dinâmica podem ser observados a temperaturas muito baixas, nas quais a tensão aplicada pode ser muito alta. Já na recuperação estática, a formação de paredes celulares ocorre devido à interação de tensão apenas entre as discordâncias em si. (REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009; SARMA *et al.*, 2010)

2.3.8 Laminação Criogênica

Estão sendo desenvolvidas muitas pesquisas envolvendo a deformação criogênica recentemente, incluindo a laminação (também chamada de crio laminação) para diversos metais e ligas. Devido às propriedades (como elevada resistência

combinada à elevada ductilidade) apresentadas pelos materiais processados por esta técnica, este método possui elevado potencial para emprego em escala industrial. (CAMILLO, 2013; KON'KOVA; MIRONOV, S. Y.; KORZNIKOV, A. V., 2010; MAGALHÃES; HUPALO; CINTHO, 2014; WANG, Y.; JIAO; MA, E., 2003; ZHANG, K.; WEERTMAN, 2009)

Em comparação com SPD (deformação plástica severa), a laminação criogênica resultou em grãos ultrafinos a deformações plásticas menores tanto para amostras de cobre, quanto de alumínio comercialmente puros. (LU, Y.; MA, R.; WANG, Y. N., 2015; RANGARAJU *et al.*, 2005)

Como a recuperação dinâmica é controlada principalmente pela escalagem de discordâncias (cunha) e mecanismos de escorregamento com desvio (hélice), altas taxas de deformação ou deformação em baixas temperaturas (temperaturas criogênicas) diminui a mobilidade das discordâncias e reduz a taxa de recuperação dinâmica, permitindo um maior acúmulo de discordâncias, se comparado ao mesmo processo se realizado em temperatura ambiente. Tem-se assim, um material com maior dureza e maior energia armazenada, facilitando os mecanismos de refino de grão. (KONKOVA *et al.*, 2010a; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Estudos mostram que o tamanho de grão/subgrão médio foi notavelmente refinado em reduções de laminação da ordem de 75-93%. E também que pode ocorrer a recristalização estática do cobre após laminações criogênicas, atribuída ao aquecimento do material até a temperatura ambiente. Acredita-se que a recristalização estática é induzida pela alta concentração de defeitos no material, principalmente lacunas, que aumentam significativamente a mobilidade do contorno de grão e servem como força motriz para a migração do mesmo. (KONKOVA *et al.*, 2010a, 2010b)

Segundo Sarma *et al.* (2010), em metais com alta energia de falha de empilhamento como o alumínio, a supressão da recuperação dinâmica não é significativa pela deformação criogênica, visto que o aumento da resistência do metal deformado criogenicamente em relação ao deformado à temperatura ambiente aumenta apenas até 10%. Já em metais de média e baixa EFE como o cobre, o aumento da resistência parece ser mais significativo.

2.4 RECOZIMENTO DE METAIS ENCRUADOS

O recozimento de metais encruados pode ser separado em: recuperação, recristalização e crescimento de grãos, que são competitivos entre si. (DIETER, 1982; HULL; BACON, 2001; REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Na recuperação, as propriedades alteradas pelo trabalho a frio, como aumento de resistência e dureza, tendem a retornar a seus valores iniciais (antes do encruamento). Neste estágio há a movimentação das discordâncias por escorregamento ou escalagem, eliminando as discordâncias de sinais opostos e reorganizando as demais em estruturas de discordâncias, podendo ocorrer o fenômeno de poligonização. Seu início tem uma grande velocidade, mas ela vai diminuindo gradativamente com o passar do tempo. (DIETER, 1982; HULL; BACON, 2001; REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

O termo recristalização é usado para descrever a substituição de uma microestrutura deformada por novos grãos durante o recozimento. Estes novos grãos são isentos de deformação e com o tempo começam a incorporar os grãos deformados. Seu início é lento, a seguir, a velocidade de reação tem um aumento e depois volta a ser lenta. Durante o processo de recristalização primária, novos grãos são formados pela nucleação e crescimento de grãos. (DIETER, 1982; HULL; BACON, 2001; REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

O crescimento de grãos ocorre às custas dos grãos vizinhos já recristalizados e é apenas uma continuação do processo de recristalização. Normalmente ele não é desejado e o processo é cessado assim que se observa seu início. (DIETER, 1982; HULL; BACON, 2001; REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

A temperatura de recristalização é a temperatura necessária para que um metal encruado se recristalize completamente em uma hora. Se forem utilizadas temperaturas maiores, este tempo é reduzido. Quanto maior o grau de encruamento, menores tendem a ser o tempo e a temperatura necessários para a recristalização. (DIETER, 1982; HULL; BACON, 2001; REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

Como os metais de elevada pureza apresentam teores mínimos de elementos em solução sólida que interagem com os contornos de grão e defeitos, eles possuem temperaturas de recristalização relativamente baixas. (REED-HILL; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R., 2009)

A Tabela 2.2 mostra alguns parâmetros importantes em relação à temperatura para alumínio, cobre e prata, considerando-se a temperatura ambiente de aproximadamente 25 °C (~298 K) e a criogênica -196 °C (~77 K).

Tabela 2.2 – Faixas de temperaturas de recristalização para Al, Cu e Ag.

Metal	Temperatura de fusão (°C)	Temperatura de recuperação (°C)	Temperatura de recristalização (°C)	Temperatura homóloga em relação à TA	Temperatura homóloga em relação à TC
Al	660,40	198,12	200 - 600	0,32	0,08
Cu	1084,88	325,464	375 - 650	0,22	0,06
Ag	961,90	288,57	250 - 500	0,24	0,06

Fonte: tabela adaptada de (ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE, 1990, vol. 4)

Pode-se notar que a temperatura homóloga (quando a temperatura de trabalho é a ambiente) para o cobre e a prata é muito próxima, mas que para o alumínio ela é mais elevada. Isto pode causar algumas diferenças em seu comportamento, visto que há maior tendência de ocorrer a recuperação dinâmica durante a deformação. (EDALATI; HORITA, 2011; KHATIBI *et al.*, 2010)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS INICIAIS

Utilizaram-se amostras de três materiais diferentes (alumínio, cobre e prata), de pureza comercial, da fabricante Alfa Aesar, cujo diâmetro era de aproximadamente 6,35 mm e comprimento mínimo de aproximadamente 3,5 mm. As amostras foram laminadas para ajustar a espessura inicial, deixando-os com aproximadamente 5 mm de espessura e em seguida, as amostras foram recristalizadas.

A Tabela 3.1 apresenta alguns parâmetros importantes para os metais em estudo.

Tabela 3.1 – Parâmetros importantes para Al, Cu e Ag.

Metal	Densidade (g/cm ³) a 20°C	Parâmetro de rede (a) (nm) a 25°C	Menor distância interatômica (nm)	Condutividade térmica à temperatura ambiente (W/m.K)	Coefficiente de expansão linear (μm/m.K)	EFE (mJ/m ²)
Alumínio	2,70	0,404958	0,286	247	18 a 27,4	150 a 166
Cobre	8,93	0,361509	0,255	398	16,5	40 a 78
Prata	10,49	0,408621	0,289	428	19	16 a 22

Fonte: Tabela adaptada de (ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE, 1990, vol. 2; SMALLMAN, R.; NGAN, 2014)

A escolha dos metais a serem estudados partiu primeiramente devido ao fato de todos possuírem uma estrutura cristalina CFC e devido à diferença em seus valores de EFE (um de alta, um de média e um de baixa EFE), possibilitando um estudo comparativo com o intuito de avaliar a influência da EFE nas propriedades (tensão de escoamento, alongamento e dureza), densidade de discordâncias e contração volumétrica.

3.2 MÉTODO EXPERIMENTAL

3.2.1 Metalografia

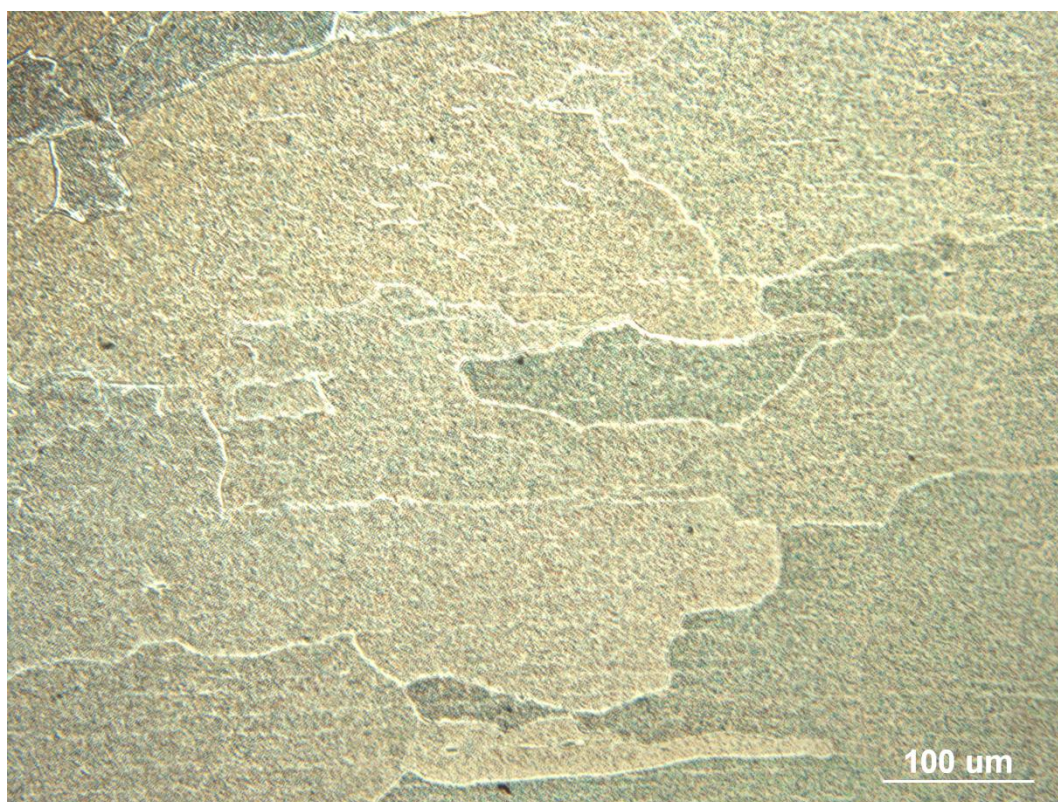
As amostras foram lixadas em lixas de granulometrias: 240, 320, 400, 600 e 1200 mesh e a seguir, fez-se o polimento eletrolítico do alumínio e cobre e polimento manual da prata (utilizando-se pasta de diamante de 3 μm e 1 μm).

Para o ataque do alumínio, utilizou-se o reagente com a composição a seguir:

- Ácido Fluorídrico (HF) – 2 ml
- Ácido Nítrico (HNO_3) – 25 ml
- Água destilada – 100 ml
- Tempo de imersão: 30s a 1 min.

A Figura 3.1 mostra a metalografia do alumínio em seu estado inicial. Pode-se notar que os grãos estão bem grosseiros.

Figura 3.1 – Metalografia do alumínio em seu estado inicial.



Fonte: A autora.

Para o ataque do cobre, utilizou-se o reagente com a composição a seguir:

- Cloreto Férrico (FeCl_3) – 5g
- Ácido Clorídrico (HCl) – 50 ml
- Água destilada – 100 ml
- Tempo de imersão: 5 segundos.

A Figura 3.2 mostra a microestrutura do cobre em seu estado inicial. Nota-se que ele apresenta grãos refinados em relação ao alumínio e nota-se que há a presença de maclas de recozimento.

Figura 3.2 – Metalografia do cobre em seu estado inicial.



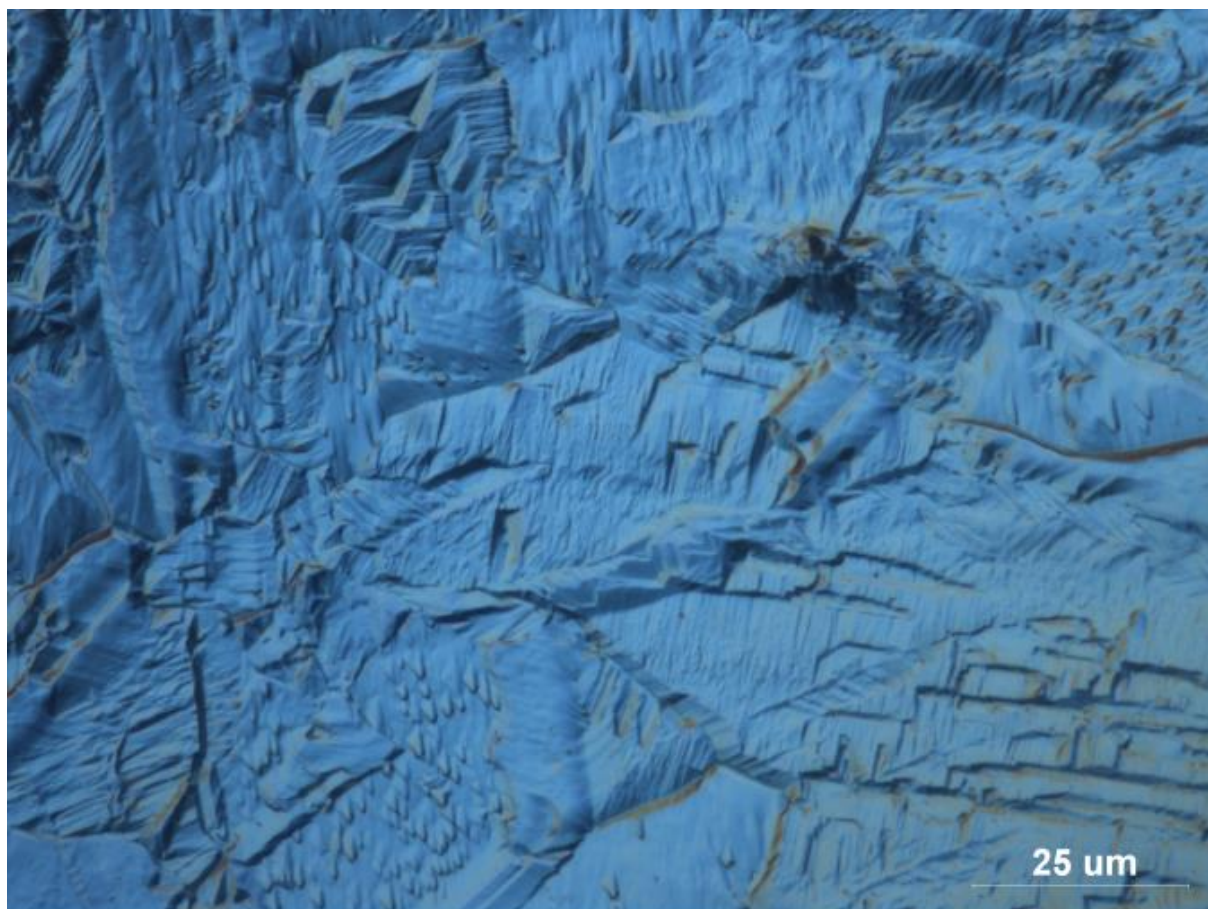
Fonte: A autora.

