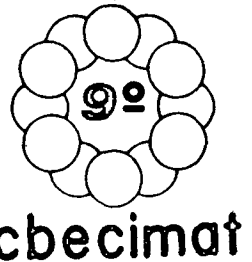




## TENSÕES RESIDUAIS & CRISTALITOS: DEFINIÇÃO E METODOS DE MEDIDA



H. G. Riella, L. G. Martinez, L. Guimarães - IPEN - CNEN -  
Caixa Postal 11040 - 05400 - São Paulo - Brasil  
N. I. Morimoto - LSI - EPUSP - Caixa Postal 8174 -  
01051 - São Paulo - Brasil

### Sumário

Na prática não existem materiais cristalinos livres de tensões residuais. O presente trabalho inicialmente define e descreve as diferentes condições de formação das tensões residuais e cristalitos em materiais policristalinos. Posteriormente, são analisados as inúmeras técnicas de medidas em metais ou cerâmicas. Finalmente enfocamos a técnica de difração de raios X para a determinação de tensões residuais e do tamanho de cristalito em filmes finos,  $TiSi_2$ ,  $HgO$ ,  $UO_2$ , cobre eletrolítico e tubos de aço inoxidável 304L.

### 1. INTRODUÇÃO

Mura [1] em seu livro sobre microplasticidade define tensão residual como "tensões internas existentes num material não submetido a forças externas". A atenção às tensões residuais não é recente. Desde 1899 recomendava-se o seu controle para aperfeiçoar o comportamento de canos de canhão. Os critérios que permitem o controle das tensões residuais envolvem fundamentalmente, considerações resultantes do processo de fabricação, desde as operações de informação, tratamento térmico até as de acabamento final.

A presença de tensões residuais podem manifestar-se durante a utilização subsequente da peça. Mecanicamente, as tensões residuais frequentemente levam a distorções nos fundidos ou mesmo a trincas, com ou sem aplicação de esforços externos.

Quando variações de temperatura provocam alterações dimensionais não uniformes, as deformações diferenciais resultantes causam tensões internas no material. Tais tensões são mais significativas nos materiais cerâmicos do que nos metálicos devido a falta de ductilidade que as alivia; em consequência trincas são mais frequentes...

A literatura americana classifica as tensões residuais, de acordo com a área ou volume do material sobre a qual elas atuam, basicamente em macro e microtensão. A microtensão consiste em uma tensão uniforme em distâncias relativamente grandes, isto é, na escala de grãos. Os espaçamentos entre os planos cristalográficos dos grãos constituintes mudam seu valor livre de tensão para um novo valor correspondente à tensão aplicada. A macrotensão é resultante de uma deformação uniforme sobre grandes áreas, provocando um desvio nas linhas de difração para novas posições. Por outro lado, se o material é deformado de maneira não uniforme o espaçamento entre um conjunto de planos  $(h, k, l)$  será diferente de um grão para o outro. Nesse caso temos a microtensão que provoca um alargamento do perfil de difração dos raios X.

Geralmente, quando um material com

propriedades isotrópicas é deformado plasticamente ocorre um alargamento e desvio do perfil de difração dos raios X. O alargamento é devido ao surgimento localizado de discordâncias. Masing [2] classificou as tensões residuais empiricamente em três grupos:

- tensões residuais do 1º tipo; são semelhantes as macro tensões. Uma intervenção no estado de equilíbrio das forças internas existentes no material provoca uma alteração dimensional macroscópica da peça.

- tensões residuais do 2º tipo; são tensões uniformes numa área limitada a um cristalito ou até a um grão. Greenough [3] demonstrou que este tipo de tensão provoca uma superposição de efeitos (deslocamento e alargamento) no perfil de difração de raios X.

- tensões residuais do 3º tipo; são semelhantes as micro tensões. A intervenção no estado de equilíbrio das forças internas não ocasiona qualquer alteração dimensional macroscópica na peça.

Uma análise detalhada das tensões residuais em peças torna-se geralmente complexa, porque as macro e micro tensões aparecem superpostas e os materiais apresentam propriedades anisotrópicas. Seria conveniente existirem métodos que determinassem os diferentes tipos de tensões residuais separadamente.