Para o ataque da prata, utilizou-se o reagente com a composição a seguir:

- Hidróxido de amônio (NH_4OH) – 50 ml
- Peróxido de hidrogênio (H_2O_2 – 50%) – 10-30 ml
- Tempo de imersão: 7 segundos.

A Figura 3.3 mostra a micrografia da prata em seu estado inicial, com a utilização do filtro Nomarski.

Figura 3.3 – Micrografia da prata em seu estado inicial.



Fonte: A autora.

3.2.2 Recristalização

Após o ajuste da espessura inicial, para aproximadamente 5 mm, foi feita a recristalização do alumínio, do cobre e da prata. Para a recristalização, utilizou-se um forno tubular, com uma taxa de aquecimento de aproximadamente 11°C/min, mantendo a amostra a uma temperatura de 345 °C por 15 min para o alumínio e resfriamento ao forno. Para o cobre e a prata, utilizou-se uma taxa de aquecimento de aproximadamente 13°C/min, mantendo as amostras à 400 °C por 15 min.

As amostras foram cortadas ao meio para que metade fosse utilizada para laminação a temperatura ambiente e a outra metade para laminação a temperaturas criogênicas.

3.2.3 Laminação criogênica

Os corpos de prova, após recristalizados, foram processados por laminação em temperaturas criogênicas. Esse processo consiste na laminação do material após o mesmo atingir temperaturas próximas às do nitrogênio líquido (NL), ou seja, aproximadamente -196 °C.

No processamento das amostras, foi utilizado o laminador da marca Fenn, modelo 042/4 – 046, com célula de carga, com frequência de 10 rpm. Antes de cada passe de laminação, os corpos de prova eram mantidos submersos em NL até a observação de estabilização do mesmo. A seguir, o material era colocado imediatamente no laminador para ser deformado, colocado novamente rapidamente em NL até estabilização, sendo então retirado rapidamente para mensurar sua espessura e colocado outra vez em NL para o passe seguinte. A laminação se iniciava com uma redução de espessura de aproximadamente 10% e continuava com um aumento de redução de espessura até que as amostras ficassem com uma redução total de espessura de aproximadamente 99% (equivalente a uma espessura final entre 0,10 e 0,18 mm). Nota-se que a laminação criogênica teve controle apenas da temperatura de entrada do material, pois o contato com o ar e a superfície, além do calor gerado durante a deformação plástica (aquecimento adiabático) alteram a temperatura do material.

Esse processo foi repetido para todas as amostras, tentando-se reproduzir as mesmas condições de processamento, visando evitar grandes variações na microestrutura e heterogeneidades de deformação entre as amostras de estudo. As tabelas com os dados de laminação para cada um dos materiais se encontra no apêndice A, B e C, respectivamente, para alumínio, cobre e prata laminados criogenicamente.

Para fins de comparação com a deformação criogênica, foram feitas laminações a frio (à TA) de todos os materiais utilizando-se os mesmos parâmetros utilizados na laminação criogênica. As tabelas com os dados da laminação em temperatura ambiente se encontram nos apêndices D, E e F, para alumínio, cobre e prata, respectivamente.

Afim de avaliar a variação de temperatura durante as laminações, foram feitas laminações com o uso de um multímetro Hikari HM-2920, com a função de “datalogger” para medida de variação de temperatura (uma medida a cada 0,25 s).

Para tanto, fazia-se um furo com uma broca de 1 mm no sentido longitudinal da amostra, como mostra a Figura 3.4, com profundidade aproximadamente até a metade da amostra. Fixava-se o termopar do tipo K, por compressão, com a ajuda de alicate ou morsa, para que ele ficasse bem preso. Iniciava-se a laminação (à TA ou TC) para a medida de temperatura, da mesma maneira que as laminações descritas anteriormente, até que ocorresse a ruptura do termopar, portanto, estas laminações apresentaram menos passes que as laminações efetivas.

Figura 3.4 – Localização do furo para inserção do termopar nas amostras.



Fonte: A autora.

3.2.4 Dureza Vickers

Para as medidas de dureza, as amostras foram retiradas do nitrogênio líquido, cortadas e fixadas nos suportes mostrados na Figura 3.5 e lixadas em granulometrias: 240, 320, 400, 600 e 1200 mesh. Foram feitas medidas de dureza Vickers por indentação na direção de laminação (seção longitudinal), em temperatura ambiente, utilizando carga de 98,07 mN para prata e alumínio e 245,2 mN para o cobre, aplicando-a continuamente por 12s, com o microdurômetro Shimadzu HMV-2T.

Figura 3.5 – Suportes para lixamento das lâminas de Al, Ag e Cu.



Fonte: A autora.

Variou-se o tempo após a retirada da amostra do NL para as medidas de dureza entre 30 min e 1252 h. Os resultados obtidos são uma média de 6 medidas feitas nas superfícies de cada amostra.

3.2.5 DRX

Foram feitas difrações de raios-X em temperaturas criogênicas das amostras de alumínio, cobre e prata laminadas criogenicamente e a TA, no equipamento PANanalytical X'Pert PRO, localizado no Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), no Centro Nacional de Pesquisa em Energias e Materiais (CNPEN), em Campinas. O aparato experimental utilizado é mostrado na Figura 3.6.

Figura 3.6 – Aparato experimental para realização de difração de raios-X a temperaturas criogênicas no aparelho PANanalytical X'Pert PRO.



Fonte: A autora.

Os dados de difração coletados foram analisados pelo software Panalytical High-ScorePlus™, usando uma função pseudo-Voigt e o background foi subtraído.

A microdeformação e tamanho de cristalito foram calculados pelo método mostrado em AGUIAR (2012). As densidades de discordâncias foram calculadas, como segue (GONG et al., 2013):

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

Onde d é o tamanho de grão (cristalito), b é o valor absoluto do vetor de Burgers e $(\varepsilon^2)^{1/2}$ é a microdeformação. Para metais CFC, $b = (\sqrt{2/2})a$, e a é o parâmetro de rede teórico.

Apenas para efeito comparativo, utilizou-se a equação (4) para o cálculo de número de lacunas em equilíbrio e TA e TC.

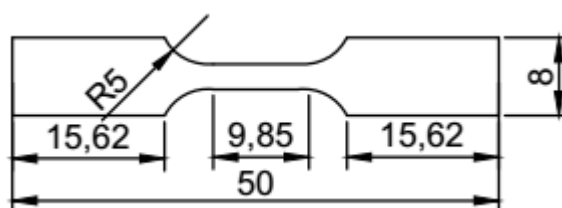
$$n = N \exp\left(\frac{-H_f}{kT}\right) \quad (4)$$

onde n é o número de lacunas, H_f é a entalpia ou energia de formação de lacunas, k é a constante de Boltzmann e T é a temperatura.

3.2.6 Ensaio de tração

Para a realização dos ensaios de tração, adaptou-se proporcionalmente um modelo de corpo de prova da norma ASTM E8M adequando as dimensões para as chapas laminadas. Os corpos de prova ficaram nas dimensões aproximadas como segue na Figura 3.7.

Figura 3.7 – Dimensões aproximadas dos corpos de prova de tração.



Fonte: A autora.

Foram impressos em etiquetas os modelos dos corpos de prova (CP's), para que o corte fosse feito nos tamanhos desejados. A Figura 3.8 mostra os CP's após o corte com tesoura.

Figura 3.8 – Corpos de prova de Al, Cu e Ag, respectivamente, após laminação e corte.



Fonte: A autora.

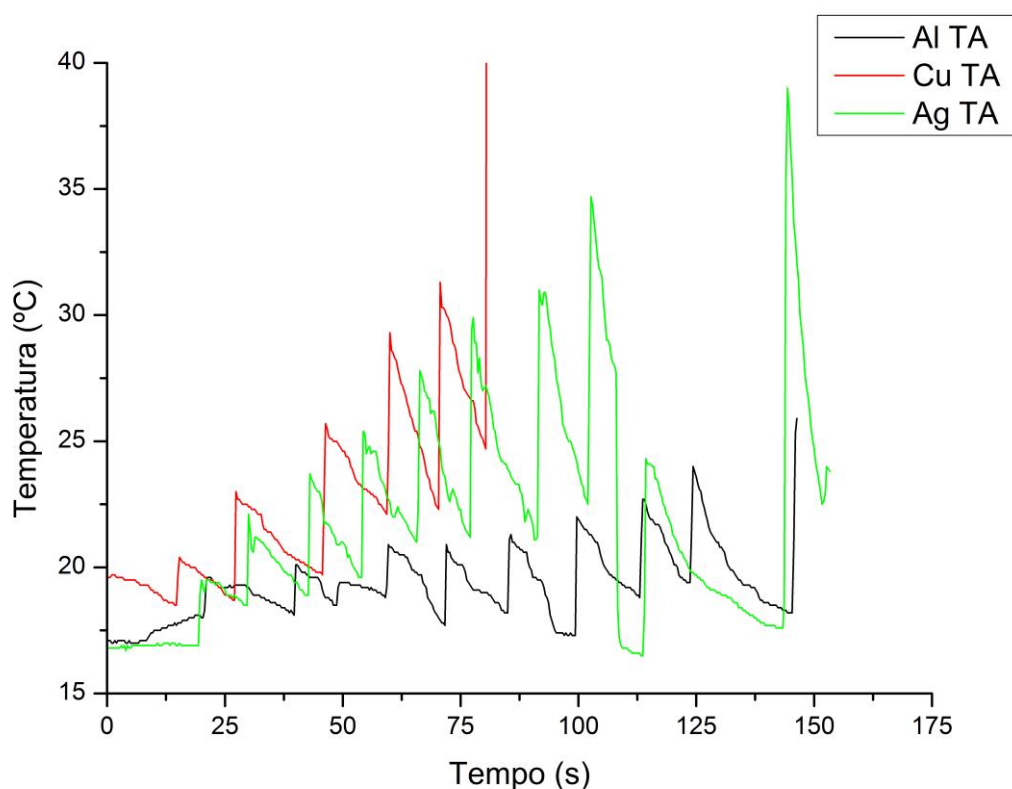
3.2.7 Microscopia eletrônica

Após os ensaios de tração, foram analisadas as superfícies de fratura dos CP's via microscopia eletrônica de varredura (MEV), no equipamento Shimadzu CSX-550.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A temperatura foi controlada durante a laminação para assegurar que ela fosse baixa o suficiente para manter a maior quantidade de defeitos (temperatura homóloga abaixo de $\sim 0,30$), com o objetivo de minimizar a recuperação, aniquilação e rearranjo de discordâncias. A Figura 4.1 mostra a variação de temperatura para a laminação à TA para alumínio, cobre e prata, em função do tempo de laminação. Pode-se observar que a variação de temperatura não foi superior a 40 °C e o momento em que ela sobe é quando o metal está sendo deformado.

Figura 4.1 – Variação de temperatura durante laminações de Al, Cu e Ag à TA.

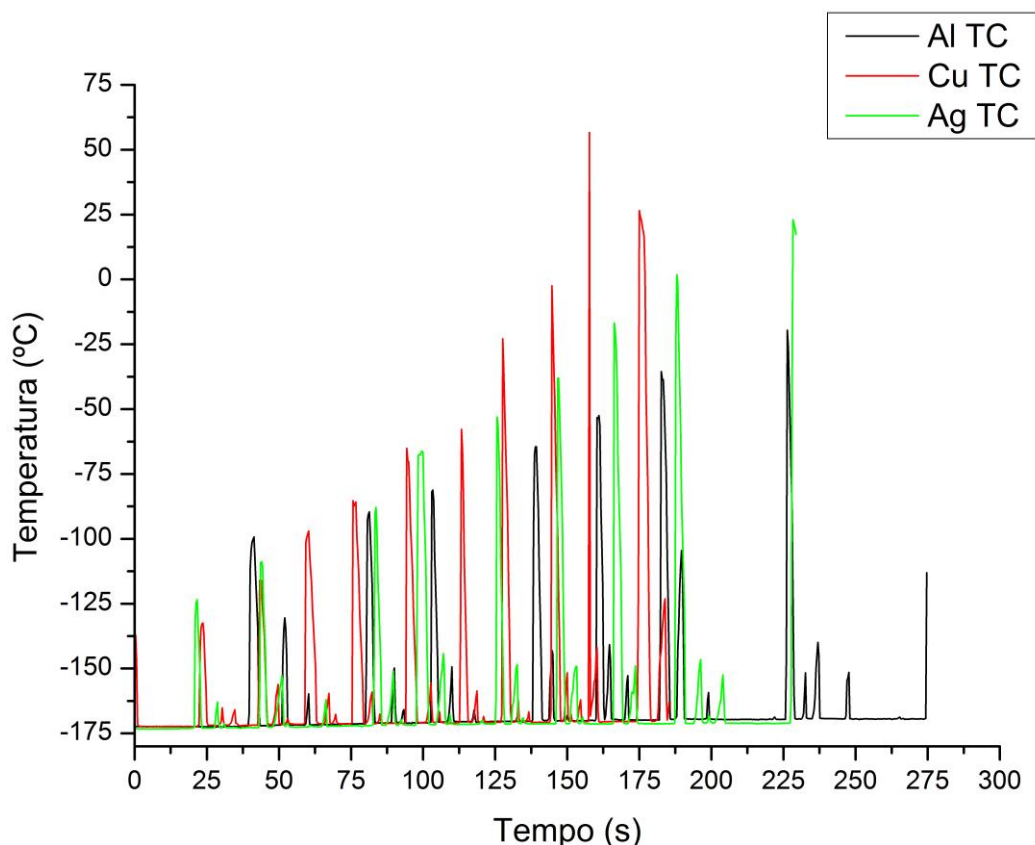


Fonte: A autora.

A Figura 4.2 mostra a variação de temperatura para laminação em TC. Esperava-se que a temperatura fosse menor que as temperaturas registradas para as laminações à TA, mas em temperaturas muito baixas (próximas de zero absoluto), a capacidade térmica é bem pequena e a energia convertida em calor na deformação leva a um aumento muito grande de temperatura. Se o calor pode ser rapidamente

dissipado pela condução ao longo da amostra ou pela superfície da mesma para o meio de resfriamento, o aumento de temperatura é menor. (KONKOVA *et al.*, 2010b)

Figura 4.2 – Variação de temperatura durante laminações de Al, Cu e Ag à TC.



Fonte: A autora.

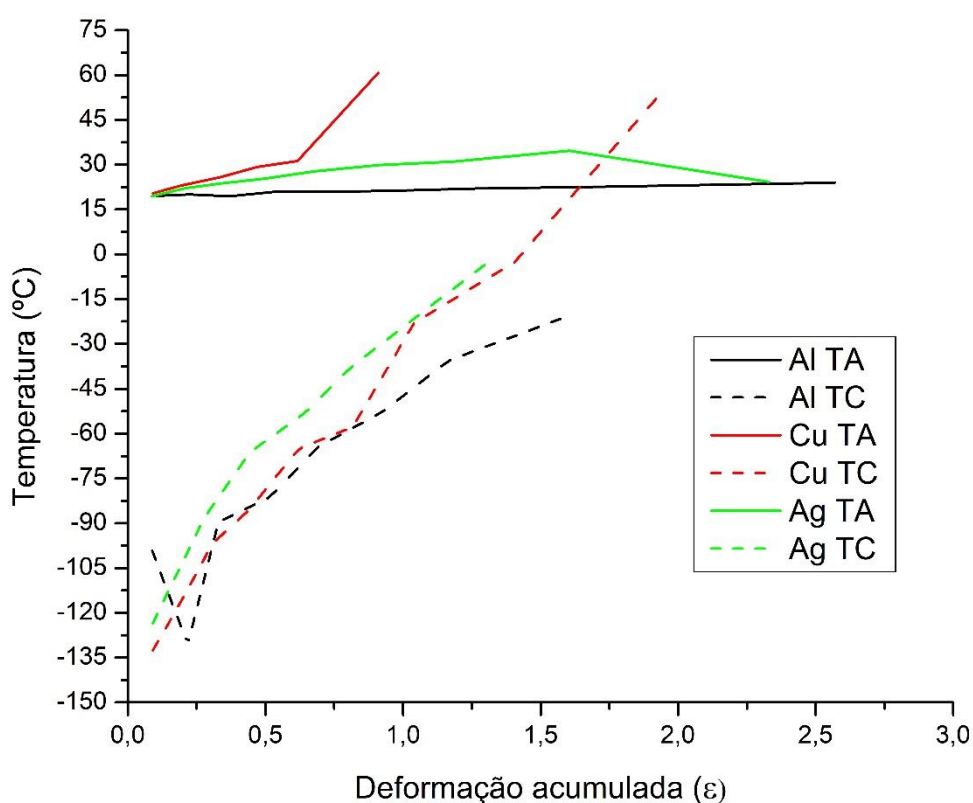
Como a energia armazenada em forma de discordâncias tende a aumentar a cada passe, mais energia tende a ser transformada em forma de calor (podendo justificar o aumento de temperatura a cada passe). Mesmo possuindo a menor condutividade térmica, o alumínio apresentou menor aumento de temperatura tanto para a laminação em TA quanto em TC. Um dos motivos da prata apresentar menor aumento de temperatura durante a laminação que o cobre, pode ser devido à sua maior condutividade térmica.

Pode-se observar também que a maioria dos passes de laminação criogênica foi capaz de manter as amostras abaixo de 0 °C e os que apresentaram temperatura superior, permaneceram na mesma por intervalos de tempo bem curtos (menos que 1 s); o pico referente ao cobre que chegou próximo aos 50 °C tem apenas um ponto

nesta temperatura mais alta, indicando que a permanência na mesma foi inferior a 0,25 s.

A Figura 4.3 apresenta a representação gráfica de temperatura máxima de laminação em função da porcentagem acumulada de deformação (ϵ). Nota-se que para a laminação em TA, a inclinação das curvas para os três metais é pequena, indicando que a tendência é de pequeno aumento da temperatura mesmo para deformações maiores, pelo menos para o alumínio e a prata. Para a TA, a taxa é um pouco maior para o cobre, seguida pela prata e então alumínio. Na laminação em TC, a prata apresenta maior aumento de temperatura em função da deformação e novamente o alumínio apresenta menor aumento, mesmo possuindo a menor condutividade térmica e a prata a maior.

Figura 4.3 – Gráfico de temperatura máxima em função da porcentagem acumulada de deformação.

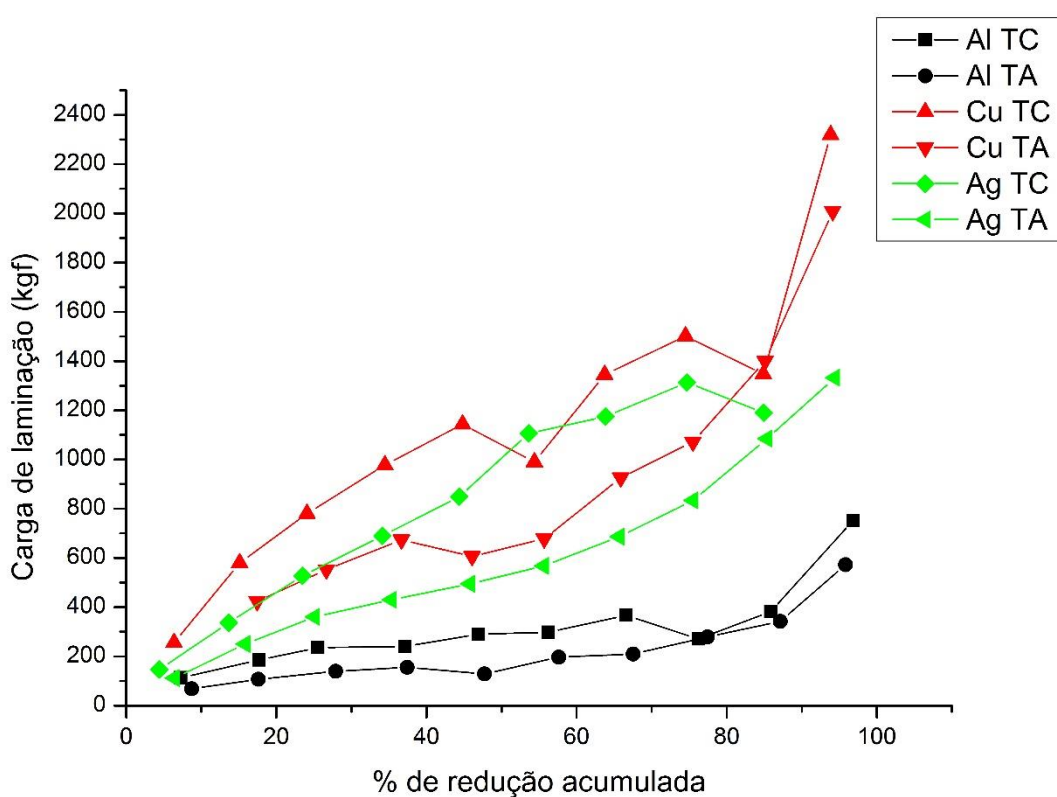


Fonte: A autora.

A Figura 4.4 mostra uma tendência crescente de carga registrada pela laminadora, que deve estar associada ao aumento da densidade de defeitos ao longo

do processo de laminação. Pode-se observar também que todos os materiais laminados à TC apresentam maiores valores de força, mas a diferença é mais acentuada para o cobre e a prata. Isto pode ser explicado pela provável mudança do mecanismo de deformação de escorregamento de discordâncias para maclação, somado à maior densidade de discordâncias e um comprimento de deformação homogêneo relativamente maior na microestrutura. (SARMA *et al.*, 2010; SU *et al.*, 2012)

Figura 4.4 – Gráfico de evolução de carga de laminação em função da redução acumulada.



Fonte: A autora.

Das figuras apresentadas anteriormente, nota-se que quanto maior a deformação imposta ao material, maior o esforço para promover o mesmo nível de deformação e maior é o aumento da temperatura durante a laminação.

A Tabela 4.1 compara a dureza das amostras após laminação total de ~99% à TA e TC. Os dados sugerem que a laminação criogênica é mais efetiva quando se trata de aumentar a densidade de defeitos, visto que as durezas são maiores para os materiais laminados a TC, quando comparados com os materiais laminados a TA.

Percebe-se que a porcentagem de aumento de dureza é proporcional à EFE neste caso, ou seja, quanto maior a EFE, maior o aumento de dureza, o que não era o esperado. Talvez isto se deu devido à aniquilação e rearranjo de discordâncias durante a laminação a TA após certo grau de deformação, levando a um amolecimento dos materiais, causando maior diferença de dureza e, conseqüentemente, valores maiores de porcentagem de aumento de dureza para materiais com maior EFE.

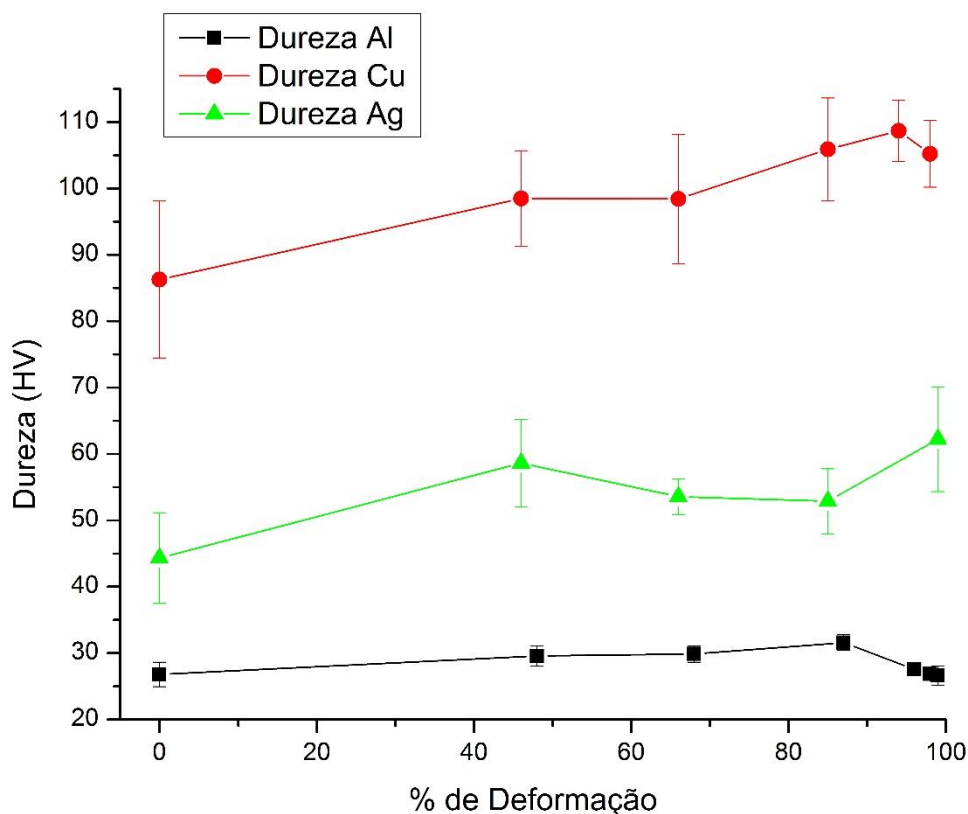
Tabela 4.1 – Dureza dos materiais laminados a aproximadamente 99% de redução.

Material	Dureza (HV)	Aumento de dureza (%)
Al TC	35,8	34,6
Al TA	26,6	
Cu TC	137,5	30,7
Cu TA	105,2	
Ag TC	71,9	15,6
Ag TA	62,2	

Fonte: A autora

Em acordo com os dados de aumento de carga registrados pela laminadora, foram feitos testes de dureza dos materiais laminados a TA, variando em função da % de redução acumulada, como mostrado na Figura 4.5 e, por meio dela, nota-se que o cobre possui maior dureza e o alumínio, menor dureza, o que está associado com a energia de ligação dos mesmos (cobre possui maior ponto de fusão e alumínio menor). Nota-se também que a dureza tende a aumentar para todos os materiais. Pode-se observar, porém, que a dureza do alumínio tende a aumentar inicialmente com a % de deformação, mas após alcançar um valor máximo, tende a cair a um nível constante (não variação significativa de dureza com a deformação).

Figura 4.5 – Variação de dureza para Al, Cu e Ag laminadas a TA em função da % de deformação.



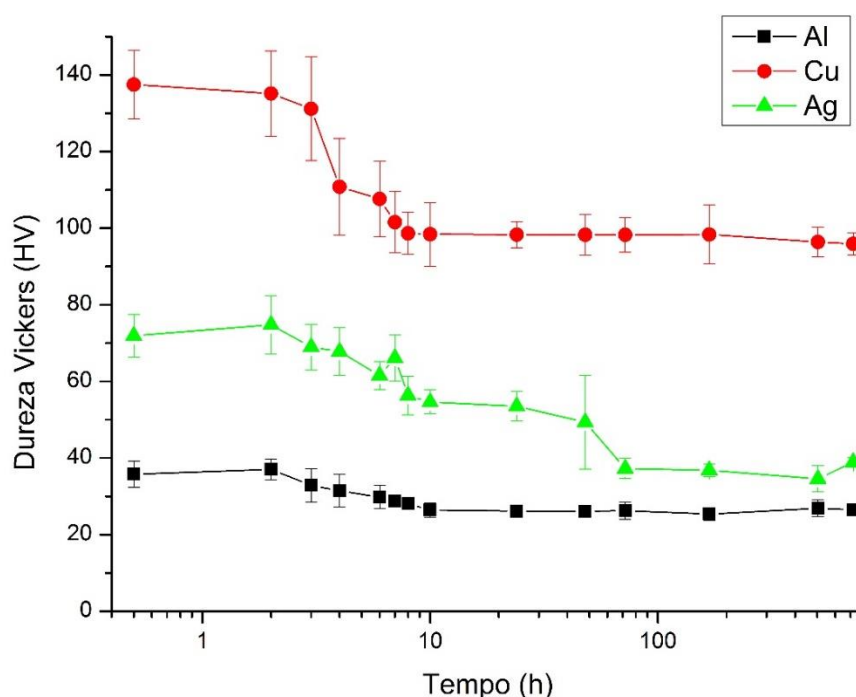
Fonte: A autora.

Esta queda de dureza para o alumínio foi observada em: EDALATI e HORITA (2010, 2011), KAWASAKI, AHN e LANGDON (2010) e KAWASAKI e LANGDON, (2008). Segundo XU; HORITA e LANGDON (2007), ele se deve ao escorregamento com desvio e recuperação dinâmica facilitados devido à elevada EFE do alumínio e conforme KHATIBI *et al.* (2010), devido à temperatura homóloga relativamente alta (0,32).