Na análise por difração de raios X, o cristalito é definido como um domínio coerente de difração. O cristalito representa geralmente a fração de um grão, podendo porém atingir o tamanho de um grão [4]. A limitação desses domínios coerentes é devido a presença de imperfeições superficiais de natureza estrutural decorrente de uma variação no empilhamento dos planos atômicos. Tais imperfeições são contornos de grão, maclas e microtrincas [5]. Interferências construtivas ocorrem somente dentro de cada domínio e o perfil de cada região alarga-se em extensão angular quanto menor for o tamanho do domínio. A causa deste efeito é devido à não existência de muitos planos para causar a interferência destrutiva quando o domínio é pequeno [6]. A presença destas imperfeições

afetam de forma predominante o transporte de material durante a sinterização de materiais cerâmicos ou metálicos.

As tensões residuais podem surgir em materiais cristalinos já durante as etapas de processamento, como por exemplo, quando submetidos a tratamentos térmicos ou mecânicos.

Tensões residuais do 2º tipo surgem quando ocorre uma deformação anisotrópica de um grão para o outro. Este efeito ocorre quando existe uma diferença entre o limite de elasticidade de um grão para outro. Deformações diferenciais causam tensões internas no material. Estas variações dimensionais não uniformes podem ocorrer nas transformações de fases, nas dilatações anisotrópicas internas dos cristais e dilatações diferenciais nas várias fases. As tensões residuais também são produzidas num processo de fundição. Os problemas de contração em uma peça sólida que se resfria da temperatura de sólidos à ambiente são originários, usualmente, ou da distribuição não uniforme da temperatura e, consequentemente de contração não uniforme da peça durante ou depois da solidificação.

Na flexão não elástica de vigas, produzir-se-á alguma deformação permanente, a qual não desaparece depois de removida a carga. Na região da solda ocorrem tensões de tração e compressão, assim como na laminação de chapas e conformação de tubos.

Imperfeições lineares ou pontuais provocam as tensões residuais do 3º tipo, também denominadas de microtensão. Segundo Williamson e Smallmann [7] a densidade de discordâncias,  $N_d$ , existente no material pode ser calculada da deformação da rede cristalina, e, ou do tamanho médio de cristalito,  $D_c$ :

$$N_d = \frac{3}{D_c^2} \text{ ou } N_d = (k/b^2) \cdot (\bar{\epsilon})^2 \quad (1)$$

$\bar{\epsilon}$  é o valor de Burger,  $k$  constante dependente da estrutura cristalina. Esta equação considera que toda deformação,  $\epsilon$ , existente no material é devido a discordâncias.

### 3. METODOS DE MEDIDA DAS TENSÕES RESIDUAIS E TAMANHO DE CRISTALITO EM MATERIAIS CRISTALINOS

Nos últimos anos, tem aumentado consideravelmente o interesse nos métodos de medida das tensões residuais [8, 9].

Um dos métodos para medir as tensões residuais é do seccionamento progressivo. Neste método as tensões são progressivamente aliviadas por remoção de material do interior determinando-se as variações dimensionais. É um método destrutivo, com o qual só podem ser avaliadas as macrotensões [10].

Outra técnica se baseia na propagação de uma onda acústica, uma vez que a velocidade de uma onda,  $V$ , depende do estado de tensão,  $\epsilon$ , no material [11].

$$V = k \sqrt{M + C \epsilon}$$

$M$  é uma constante elástica,  $K$  e  $C$  são constantes.

Outra técnica de medida está associada com o "ruído" de Barkhousewn em materiais magnéticos. Este ruído é sensível ao campo de tensão que afeta a rotação dos domínios. Esta técnica é limitada para ligas ferrosas.

A verificação de tensões residuais por meio de corrosão sob tensão é possível, mas de forma qualitativa. Vieira [12] utilizou um reativo constituído por 10% de ácido acético e 0,5% de  $\text{Na}_2\text{S}$  para verificar tensões de tração em martensita de alto carbono de engrenagens cementadas. Métodos de raios-X para medir tensões residuais em materiais cristalinos têm sido testados e comparados com outras técnicas [13]. É um método não destrutivo de medida da tensão, mas no entanto, a deformação medida é da superfície da amostra pois a penetração dos raios X é proporcional a  $1/\mu$  onde  $\mu$  é o coeficiente de absorção linear [14].