A partir dos resultados de dureza apresentados na tabela apresentada no apêndice G, que são representados graficamente na Figura 4.6, pode-se observar que após a retirada do NL, a dureza das amostras (que foram laminadas até aproximadamente 99% de redução) tende a cair. A porcentagem de diminuição da dureza é maior para a prata, que tem menor EFE e é menor para o alumínio, que tem alta EFE, portanto, pode-se dizer que ela está associada à recuperação e/ou recristalização estática. Devido à sua alta EFE, mesmo a baixas temperaturas, a supressão da recuperação dinâmica no alumínio não é tão efetiva quanto para materiais com baixa EFE e a densidade de discordâncias tende a ser menor em

materiais com EFE mais elevada. Cobre e prata possuem maior densidade de defeitos (especialmente lacunas) e o aquecimento de TC para TA pode fornecer energia suficiente para que ocorra a movimentação de contorno de grão (podendo ocorrer recuperação e/ou recristalização estática) o que pode explicar a queda de dureza. (KONKOVA *et al.*, 2010b; LAPEIRE *et al.*, 2015; SARMA *et al.*, 2010; SU *et al.*, 2012)

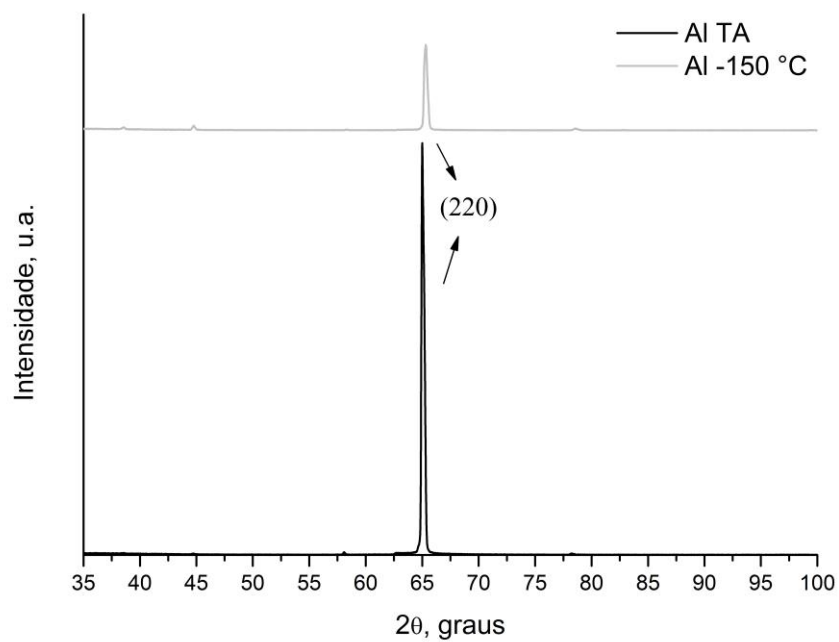
Figura 4.6 – Gráfico de dureza em função do tempo para Al, Cu e Ag laminados a TC, após a retirada do NL.



Fonte: A autora.

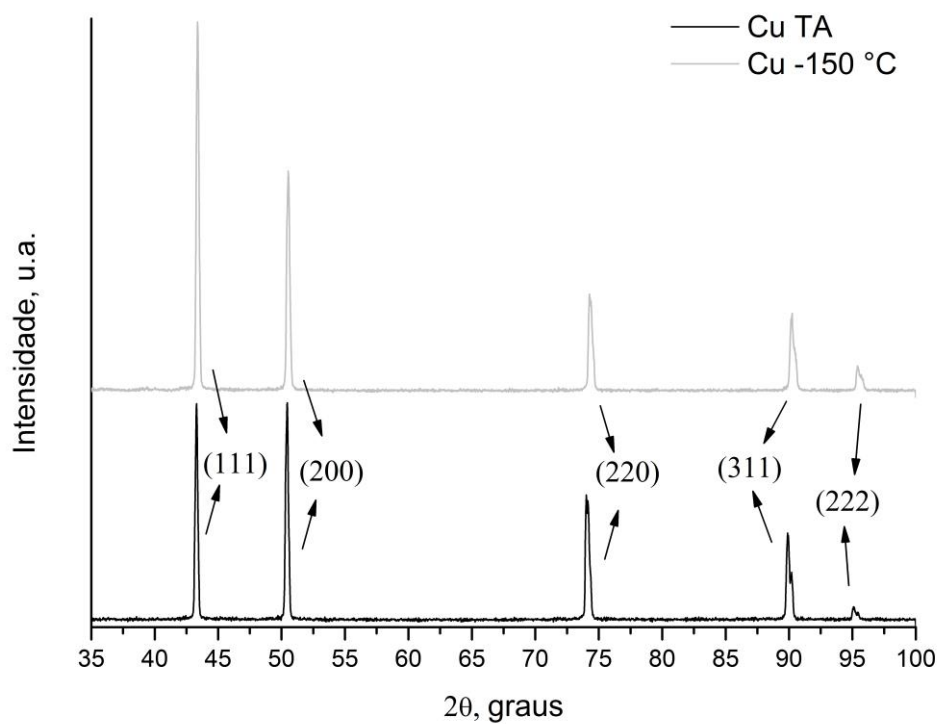
As Figura 4.7, Figura 4.8 e Figura 4.9 mostram os difratogramas obtidos das amostras de alumínio, cobre e prata, respectivamente, deformados a TA e TC. Como o alumínio apresentou elevado grau de texturização, seu difratograma apresentou apenas um pico visível (os outros picos apresentam baixíssima intensidade), impossibilitando as demais análises para este material.

Figura 4.7 – DRX do Al laminado a TA e TC.



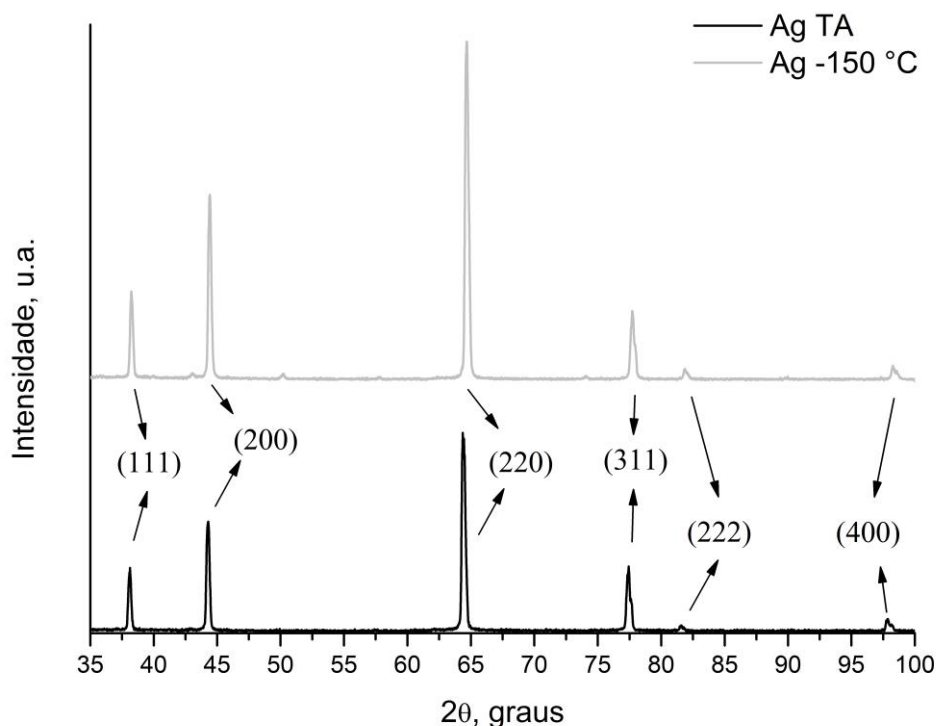
Fonte: A autora.

Figura 4.8 – DRX do Cu laminado a TA e TC.



Fonte: A autora.

Figura 4.9 – DRX da Ag laminada a TA e TC.



Fonte: A autora.

As Tabela 4.2 e Tabela 4.3 mostram os resultados de DRX de amostras de cobre e prata, respectivamente, laminadas a TA e TC. Os valores de distância interplanar e parâmetro de rede foram calculados dos picos de difração obtidos. Os valores de contração para a distância interplanar e volume da célula unitária foram estimados para os picos identificados. Pelos dados obtidos, constata-se que a prata apresentou maior contração volumétrica que o cobre, como esperado, visto que seu coeficiente de expansão linear é maior ($19 \mu\text{m/m.K}$ para a prata e $16,6 \mu\text{m/m.K}$ para o cobre), logo, sua contração é maior.

Tabela 4.2 – Contração volumétrica calculada baseada no parâmetro de rede para picos de DRX do Cu.

$\lambda = 1,541874 \text{ \AA}$								
h k l	2 θ	d (Å)	a (Å)	2 θ	d (Å)	a (Å)	d contração (%)	Contração volumétrica (%)
	experimental a 25°C			experimental a -150°C				
1 1 1	43,268	2,091	3,622	43,352	2,087	3,615	0,18%	0,55%
2 0 0	50,401	1,811	3,621	50,491	1,808	3,615	0,17%	0,50%
2 2 0	74,069	1,280	3,620	74,293	1,277	3,611	0,26%	0,78%
3 1 1	89,908	1,091	3,619	90,190	1,088	3,610	0,25%	0,74%
2 2 2	95,120	1,045	3,619	95,442	1,042	3,610	0,26%	0,77%

Fonte: A autora.

Tabela 4.3 - Contração volumétrica calculada baseada no parâmetro de rede para picos de DRX da Ag.

h k l	2 θ	d (Å)	a (Å)	2 θ	d (Å)	a (Å)	d contração (%)	Contração volumétrica (%)
	experimental a 25°C			experimental a -150°C				
1 1 1	38,085	2,363	4,093	38,227	2,354	4,078	0,36%	1,08%
2 0 0	44,262	2,046	4,093	44,404	2,040	4,080	0,30%	0,92%
2 2 0	64,391	1,447	4,093	64,647	1,442	4,078	0,35%	1,07%
3 1 1	77,382	1,233	4,090	77,697	1,229	4,076	0,34%	1,03%
2 2 2	81,546	1,180	4,089	81,867	1,177	4,076	0,32%	0,98%
4 0 0	97,855	1,023	4,091	98,290	1,019	4,077	0,33%	1,00%

Fonte: A autora.

A Tabela 4.4 apresenta os valores de redução de laminação cumulativa, micro deformação, tamanho de cristalito e densidade de discordância para as amostras laminadas a TA e TC. O parâmetro tamanho de cristalito não muda para este elevado grau de redução (~99%), então é alcançado um estado de tamanho de grão estável. No entanto, observa-se um aumento mais significativo na densidade de discordâncias, especialmente para a prata, de menor EFE. Este fenômeno pode ser explicado pela menor recuperação dinâmica devido à menor EFE.

Tabela 4.4 – Parâmetros obtidos da DRX de amostras de Cu e Ag laminadas a TA e TC.

	Redução de laminação cumulativa	Micro deformação < ϵ >	Tamanho de cristalito (nm)	Densidade de discordâncias – ρ (m ⁻²)
Cobre TA	0,98	$6,01 \times 10^{-4}$	6,78	$1,20 \times 10^{15}$
Cobre TC	0,98	$1,88 \times 10^{-3}$	7,16	$3,57 \times 10^{15}$
Prata TA	0,99	$8,08 \times 10^{-5}$	6,00	$1,61 \times 10^{14}$
Prata TC	0,98	$1,74 \times 10^{-4}$	5,95	$8,88 \times 10^{15}$

Fonte: A autora.

A Tabela 4.5 contém a faixa de valores calculados para o número de lacunas em equilíbrio em TA e TC. Pode-se observar que o alumínio, de maior EFE consegue manter em sua estrutura muito mais lacunas que o cobre e a prata, sobretudo em TC. Os valores calculados servem apenas para comparação, visto que, quando deformados criogenicamente, há a tendência de geração de mais defeitos nos metais, especialmente lacunas, segundo SU *et al.* (2012).

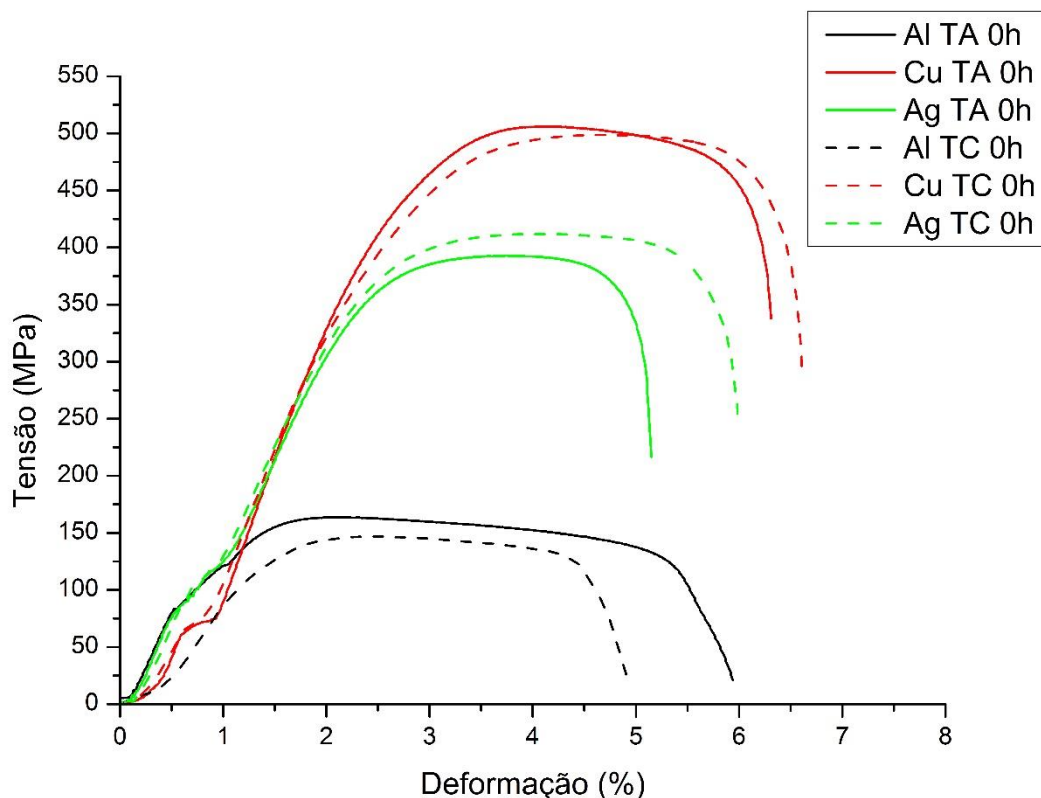
Tabela 4.5 – Número de lacunas em equilíbrio em TA e TC.

	Número de lacunas/cm³ em TA		Número de lacunas/cm³ em TC	
<i>Alumínio</i>	2,7x10 ⁹ a	1,9x10 ¹⁰	1,2x10 ⁻²⁹ a	2,3x10 ⁻²⁶
<i>Cobre</i>	1,8x10 ⁻¹ a	1,0x10 ⁶	2,1x10 ⁻⁶⁹ a	3,1x10 ⁻⁴³
<i>Prata</i>	1,5x10 ⁴ a	3,3x10 ⁵	6,2x10 ⁻⁵⁰ a	1,1x10 ⁻⁴⁴

Fonte: A autora.

Os testes de tração feitos comparando-se as chapas laminadas à TC e a TA não apresentaram diferença significativa para o cobre. Para a prata, nota-se que a prata laminada à TA apresenta menor alongamento e menor resistência, como pode ser observado na Figura 4.10. Já para o alumínio, tem-se um comportamento inverso ao esperado, pois o alumínio laminado à TA exibiu maior resistência e alongamento que o laminado à TC.

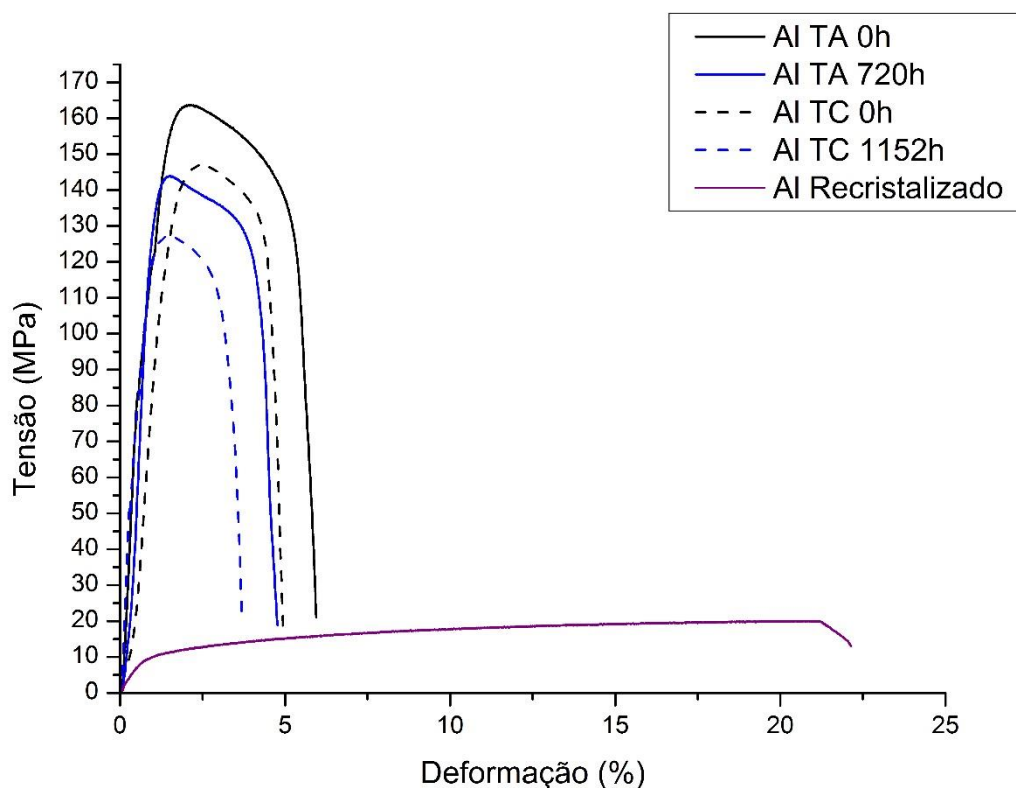
Figura 4.10 – Gráficos de tração de Al, Cu e Ag.



Fonte: A autora.

O alumínio laminado à TA apresentou resultados superiores ao laminado à TC, tanto limite de escoamento e resistência, quanto alongamento maiores, comportamento este, que é o inverso do esperado. Na Figura 4.11, pode-se notar a diferença com maior facilidade, atentando-se para o fato que quando os CP's foram ensaiados após serem mantidos por várias horas à TA, houve leve diminuição da tensão de escoamento e do alongamento. A diminuição da tensão de escoamento é esperada, pois como já foi mostrado anteriormente, o alumínio laminado criogenicamente apresentou uma queda de dureza de 26% após envelhecimento de 720h em TA, mas esperava-se que após sua recuperação, este aumentasse a porcentagem de deformação. Comparando os resultados para as chapas de alumínio após laminação com a chapa após recristalização, pode-se notar que a tensão de escoamento e resistência são superiores em mais de 100 MPa, mas o alongamento é aproximadamente 4 vezes menor.

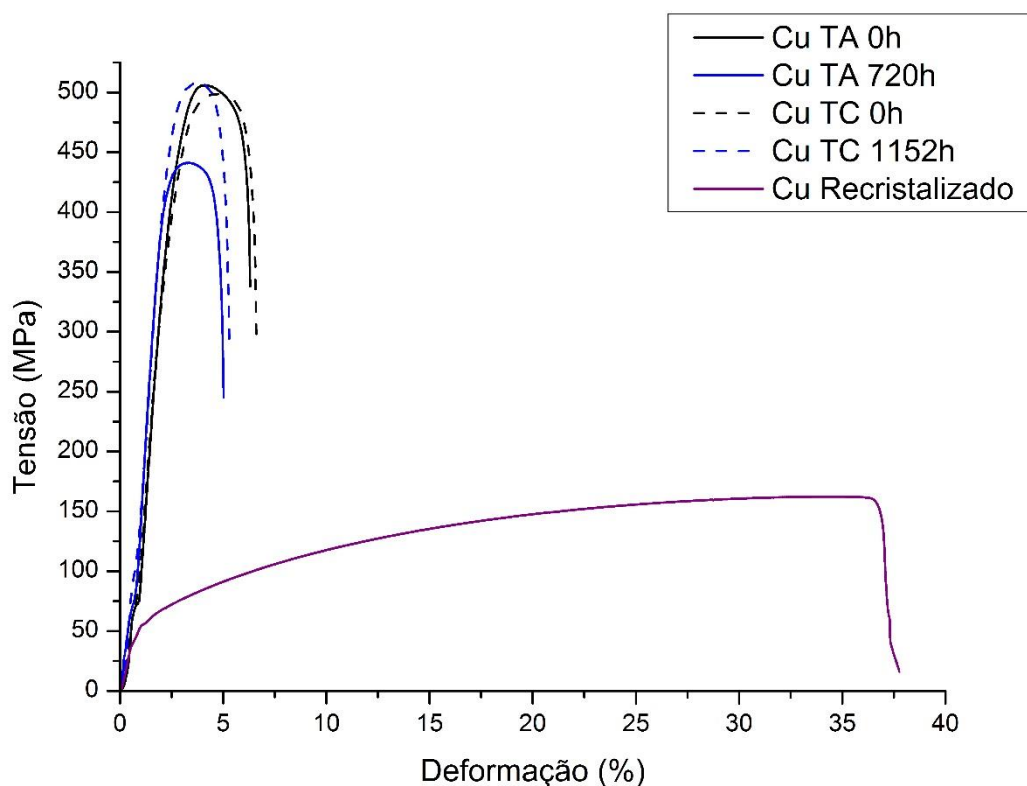
Figura 4.11 – Gráficos de tração para o alumínio.



Fonte: A autora.

O cobre laminado à TA apresentou diminuição em seu alongamento e na sua tensão de escoamento, como pode ser observado na Figura 4.12 enquanto que o cobre laminado à TC teve apenas seu alongamento reduzido. Estudos de KON'KOVA; MIRONOV, S. Y.; KORZNIKOV, A. V. (2010); KONKOVA *et al.* (2010a); LI, W. *et al.* (2014) e WANG, Y.; JIAO; MA, E. (2003) comprovam que o cobre quando deformado à TA tem como mecanismo de deformação dominante, o escorregamento, mas que, quando deformado à TC, pode apresentar maclação. Após envelhecimento à TA, o cobre laminado à TA apresentou diminuição na sua tensão de escoamento devido à recuperação estática de seus defeitos, já o cobre laminado à TC, apresentou redução de alongamento, mas não teve sua tensão de escoamento reduzida, provavelmente porque as maclas permanecem na estrutura. Pelos gráficos, pode-se notar também que o cobre recristalizado apresenta tensão de escoamento pelo menos 8x menor, mas seu alongamento é aproximadamente 7x maior, indicando que após a laminação há ganho de resistência, mas perda de alongamento.

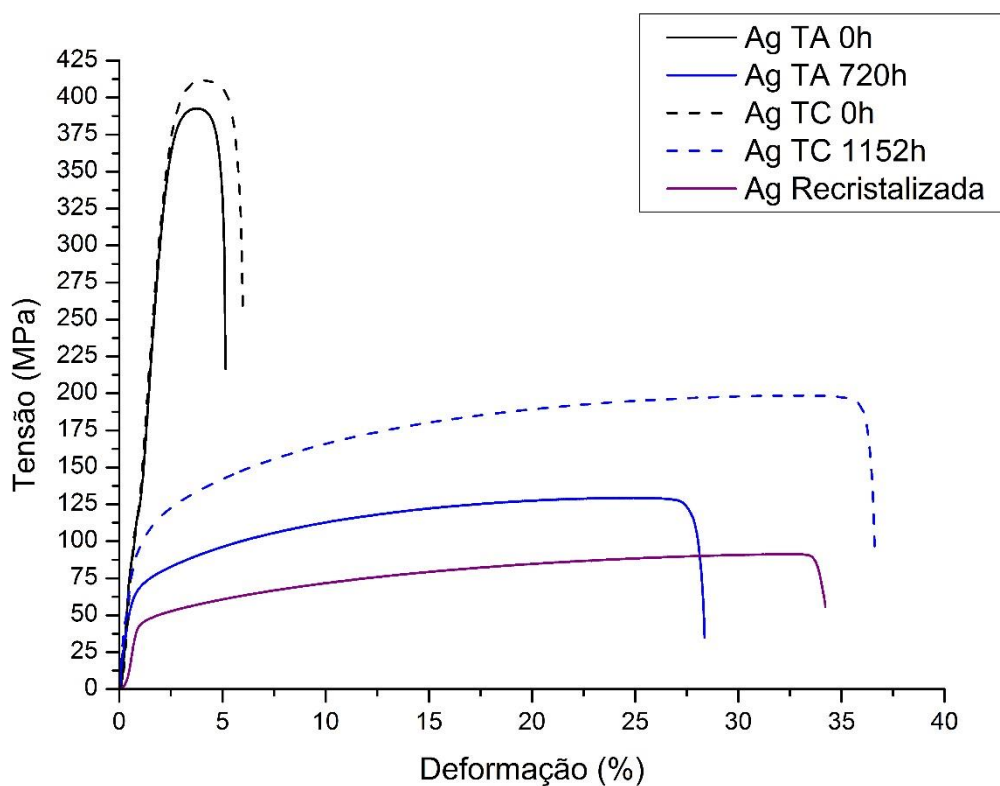
Figura 4.12 – Gráficos de tração para o cobre.



Fonte: A autora.

Observou-se também que para a prata após a laminação, tanto à TA quanto à TC, os CP's mantidos à TA foram ensaiados após várias horas e ambos apresentaram uma queda considerável de resistência e um grande aumento de deformação, como se pode notar por meio da Figura 4.13. A partir desta pesquisa, não foi possível determinar o tempo a partir do qual esta mudança de comportamento das curvas tensão x deformação começa a ocorrer e não se sabe exatamente os fenômenos envolvidos para que isto ocorra. Esperava-se uma queda considerável no valor de limite de escoamento (visto que a dureza caiu 45,8% em menos de 24h) e um aumento na % de deformação, que são causados pela recristalização estática à TA, mas a porcentagem de deformação foi de 3-6% para aproximadamente 35%, uma deformação de quase 30% superior, indicando que ocorreram extensas recuperação e recristalização estáticas do material. Comparando os resultados dos corpos de prova de prata ensaiados após envelhecimento à TA com o resultado da prata recristalizada, pode-se dizer que a prata recristalizou em TA após a laminação.

Figura 4.13 – Gráfico de tração para a prata laminada e mantida à temperatura ambiente.



Fonte: A autora.

A prata laminada criogenicamente apresentou maior alongamento e maior resistência que a prata laminada em TA e a prata recristalizada, portanto pode-se dizer que a laminação criogênica é interessante para os materiais de baixa EFE, pois após envelhecimento à TA, a resistência da prata deformada à TC é consideravelmente maior, aproximadamente 198 N/mm² comparada a 129 N/mm², ou seja, aproximadamente 53% superior, somado à um alongamento 29% maior, como pode observado através dos dados apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Dados de tração para Al, Cu e Ag.

	<i>Limite de resistência à tração (MPa)</i>	<i>Deformação (%)</i>	<i>% de aumento de tensão em relação ao metal recristalizado</i>	<i>% aumento de deformação em relação ao metal recristalizado</i>	<i>% de aumento de LRT (TC em relação a TA)</i>	<i>% aumento de deformação (TC em relação a TA)</i>
<i>Al recristalizado</i>	20,06	22,14				
<i>Al RT 0h</i>	163,78	5,94	717%	-73%	-10%	-17%
<i>Al CT 0h</i>	147,00	4,95	633%	-78%		
<i>Al RT 720h</i>	143,92	4,77	618%	-78%	-12%	-23%
<i>Al CT 1200h</i>	127,33	3,69	535%	-83%		
<i>Cu recristalizado</i>	162,40	37,76				
<i>Cu RT 0h</i>	506,05	6,31	212%	-83%	-1%	5%
<i>Cu CT 0h</i>	498,75	6,61	207%	-82%		
<i>Cu RT 720h</i>	441,16	5,02	172%	-87%	15%	5%
<i>Cu CT 1200h</i>	508,08	5,29	213%	-86%		
<i>Ag recristalizada</i>	91,30	34,21				
<i>Ag RT 0h</i>	392,85	5,15	330%	-85%	5%	16%
<i>Ag CT 0h</i>	411,86	5,99	351%	-82%		
<i>Ag RT 720h</i>	129,44	28,37	42%	-17%	53%	29%
<i>Ag CT 1200</i>	198,66	36,62	118%	7%		

Fonte: A autora.

Os dados Tabela 4.6 mostram se houve aumento ou diminuição de tensão e deformação comparando o material laminado em TA ou TC e em relação ao metal recristalizado. Observa-se que para o alumínio, há redução de tensão e de alongamento quando o mesmo é deformado em TC, indicando que não há vantagem de utilizar este processo para este material. Para o cobre logo após a laminação, tem-se apenas um aumento de 5% no alongamento, mas após envelhecimento em TA, o cobre laminado em TC apresentou uma tensão máxima 15% maior que o cobre laminado em TA. Em relação ao material recristalizado, todos apresentaram maior LRT, mas apenas a prata laminada criogenicamente e envelhecida em TA apresentou maior alongamento, como foi discutido anteriormente.

Nos ensaios de tração, notou-se que a maioria dos corpos de prova romperam em um ângulo de aproximadamente 45° (que é uma característica de fratura dúctil), como mostra a Figura 4.14, pois a tensão resolvida crítica é maior para ângulos próximos a este valor.

Figura 4.14 – Corpo de prova de Al após o ensaio de tração.



Fonte: A autora.