As tensões residuais do 1º tipo também denominadas de macrotensões, provocam um desvio nas linhas de difração para novas posições. Pela técnica de difração de raios X, a macrotensão pode ser medida basicamente por meio do método de dupla exposição ou múltipla exposição. O método de dupla exposição [15] é o mais utilizado para a medida da tensão paralela à superfície, pois é a mais simples e rápida. Consiste na medida da posição do pico ( $hkl$ ) numa determinada área da superfície da amostra em duas orientações  $\psi$  diferentes.  $\psi$  é o ângulo entre a normal a amostra e a normal do plano de reflexão. Usualmente uma das orientações é  $\psi = 0^\circ$ , a superfície é normal ao plano bissetor, e a outra  $\psi = 45^\circ$ . Demonstra-se que a tensão,  $\sigma$ , pode ser calculada pela seguinte equação [15]:

$$\sigma = (E/1+\nu) \cdot (\cot \theta_n/2) \cdot (1/\sin^2 \psi) \cdot (2\theta_n - 2\theta_i)$$

$E$  é o módulo de Young,  $\nu$  razão de Poisson,  $2\theta_n$  valor observado do ângulo de difração na medida quando  $\psi = 0$  e  $2\theta_i$  valor observado do ângulo de difração na medida inclinada  $\psi = \psi$ . Deve-se notar que esta equação é independente de outras tensões que possam existir na amostra e independente do ângulo de difração de Bragg ( $\theta_n$ ).

O método da múltipla exposição permite obter a tensão com maior precisão, pois a medida da posição do pico é realizada em vários valores de  $\psi$ . O método consiste na determinação da posição do pico de difração em vários ângulos  $\psi$  obtendo-se então a variação da distância interplanar,  $d$ , em função do valor quadrático do sen de  $\psi$  [15].

Plotando-se estes valores ( $d \times \sin^2 \psi$ ) e ajustando-se uma reta, obtém-se:

$$\sigma = a \cdot E/(1+\nu)$$

onde  $a$  é o coeficiente angular da reta ajustada.

Um exemplo da aplicação destes métodos consiste na medida da tensão residual,  $\sigma$ , em tubos de aço inoxidável 304L antes e após o recozimento. Empregando-se uma radiação de

TABELA 1: Tensão residual do tubo de 304L

AMOSTRA	2θ <sub>n</sub>	2θ <sub>i</sub>	σθ (KSI)	
			da equação (1)	da equação (2)
A (recozido)	128,134	128,066	11,7	15,1
B	128,468	128,453	-28,7	-27,7

CrKa e medindo a linha correspondente ao plano (220) obtém-se os resultados apresentados na tabela 1.

O sinal negativo significa uma tensão de compressão.

As microtensões ou tensões do 3<sup>o</sup> tipo são determinadas do alargamento do perfil de difração dos raios X. Considerando-se que o alargamento do perfil é provocado pela deformação da rede cristalina e pela limitação dos domínios coerentes obtém-se [17]:

$$B_c = \lambda / D \cdot \cos \theta \quad (2)$$

$$B_b = \epsilon \cdot \tan \theta \quad (3)$$

B<sub>c</sub> e B<sub>b</sub> corresponde ao alargamento do perfil devido ao tamanho de cristalito e a deformação respectivamente λ é o comprimento de onda e θ o ângulo de Bragg. D é o tamanho médio do cristalito e ε a variação relativa do parâmetro de rede, Δ a/a. Assumindo-se determinados modelos para o perfil de difração dos raios X temos:

$$B_c^2 = B_d^2 + B^2 \quad (\text{modelo gaussiano})$$

$$B = B_c + B_d \quad (\text{modelo de Cauchy})$$

B é a largura a meia altura do perfil medido. No entanto na prática, as curvas não são puramente gaussiana ou uma função Cauchy. Portanto, o uso das relações como os modelos citados acima pode conduzir a erros consideráveis.

A forma e o alargamento do perfil experimental de raios X são condicionados pelos parâmetros geométricos do difratômetro e por parâmetros físicos da amostra. Da superposição das funções que representam os vários parâmetros geométricos resulta uma função, a qual denomina-se função instrumental. A determinação dos parâmetros físicos da amostra exige o conhecimento desta função instrumental, que pode ser calculada teoricamente [17] ou obtida de uma amostra padrão livre de defeitos estruturais [18]. A separação desta função do perfil experimental de raios X é realizada no espaço de Fourier [4, 17, 18, 19].