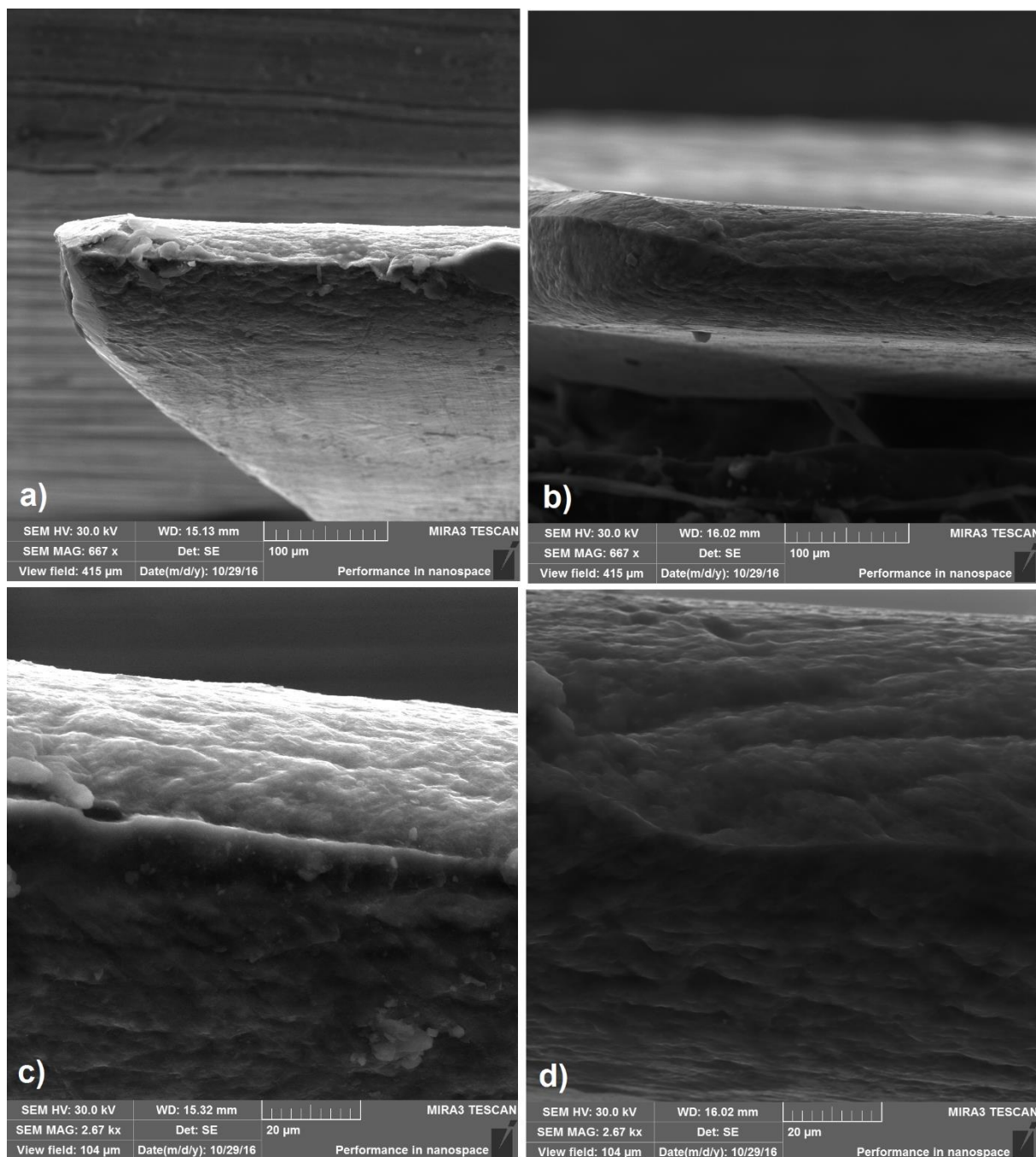
Fez-se a microscopia eletrônica da superfície das amostras após os ensaios de tração e, a partir das imagens a seguir, pode-se notar que para todos os materiais investigados, as fraturas são tipicamente dúcteis, pois apresentam grande redução de área e há a presença de “dimples” que caracterizam fraturas dúcteis.

Durante a deformação, microcavidades são formadas pela nucleação e coalescimento de microvazios, que por sua vez, se formam devido à descontinuidade localizada de deformação (causada por: empilhamento de discordâncias, partículas de segunda fase, inclusões, contorno de grão). As microcavidades são chamadas de “dimples” (do inglês, “covinhas”), devido à sua forma. O tamanho das microcavidades é governado pelo número e distribuição de microvazios que são nucleados. Já sua morfologia (profundidade, alongado ou arredondado, entre outros) depende do estado de tensões no interior do material ao longo do processo de deformação. (ASM HANDBOOK COMMITTEE, 1987; CAHN; HAASEN, Peter, 1996b; MEYERS; CHAWLA, 2009)

Outras características de fraturas dúcteis são: a redução da seção transversal tendendo a zero e cisalhamento ao longo do plano de máximo cisalhamento. (MEYERS; CHAWLA, 2009)

Analisando-se a Figura 4.15, pode-se constatar que a fratura do alumínio é muito dúctil, visto que a superfície de fratura reduziu a tal ponto que só se observa uma borda estreita, onde ocorreu a fratura, tanto para a chapa laminada a TA quanto à TC.

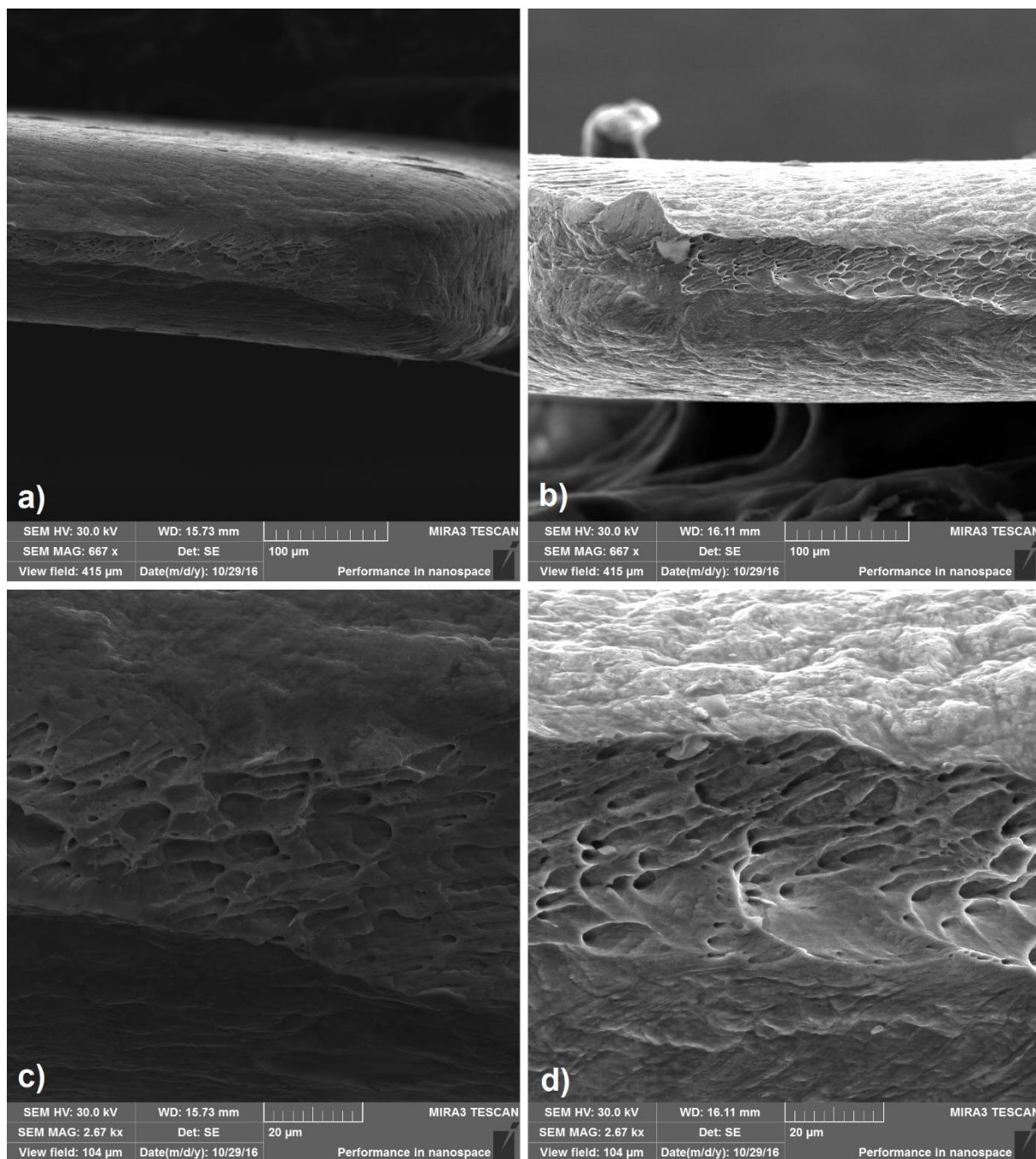
Figura 4.15 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de alumínio laminados: a) temperatura ambiente b) temperatura criogênica c) temperatura ambiente com maior aumento d) temperatura criogênica com maior aumento.



Fonte: A autora.

Pela Figura 4.16, não se pode notar diferença significativa entre a superfície de fratura das chapas de cobre laminadas à TA e à TC.

Figura 4.16 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de cobre laminados: a) temperatura ambiente b) temperatura criogênica c) temperatura ambiente com maior aumento d) temperatura criogênica com maior aumento.

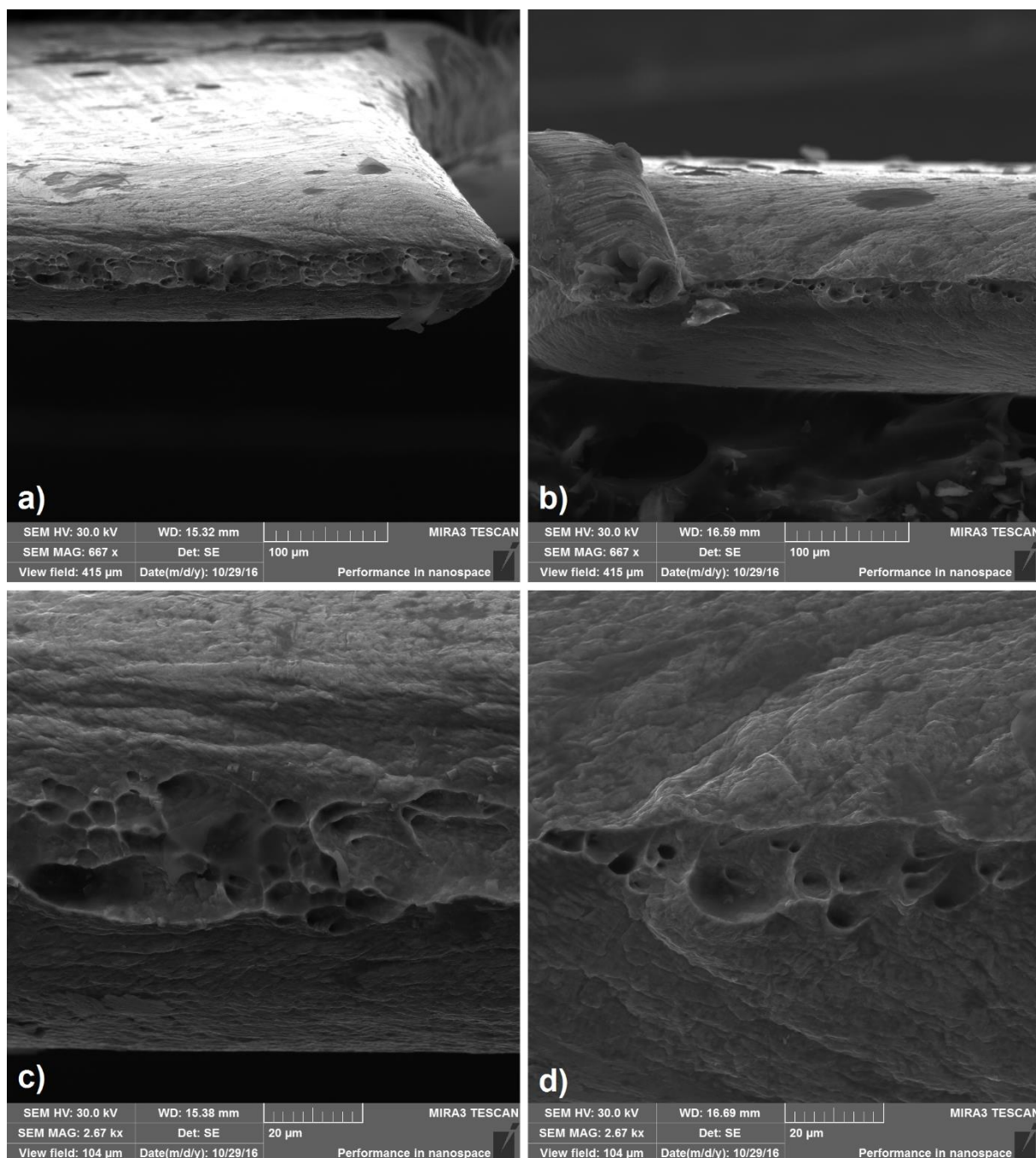


Fonte: A autora.

Na Figura 4.17, pode-se observar que o CP de prata laminado à TC apresenta uma área um pouco menor que o laminado à TA. Isto pode se explicar devido à maior eficiência da supressão da recuperação dinâmica durante a deformação à TC da prata (quando comparada com alumínio e cobre), pois ela possui baixa EFE e a deformação tende a ocorrer de maneira mais homogênea. Quando tracionado, o CP da prata

laminada a TC que deve ter se deformado de maneira mais uniforme, consegue ter uma maior deformação até sua falha.

Figura 4.17 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de prata laminados: a) temperatura ambiente b) temperatura criogênica c) temperatura ambiente com maior aumento d) temperatura criogênica com maior aumento.



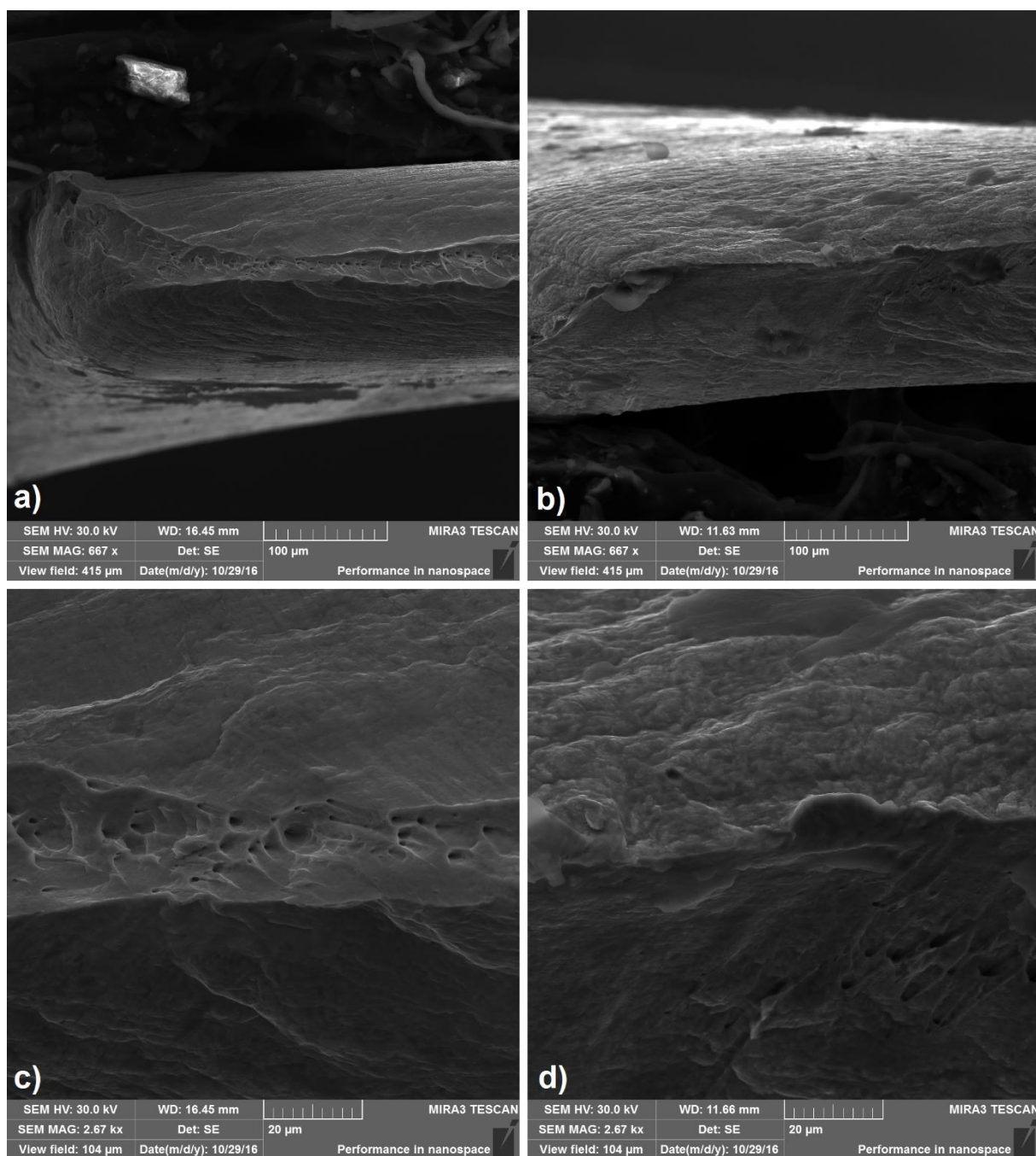
Fonte: A autora.

Fez-se o ensaio de tração dos CP's laminados criogenicamente, retirados do NL e mantidos em TA por aproximadamente 1152h (48 dias) e dos laminados à TA e

mantidos nesta temperatura por aproximadamente 720h (30 dias). O alumínio não apresentou mudanças significativas, pois as superfícies de fratura continuaram sendo apenas bordas estreitas, ou seja, ele apresentou estrição intensa.

É importante ressaltar que durante a laminação, observou-se que chapas com menor espessura final eram mais fáceis de serem obtidas para materiais mais moles (alumínio, prata e cobre, nesta ordem) e, portanto, uma menor superfície de fratura não indica necessariamente que o material é mais dúctil, em outras palavras, apenas pela superfície de fratura não se pode constatar que a ductilidade de determinado material é maior ou menor.

Figura 4.18 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de cobre laminados: a) temperatura ambiente após 1152h de exposição a TA b) temperatura criogênica após 720h de exposição a TA c) temperatura ambiente após 1152h de exposição a TA com maior aumento d) temperatura criogênica após 720h de exposição a TA com maior aumento.



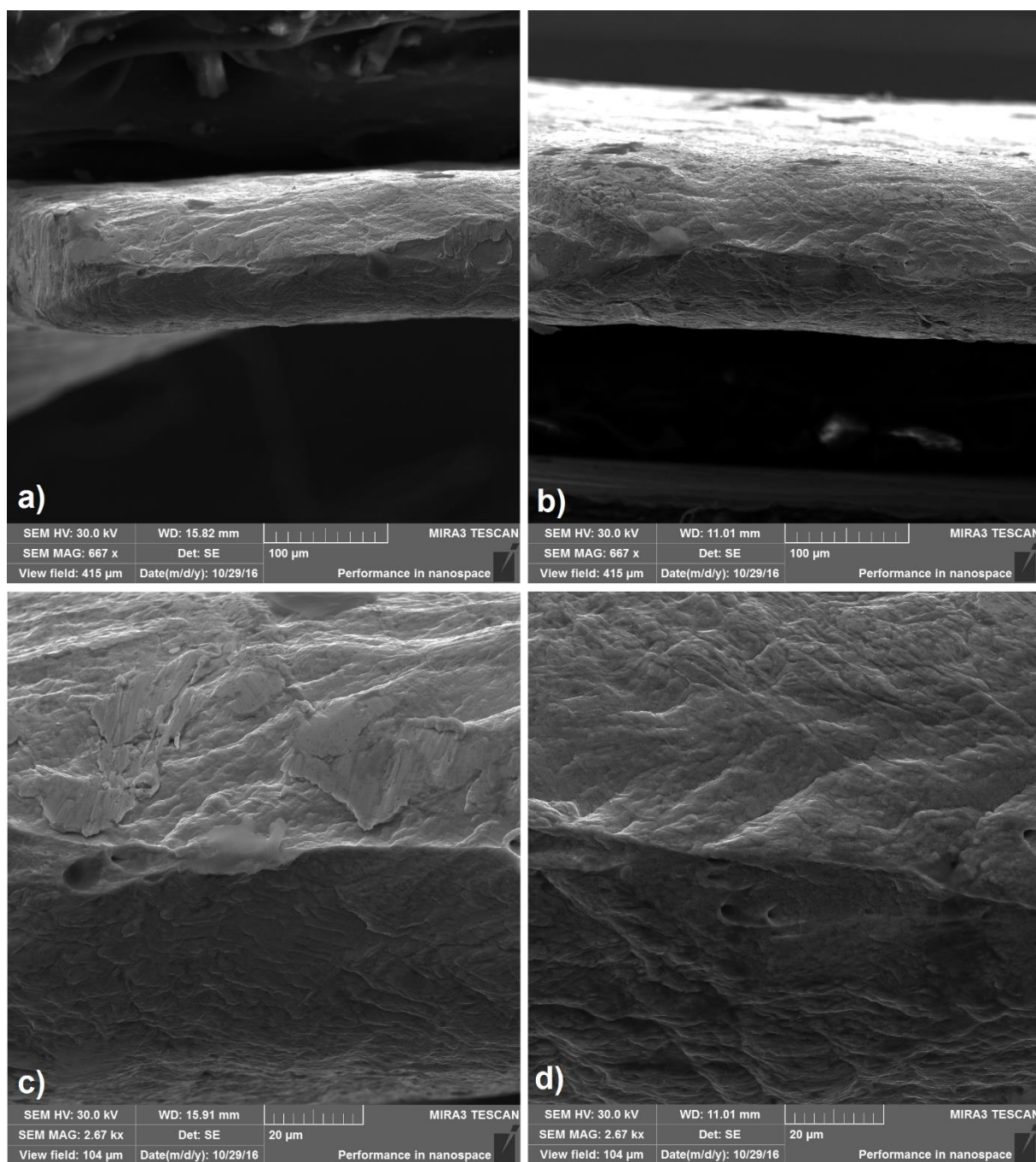
Fonte: A autora.

Embora pelos dados dos ensaios de tração não se perceba uma maior deformação, as amostras de cobre após exposição de pelo menos 30 dias à TA apresentaram uma área de fratura menor quando comparadas às amostras ensaiadas logo após a laminação, como mostrado na Figura 4.18. Acredita-se que isto ocorreu

porque durante este tempo de exposição, houve recuperação do material altamente deformado, possibilitando uma maior deformação nos ensaios que se seguiram.

Como o cobre possui média EFE, é possível que à temperatura ambiente ele forme estruturas de discordâncias (como células de discordâncias) e apresente uma deformação menos uniforme durante a laminação, acarretando em uma área maior (menor deformação) durante o ensaio de tração, mesmo após recuperação à TA, quando comparado com o mesmo material laminado criogenicamente (deformação prévia mais homogênea).

Figura 4.19 – MEV da fratura dos corpos de prova de tração de prata laminados: a) temperatura ambiente após 1152h de exposição a TA b) temperatura criogênica após 720h de exposição a TA c) temperatura ambiente após 1152h de exposição a TA com maior aumento d) temperatura criogênica após 720h de exposição a TA com maior aumento.



Fonte: A autora.

Observando-se a Figura 4.19, pode-se dizer que não há diferença significativa na superfície de fratura dos CP's da prata deformada em TA e TC após envelhecimento à TA, o que era esperado, visto que a deformação de ambos foi muito grande.

5 CONCLUSÕES

As principais conclusões deste trabalho são:

- a) Os maiores valores de dureza, somados à maior carga de laminação e aumento de temperatura durante a laminação para o alumínio, o cobre e a prata laminados à temperatura criogênica indicam eficiência da diminuição da temperatura para manter os defeitos nos materiais e através dos cálculos da densidade de discordâncias a partir dos dados de raios-X, notou-se que quando deformados em TC, tanto prata quanto cobre apresentaram maior densidade de discordâncias;
- b) Alumínio, cobre e prata, quando mantidos por algumas horas à temperatura ambiente, após terem sido laminados à temperatura criogênica apresentaram queda considerável de dureza, maior para a prata de menos EFE e menor para o Al, de maior EFE, podendo sugerir que houve recuperação e/ou recristalização estática;
- c) A partir dos resultados das curvas de tração, pode-se concluir que todos os materiais tendem a ter sua tensão de escoamento reduzida após um tempo exposto à temperatura ambiente, sendo a prata a que apresentou comportamento mais peculiar, pois diminuiu consideravelmente a tensão de escoamento e teve um aumento de 29% no alongamento, indicando que ocorreu recristalização estática. Este fato é corroborado quando se compara a curva de tração da prata laminada criogenicamente após envelhecimento em temperatura ambiente com a curva da prata recristalizada;
- d) Os dados de tração e dureza indicam que a laminação criogênica não é muito interessante para metais de alta e média EFE, pois não há ganhos muito significativos de dureza final, limite de resistência à tração, limite de escoamento e alongamento, mas é atraente para metais de baixa EFE, como a prata, pois há um aumento do LRT em aproximadamente 53% em relação à laminação à temperatura ambiente, além do ganho em alongamento citado acima;
- e) As imagens de microscopia eletrônica de varredura das superfícies de fratura das amostras mostram características de fratura dúctil, visto que há redução da área da fratura tendendo a zero, “dimples” (microcavidades) e fraturas a 45° (maior tensão de cisalhamento), além disso, as áreas das superfícies de fratura das amostras laminadas criogenicamente tendem a ser menores, indicando características de maior ductilidade em relação às mesmas laminadas em TA.

REFERÊNCIAS

- AGUIAR, D. J. M. De. **Estudo da formação e reversão de martensita induzida por deformação na austenita de dois aços inoxidáveis duplex**. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2012.
- AHLERS, M. Stacking fault energy and mechanical properties. **Metallurgical transactions**, 1970. v. 1, n. 9, p. 2415–2428.
- ARGON, A. S.; HAASEN, P. A new mechanism of work hardening in the late stages of large strain plastic flow in f.c.c. and diamond cubic crystals. **Acta metallurgica et materialia**, 1993. v. 41, n. 11, p. 3289–3306.
- ASM HANDBOOK COMMITTEE. Fractography. **Asm handbook**. [S.l.]: ASM International, 1987, V. 12, p. 857.
- ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE. Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials. **Asm metals handbook**. 10. ed. [S.l.]: ASM International, 1990, V. 2, p. 3470.
- AZUSHIMA, A. *et al.* Severe plastic deformation (spd) processes for metals. **Cirp annals - manufacturing technology**, 2008. v. 57, n. 2, p. 716–735.
- 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**. São Paulo: USP, 1985.
- CAHN, R. W.; HAASEN, P. **Physical metallurgy**. Fourth ed. Amsterdam: North-Holland Physics Publication, 1996a. V. 1.
- _____; _____. **Physical metallurgy**. Fourth ed. Amsterdam: North-Holland Physics Publication, 1996b.
- CAMILLO, D. C. **Estudo da laminação criogênica e do envelhecimento natural na liga aa7050: microestrutura e propriedades**. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2013. ISBN 9788578110796.
- CAMPOS, M. F. De; FARIAS, M. C. M.; PADILHA, A. F. **Uma compilação crítica de valores de energia de defeito de empilhamento para diversos metais**. [S.l.]: [s.n.], 2016.
- CARTER, C. B.; HOLMES, S. M. The stacking-fault energy of nickel. **Philosophical magazine**, 1977. v. 35, n. 5, p. 1161–1172.
- _____; RAY, I. L. F. On the stacking-fault energies of copper alloys. **Philosophical magazine**, 1977. v. 35, n. 1, p. 189–200.
- COCKAYNE, D. J.; JENKINS, M. L.; RAY, I. L. F. The measurement of stacking-fault energies of pure face-centred cubic metals. **Philosophical magazine**, 1971. v. 24, n. 192, p. 1383–1392.

CRAMPIN, S. *et al.* The calculation of stacking fault energies in close-packed metals. **Journal of materials research**, 1990. v. 5, n. 10, p. 2107–2119.

DIETER, G. E. **Metalurgia mecânica**. 2. ed. [S.l.]: [s.n.], 1982.

DILLAMORE, I. L.; SMALLMAN, R. E. The stacking-fault energy of f.c.c. metals. **Philosophical magazine**, 1965. v. 12, n. 115, p. 191–193. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14786436508224959>>.

_____; _____. ROBERTS, W. T. A determination of the stacking-fault energy of some pure f.c.c. metals. **Philosophical magazine**, 1964. v. 9, n. 99, p. 517–526.

EDALATI, K.; HORITA, Z. Continuous high-pressure torsion. **Journal of materials science**, 2010. v. 45, n. 17, p. 4578–4582.

_____; _____. Significance of homologous temperature in softening behavior and grain size of pure metals processed by high-pressure torsion. **Materials science and engineering a**, 2011. v. 528, n. 25–26, p. 7514–7523. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.080>>.

EL-DANAF, E. A.; SOLIMAN, M. S.; AL-MUTLAQ, A. A. Correlation of grain size , stacking fault energy , and texture in cu-al alloys deformed under simulated rolling conditions. **Advances in materials science and engineering**, 2015. v. 2015, p. 12. Disponível em: <<http://www.hindawi.com/journals/amse/2015/953130/>>.

EL-DANAF, E.; KALIDINDI, S. R.; DOHERTY, R. D. Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in fcc metals. **Metallurgical and materials transactions a**, 1999. v. 30, n. 5, p. 1223–1233. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-999-0272-9>>.

FERREIRA, R. A. S. **Conformação plástica fundamentos metalúrgicos e mecânicos**. 2. ed. Recife: Editora Universitária da UFPE, 2010.

GALLEGO, M. L. **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**. São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 1989.

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**, 2013. v. 583, p. 199–204.

HOWIE, A.; SWANN, P. R. Direct measurements of stacking-fault energies from observations of dislocation nodes. **Philosophical magazine**, out. 1961. v. 6, n. 70, p. 1215–1226. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14786436108243372>>.

HULL, D.; BACON, D. J. **Introduction to dislocations**. Fourth ed. [S.l.]: Elsevier, 2001.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2. ed. [S.l.]: Elsevier, 2004.

JENKINS, M. L. Measurement of the stacking-fault energy of gold using the weak-beam technique of electron microscopy. **Philosophical magazine**, 20 set. 1972. v. 26, n. 3, p. 747–751. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14786437208230118>>.