A superposição das funções - tamanho do cristalito e microdeformação, pode ser expressa no espaço de Fourier como o produto de suas transformadas [4, 17].

Parte real

$$F_r(n) = \exp(-n/D) \cdot \cos(2\pi n H \epsilon_n) \quad (4)$$

Parte imaginária

$$F_i(n) = \exp(-n/D) \cdot \sin(2\pi n H \epsilon_n) \quad (5)$$

Os coeficientes de Fourier F<sub>r</sub>(n) e F<sub>i</sub>(n) descrevem a função do perfil experimental livre dos defeitos experimentais. Observando-se as equações (4) e (5) pode-se concluir que o problema se resume na separação das incógnitas D e ε<sub>n</sub>. n é o número de ordem da série de Fourier, H é a ordem de reflexão, F<sub>r</sub>(n) e F<sub>i</sub>(n) são os coeficientes de Fourier do perfil experimental.

Na literatura são propostas várias formulações matemáticas para a solução do problema. No método desenvolvido por Warren - Averbach [20] há necessidade de serem medidas duas linhas de difração de raios X, por exemplo, (111) e (222). O método desenvolvido por Gangulee [14] consiste uma expansão em série de Taylor das equações (4) e (5). O método de Bertaut [21], considera a reta tangente da curva F<sub>r</sub>(n) x n para n → 0, tende a um erro muito grande devido ao "look effect".

Riella [4, 14, 17] propôs um procedimento experimental, no qual divide-se a equação (5) pela (4) e obtemos

$$\epsilon_n = \arctan [F_i(n)/F_r(n)] / (2\pi H n) \quad (6)$$

$$\exp(-n/D) = F_r(n) / \cos [\arctan F_i(n)/F_r(n)] \quad (7)$$

Os procedimentos matemáticos desenvolvidos por Gangulee e Riella apresentam uma vantagem sobre os demais porque é necessário medir-se apenas uma linha (hkl).

A tensão residual é responsável pela ruptura mecânica de linhas de interconexão em circuitos integrados e a diminuição do tamanho de cristalito aumenta a resistividade [14]. Foram determinados D e ε em diversas amostras de TiSi<sub>2</sub> obtidas com a técnica de recozimento térmico rápido [22]. A tabela 2 resume parte das condições de processamento das amostras e os resultados:

Os resultados discriminados na tabela 2 são bastante coerentes. Quanto às diferenças significativas observadas nos valores das microtensões para algumas amostras podem ser atribuídas a um erro de ajuste na regressão polinomial utilizada no método de Gangulee. A técnica de difração de raios X foi também empregada para a caracterização de pós, tais como, o óxido de magnésio, MgO, e dióxido de urânio. MgO foi obtido da decomposição do carbonato de magnésio no intervalo de 500 a 800°C. A figura 1 apresenta os resultados do tamanho médio dos cristalitos obtidos pelo método de Riella e Warren - Averbach.

TABELA 2: Filmes finos de TiSi<sub>2</sub>

AMOSTRA	TEMPERATURA °C de recozimento	TEMPO (s)	METODOS			
			RIELLA		GANGULEE	
			D (nm)	$\epsilon$ 10 <sup>8</sup> dyn/cm <sup>2</sup>	D (nm)	$\epsilon$ 10 <sup>8</sup> dyn/cm <sup>2</sup>
1	550	60	35	-7,8	28	-1,10
2	550	90	36	-5,0	38	-1,60
3	550	120	37	-5,0	27	-0,48
4	550	180	40	-1,7	35	-1,90

TABELA 3: Densidade de discordâncias Nd, do pó de cobre eletrolítico

TEMPO DE MOAGEM (min)	DEFORMAÇÃO, $\epsilon$ (%)	Nd (cm <sup>-2</sup> )
15	0,14	$6 \times 10^{10}$
30	0,18	$10^{11}$
60	0,20	$1,2 \cdot 10^{11}$

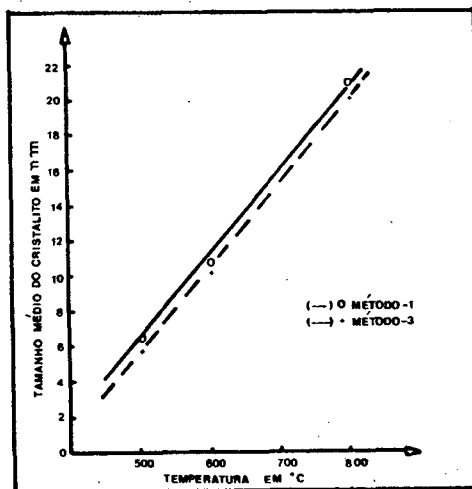


FIGURA 1: Tamanho médio dos cristallitos do MgO

A determinação do tamanho de cristalito em pó de UO<sub>2</sub> não estequiométrico é dificultada devido à presença da fase U<sub>4</sub>O<sub>9</sub> (17).