KALIDINDI, S. Modeling the strain hardening response of low sfe fcc alloys. **International journal of plasticity**, 1998. v. 14, n. 12, p. 1265–1277.

KAWASAKI, M.; AHN, B.; LANGDON, T. G. Effect of strain reversals on the processing of high-purity aluminum by high-pressure torsion. **Journal of materials science**, 2010. v. 45, n. 17, p. 4583–4593.

_____; LANGDON, T. G. The significance of strain reversals during processing by high-pressure torsion. **Materials science and engineering a**, 2008. v. 498, n. 1–2, p. 341–348.

KHATIBI, G. *et al.* High cycle fatigue behaviour of copper deformed by high pressure torsion. **International journal of fatigue**, 2010. v. 32, n. 2, p. 269–278. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2009.06.017>>.

KONKOVA, T. N.; MIRONOV, S. Y.; KORZNIKOV, A. V. Severe cryogenic deformation of copper. **The physics of metals and metallography**, 2010. v. 109, n. 2, p. 171–176.

KONKOVA, T. *et al.* Microstructural response of pure copper to cryogenic rolling. **Acta materialia**, 2010a. v. 58, n. 16, p. 5262–5273. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2010.05.056>>.

_____, *et al.* Microstructure instability in cryogenically deformed copper. **Scripta materialia**, 2010b. v. 63, n. 9, p. 921–924. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.07.005>>.

KUHLMANN-WILSDORF, D. Questions you always wanted (or should have wanted) to ask about workhardening. **Mat res innovat**, 1998. v. 1, p. 265–297.

LAPEIRE, L. *et al.* Texture comparison between room temperature rolled and cryogenically rolled pure copper. **Acta materialia**, 2015. v. 95, p. 224–235. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645415003560>>.

LI, W. *et al.* Generalized stacking fault energies of alloys. **Journal of physics. condensed matter : an institute of physics journal**, 2014. v. 26, n. 26, p. 265005. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/24903220>>.

LIU, L. H. *et al.* The possibilities to lower the stacking fault energies of aluminum materials investigated by first-principles energy calculations. **Computational materials science**, 2015. v. 108, p. 136–146. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927025615003742>>.

LU, Y.; MA, R.; WANG, Y. N. Texture evolution and recrystallization behaviors of Cu–Ag alloys subjected to cryogenic rolling. **Transactions of nonferrous metals society of china (english edition)**, 2015. v. 25, n. 9, p. 2948–2957.

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**, 2014. v. 593, p. 1–7. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.017>>.

MEYERS, M. A; HRINGER, O. V; LUBARDA, V. A. The onset of twinning in metals: a constitutive description. **Acta mater**, 2001. v. 49, p. 4025–4039. Disponível em: <www.elsevier.com/locate/actamat>.

MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical behavior of materials**. [S.l.]: [s.n.], 2009.

MILLS, M. J.; STADELMANN, P. A study of the structure of lomer and 60° dislocations in aluminium using high-resolution transmission electron microscopy. Cambridge: **Philosophical magazine a**, set. 1989. v. 60, n. 3, p. 355–384. Disponível em: <<http://ebooks.cambridge.org/ref/id/CBO9781107415324A009>>.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades**. [S.l.]: [s.n.], 2000.

RANGARAJU, N. *et al.* Effect of cryo-rolling and annealing on microstructure and properties of commercially pure aluminium. **Materials science and engineering a**, 2005. v. 398, n. 1–2, p. 246–251.

REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R. **Physical metallurgy principles**. 4. ed. [S.l.]: Cengage Learning, 2009. V. 4.

RÉMY, L.; PINEAU, A. Twinning and strain-induced f.c.c. to h.c.p. transformation on the mechanical properties of conicrmo alloys. **Materials science and engineering**, 1976. v. 26, n. 1, p. 123–132.

SARMA, V. S. *et al.* Role of stacking fault energy in strengthening due to cryo-deformation of fcc metals. **Materials science and engineering a**, 2010. v. 527, n. 29–30, p. 7624–7630.

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

SU, L. H. *et al.* Study of vacancy-type defects by positron annihilation in ultrafine-grained aluminum severely deformed at room and cryogenic temperatures. **Acta materialia**, 2012. v. 60, n. 10, p. 4218–4228.

TEUTONICO, L. J. The dissociation of dislocations on {112} planes in anisotropic b.c.c. crystals. **Acta metallurgica**, 1965. v. 13, n. June, p. 605–610.

THORNTON, P. R.; HIRSCH, P. B. The effect of stacking fault energy on low temperature creep in pure metals. **Philosophical magazine**, jul. 1958. v. 3, n. 31, p. 738–761. Disponível em: <<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14786435808237010>>.

VERLINDEN, B. *et al.* **Thermo-mechanical processing of metallic materials**. [S.l.]: [s.n.], 2007.

WANG, Y.; JIAO, T.; MA, E. Dynamic processes for nanostructure development in cu after severe cryogenic rolling deformation. **Materials transactions**, 2003. v. 44, n. 10, p. 1926–1934.

XU, C.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. The evolution of homogeneity in processing by high-pressure torsion. **Acta materialia**, 2007. v. 55, n. 1, p. 203–212.

ZEHETBAUER, M. Cold work hardening in stages iv and v of f.c.c. metals-ii. model fits and physical results. **Acta metallurgica et materialia**, 1993. v. 41, n. 2, p. 589–599.

_____; SEUMER, V. Cold work hardening in stages iv and v of f.c.c. metals-i. experiments and interpretation. **Acta metallurgica et materialia**, 1993. v. 41, n. 2, p. 577–588.

ZHANG, K.; WEERTMAN, J. R. Microstructural changes produced by fatigue in high-purity copper severely deformed by cryogenic rolling. **Metallurgical and materials transactions a: physical metallurgy and materials science**, 2009. v. 40, n. 10, p. 2255–2263.

APÊNDICE A – Tabela com os dados da laminação criogênica do alumínio.

<i>Passe nº</i>	<i>h₀ (mm)</i>	<i>h_f (mm)</i>	<i>% de red. por passe</i>	<i>% de redução acumulado</i>	<i>Arco</i>	<i>Fator Δ por passe</i>	<i>Esp (ε) acumulado</i>	<i>nº de voltas</i>	<i>Graduação</i>
1	5,09	4,72	7	7	6,321	0,775936662	0,075469	10	80
2	4,72	4,19	11	18	7,566	0,588840802	0,1945771	10	60
3	4,19	3,79	10	26	6,573	0,607059168	0,2949118	10	40
4	3,79	3,20	16	37	7,982	0,437833811	0,464127	10	20
5	3,20	2,70	16	47	7,348	0,401444152	0,6340261	10	0
6	2,70	2,23	17	56	7,125	0,345984081	0,8252762	10	80
7	2,23	1,70	24	67	7,566	0,259724394	1,0966496	10	60
8	1,70	1,21	29	76	7,275	0,200010629	1,4366575	10	40
9	1,21	0,72	40	86	7,275	0,132653098	1,9557819	10	20
10	0,72	0,16	78	97	7,777	0,056577895	3,4598593	10	0
11	0,16	0,08	50	98	2,939	0,040824829	4,1530065	1	-

APÊNDICE B – Tabela com os dados da laminação criogênica do cobre.

<i>Passe nº</i>	<i>h₀ (mm)</i>	<i>h_f (mm)</i>	<i>% de red. por passe</i>	<i>% de redução acumulado</i>	<i>Arco</i>	<i>Fator Δ por passe</i>	<i>Esp (ε) acumulado</i>	<i>nº de voltas</i>	<i>Graduação</i>
1	5,02	4,70	6	6	5,879	0,8267028	0,0658674	10	80
2	4,70	4,26	9	15	6,893	0,6498899	0,1641608	10	60
3	4,26	3,81	11	24	6,971	0,5787958	0,2758007	10	40
4	3,81	3,29	14	34	7,494	0,4737125	0,4225424	10	20
5	3,29	2,77	16	45	7,494	0,4043236	0,5945826	10	0
6	2,77	2,29	17	54	7,200	0,3513889	0,7848781	10	80
7	2,29	1,82	21	64	7,125	0,288437	1,0145934	10	60
8	1,82	1,28	30	75	7,637	0,2029658	1,3665699	10	40
9	1,28	0,76	41	85	7,494	0,1361089	1,8878668	10	20
10	0,76	0,31	59	94	6,971	0,0767424	2,7846129	10	0
11	0,31	0,22	29	96	3,118	0,0849988	3,1275577	1	-
12	0,22	0,10	55	98	3,600	0,0444444	3,916015	0	2 lâminas

APÊNDICE C – Tabela com os dados da laminação criogênica da prata.

<i>Passe nº</i>	<i>h₀ (mm)</i>	<i>h_f (mm)</i>	<i>% de red. por passe</i>	<i>% de redução acumulado</i>	<i>Arco</i>	<i>Fator Δ por passe</i>	<i>Esp (ϵ) acumulado</i>	<i>nº de voltas</i>	<i>Graduação</i>
1	4,98	4,76	4	4	4,874	0,9990926	0,0451822	10	80
2	4,76	4,30	10	14	7,048	0,6426987	0,1468149	10	60
3	4,30	3,81	11	23	7,275	0,5574179	0,2678007	10	40
4	3,81	3,28	14	34	7,566	0,4685613	0,4175865	10	20
5	3,28	2,77	16	44	7,422	0,4075946	0,5865826	10	0
6	2,77	2,31	17	54	7,048	0,3603653	0,7681824	10	80
7	2,31	1,80	22	64	7,422	0,2768948	1,0176432	10	60
8	1,80	1,26	30	75	7,637	0,2003469	1,3743182	10	40
9	1,26	0,75	40	85	7,422	0,1354157	1,893112	10	20
10	0,75	0,56	25	89	4,530	0,1445948	2,1852484	5	10
11	0,56	0,26	54	95	5,692	0,0720297	2,9525035	5	0
12	0,26	0,17	35	97	3,118	0,0689613	3,3773867	1	-
13	0,17	0,08	53	98	3,118	0,0400938	4,1311585	0	2 lâminas

APÊNDICE D – Tabela com os dados da laminação em temperatura ambiente do alumínio.

<i>Passe nº</i>	<i>h₀ (mm)</i>	<i>h_f (mm)</i>	<i>% de red. por passe</i>	<i>% de redução acumulado</i>	<i>Arco</i>	<i>Fator Δ por passe</i>	<i>Esp (ε) acumulado</i>	<i>nº de voltas</i>	<i>Graduação</i>
1	5,05	4,61	9	9	6,893	0,7006626	0,0911604	10	80
2	4,61	4,16	10	18	6,971	0,6290012	0,1938732	10	60
3	4,16	3,64	13	28	7,494	0,5204165	0,3274046	10	40
4	3,64	3,16	13	37	7,200	0,4722222	0,4688162	10	20
5	3,16	2,64	16	48	7,494	0,3869764	0,6486093	10	0
6	2,64	2,14	19	58	7,348	0,3252378	0,8585824	10	80
7	2,14	1,64	23	68	7,348	0,2571964	1,124692	10	60
8	1,64	1,14	30	77	7,348	0,189155	1,48836	10	40
9	1,14	0,65	43	87	7,275	0,1230306	2,0501712	10	20
10	0,65	0,21	68	96	6,893	0,0623778	3,180036	10	0
11	0,21	0,09	57	98	3,600	0,0416667	4,0273339	1	-
12	0,09	0,05	44	99	2,078	0,0336788	4,6151205	0	2 lâminas

APÊNDICE E – Tabela com os dados da laminação em temperatura ambiente do cobre.

<i>Passe nº</i>	<i>h₀ (mm)</i>	<i>h_f (mm)</i>	<i>% de red. por passe</i>	<i>% de redução acumulado</i>	<i>Arco</i>	<i>Fator Δ por passe</i>	<i>Esp (ε) acumulado</i>	<i>nº de voltas</i>	<i>Graduação</i>
1	5,10	4,70	8	8	6,573	0,745511259	0,081678	10	80
2	4,70	4,21	10	17	7,275	0,612403678	0,1917779	10	60
3	4,21	3,74	11	27	7,125	0,557925648	0,3101549	10	40
4	3,74	3,23	14	37	7,422	0,469575918	0,4567584	10	20
5	3,23	2,75	15	46	7,200	0,415277778	0,6176396	10	0
6	2,75	2,26	18	56	7,275	0,344348196	0,8138757	10	80
7	2,26	1,74	23	66	7,494	0,266880256	1,0753554	10	60
8	1,74	1,25	28	75	7,275	0,205509203	1,406097	10	40
9	1,25	0,76	39	85	7,275	0,138151672	1,9036774	10	20
10	0,76	0,30	61	94	7,048	0,075194327	2,8332133	10	0
11	0,30	0,20	33	96	3,286	0,076072577	3,2386785	1	-
12	0,20	0,10	50	98	3,286	0,045643546	3,9318256	0	2 lâminas

APÊNDICE F – Tabela com os dados da laminação em temperatura ambiente da prata.

<i>Passe nº</i>	<i>h₀ (mm)</i>	<i>h_f (mm)</i>	<i>% de red. por passe</i>	<i>% de redução acumulado</i>	<i>Arco</i>	<i>Fator Δ por passe</i>	<i>Esp (ε) acumulado</i>	<i>nº de voltas</i>	<i>Graduação</i>
1	4,98	4,66	6	6	5,879	0,81989865	0,0664144	10	80
2	4,66	4,19	10	16	7,125	0,621087042	0,1727292	10	60
3	4,19	3,73	11	25	7,048	0,56182931	0,2890217	10	40
4	3,73	3,22	14	35	7,422	0,468228498	0,4360485	10	20
5	3,22	2,70	16	46	7,494	0,394982779	0,6121781	10	0
6	2,70	2,21	18	56	7,275	0,337474979	0,8124374	10	80
7	2,21	1,71	23	66	7,348	0,266722216	1,0689365	10	60
8	1,71	1,22	29	76	7,275	0,201385272	1,406579	10	40
9	1,22	0,73	40	85	7,275	0,134027741	1,9201406	10	20
10	0,73	0,28	62	94	6,971	0,072439133	2,8783956	10	0
11	0,28	0,18	36	96	3,286	0,069986771	3,3202283	1	-
12	0,18	0,07	61	99	3,447	0,036266178	4,2646899	0	2 lâminas

APÊNDICE G – Dados de dureza para alumínio, cobre e prata, em função do tempo.

Tempo (h)	Ag	Cu	Al
0,5	71,9	137,5	35,8
2	74,8	135,2	37,0
3	69,0	131,2	32,9
4	67,8	110,8	31,5
6	61,5	107,6	29,8
7	66,1	101,6	28,7
8	56,3	98,6	28,1
10	54,6	98,4	26,4
24	53,5	98,3	26,2
48	49,4	98,3	26,1
72	37,2	98,3	26,3
168	36,8	98,3	25,3
504	34,6	96,4	26,9
720	39,0	95,9	26,5
% de queda de dureza	45,8%	30,3%	26,0%

Fonte: A autora.