Na tabela 3 estão discriminadas as densidades de discordâncias, Nd, medidas em pós de cobre com diferentes tempos de moagem. Nd foi calculada da deformação,  $\epsilon$ , utilizando a equação (1):

Para valores de Nd inferiores a  $10^{10}$  cm<sup>-2</sup> o alargamento do perfil de difração dos raios X muito pequeno.

#### 4. CONCLUSÕES

Atualmente existem uma variedade de técnicas, algumas destrutivas outras não, para a monitoração do estado de tensão de uma material. Contudo, deve-se analisar com bastante critério, qual a técnica que será empregada. A técnica do seccionamento progressivo pode ser aplicada quando o material está deformado elasticamente. Quando se efetuam cortes ou usinagem parcial da superfície da peça ocorre um alívio de tensões e consequentemente uma alteração dimensional.

A técnica de difração de raios X desenvolve-se de forma gradativa na área industrial.

#### REFERÊNCIAS

- [1] Toshio Mura; Micromechanics of defects in solids, Martinus Nijhoff Publishers The Hange, Netherlands, 1982.
- [2] G. Masing; Z. Techn. Phys. 6 (1925) 569.
- [3] G. B. Greenough; Proc. Roy. Soc. A197 (London) (1949) 556.
- [4] H. G. Riella; Cerâmica 32(199) Agosto 1986, 185-186.
- [5] Wilkens, M.; Phys. Stat Sol. 3 (1963) 1718.
- [6] B. D. Cullity; "Elements of X-ray Diffraction", 2nd Edition, Chap. 3, Addison Wesley, Menlo Park, California (1978).
- [7] G. K. Williamson, R. E. Smallman; Phil. Mag. 1(1956) 34.

- [8] S. Taira; "X-ray Study on Strength and Deformation of Metals". The Society for Materials Science, Kyoto, Japan, 1971.
- [9] E. Kula and W. Weiss, Eds. "Residual stresses relaxation"; 28 Sagamore Army Materials Research Conference Proceedings, Plenum Press New York (1982).
- [10] R. G. Bathgate; J. Brit. Soc. for Strain Measurement No 2 (1968) 4
- [11] D. R. Allen and C. M. Sayers; Vetrasonics July (1984) 174.
- [12] R. R. Vieira; Metalurgia Vol. 26 No 150 (1970) 387.
- [13] M. Hetenyi; J. Appl. Mech Trans. ASME 60, A149 (1938).
- [14] N. I. Morimoto; Dissertação de Mestrado da Escola Politécnica da USP, São Paulo, 1987.
- [15] H. P. Klug; L. E. Alexander; - X-ray Diffraction Procedures for polycrystalline and Amorphous Materials, 2nd Ed. John Wiley, N. York, 1974.
- [16] L. Guimarães; Relatório interno IPEN/CNEN - SP, Dez. 1989.
- [17] H. G. Riella; KFK-Bericht Nr. 3619 do Kernforschungszentrum Karlsruhe, 1984 Rep. Federal da Alemanha.
- [18] H. G. Riella, L. G. Martinez and K. Imakuma; Journal of Nuclear Materials 153 (1988) 71-75
- [19] L. G. Martinez, H. G. Riella e K. Imakuma; X Reunião da Sociedade Brasileira de Cristalografia e Simpósio de Cristalografia e novos materiais, Araraquara - São Paulo Julho/1988.
- [20] B. E. Warren; Progress in Material Physics 8(1959) 147.
- [21] F. Bertant; Acad. Sci. Paris 228(1949) 187.
- [22] N. I. Morimoto, J. W. Swart, H. G. Riella; II Congresso da Sociedade Brasileira de Microeletrônica, Julho, 1987.