

**CNEN/SP****ipen** Instituto de Pesquisas  
Energéticas e Nucleares

**DETERMINAÇÃO DA ENERGIA DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO  
EM METAIS E LIGAS COM ESTRUTURA CÚBICA DE FACE  
CENTRADA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X**

José Fernando Alvin Borges, Angelo Fernando Padilha e Kengo Imakuma

IPEN - PUB -- 129

PUBLICAÇÃO IPEN 129

MARÇO/1988

SÃO PAULO

**Série PUBLICAÇÃO IPEN**

**INIS Categories and Descriptors**

**B22.10**

**X-RAY DIFFRACTION  
STACKING FAULTS  
ALLOYS  
METALS**

# DETERMINAÇÃO DA ENERGIA DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO EM METAIS E LIGAS COM ESTRUTURA CÚBICA DE FACE CENTRADA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

José Fernando Alvin Borges\*, Angelo Fernando Padilha e Kengo Imakuma

## RESUMO

Implantou-se um método para a determinação da energia de defeito de empilhamento, EDE, por difratometria de raios-X. A medida de EDE fornece informações valiosas para o entendimento e previsão das propriedades mecânicas, subestrutura de deformação, estabilidade microestrutural até da configuração eletrônica dos metais e suas soluções sólidas. O método consistiu em relacionar a EDE com a média das microtensões quadráticas e a probabilidade de defeito de empilhamento em metais e ligas de estrutura CFC. A média das microtensões quadráticas foi determinada por meio da análise de Fourier nos perfis de difração de raios-X, corrigidos dos defeitos instrumentais, seguida pela aplicação do método de Warren-Averbach sobre os coeficientes de Fourier. A probabilidade de defeito de empilhamento foi obtida, medindo-se as variações relativas das posições dos picos de difração entre metais deformados e recozidos. O método foi calibrado utilizando-se de metais padrões de Ag, Au, Cu, e Al, de alta pureza, e aplicado em aços inoxidáveis austeníticos AISI-304, AISI-316, AISI-347 e DIN-WERKSTOFF 1.4970.

## DETERMINATION OF THE STACKING FAULT ENERGIES OF FACE CENTERED CUBIC METALS AND ALLOYS BY X-RAYS DIFFRACTION

### ABSTRACT

An X-rays diffraction method was applied to measure the Stacking Fault Energies (SFE) of the AISI 304, AISI 316, AISI 347 and DIN-WERKSTOFF 1.4970 Austenitic Stainless Steels. The SFE determination plays an important role in the research of the mechanical behaviour of the Metal and Alloys, their deformation mechanisms, stability of micro-structure and electronic configuration. The method is based on the relationship between the SFE and the ratio of the Mean Square Strain to the Stacking-Fault probability. The Mean Square Strain was evaluated by Fourier Analysis of X-rays Diffraction profiles, corrected to reduce instrumental effects, followed by the application of the Warren-Averbach method to the Fourier Coefficients. The Stacking-Fault probabilities were derived from the changes of peak separations between cold-worked and annealed specimens.

### INTRODUÇÃO

A energia de defeito de empilhamento (EDE) é uma das mais importantes grandezas físicas dos metais e ligas com estrutura cúbica de face centrada (CFC). A importância da EDE decorre da sua estreita ligação com propriedades dos materiais, tais como: resistência à fluência (creep), taxa de encruamento,

(\*) Endereço atual: ESCA Engenharia de Sistemas de Controle e Automação S/A., Al. Joaquim Eugênio de Lima, 447, CEP 01403, São Paulo, SP.

frequência de maclas de recozimento, subestrutura de discordâncias, inchamento sob irradiação (swelling), corrosão sob tensão, estabilidade de fases, relação elétron/átomo e densidade de lacunas eletrônicas (electron vacancy number). Portanto, a medida da EDE fornece valiosas informações a respeito das propriedades mecânicas, distribuições de defeitos cristalinos, estabilidade da microestrutura e até da estrutura eletrônica dos metais e ligas. De uma maneira geral, pode-se afirmar que um aumento da EDE está relacionado ou causa: diminuição na resistência à fluência<sup>(2)</sup>, diminuição na taxa de encruamento<sup>(8)</sup>, menor frequência de maclas de recozimento<sup>(29)</sup>, arranjos não-uniformes de discordâncias<sup>(30)</sup> (formação de células de deformação), menor inchamento sob irradiação<sup>(35)</sup>, menor susceptibilidade à corrosão sob tensão<sup>(10)</sup>, maior estabilidade da fase CFC e variações na relação elétron/átomo<sup>(2,14)</sup> e no número de lacunas eletrônicas<sup>(35)</sup>.

Vários métodos de medidas da EDE foram propostos e utilizados com maior ou menor êxito. Entre os métodos experimentais destacam-se os de observação direta por microscopia eletrônica de transmissão de nós de discordâncias, anéis de tetraedros<sup>(26)</sup>. O método de medida de raios de curvatura de nós de discordâncias estendidas demonstrou ser o mais acurado, mas o seu emprego com precisão restringe-se a medidas com EDE menores que  $50\text{mJ/m}^2$ <sup>(14)</sup>. Métodos indiretos incluem medidas de textura por difração de raios-X e de taxas de encruamento de monocristais no início do terceiro estágio de deformação<sup>(9)</sup>. Estudos mais recentes mostraram que medidas combinadas de densidades de discordâncias e probabilidade de falha de empilhamento por difração de raios-X, associadas a outros parâmetros mensuráveis, podem ser aplicadas para determinar uma ampla faixa de valores de EDE em materiais CFC<sup>(12)</sup>.

O objetivo principal do trabalho é implantar um método que permita medidas em uma ampla faixa de EDE. Os materiais escolhidos para testar o método foram os metais CFC Ag, Cu, Au e Al que já foram extensivamente estudados e discutidos. Propõe-se, também, determinar as EDE's dos aços inoxidáveis austeníticos dos tipos AISI 304, AISI 347, AISI 316 e DIN-WERKSTOFF 1.4970, que são ligas importantes na tecnologia de reatores nucleares.

## TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A deformação a frio de um metal produz um alargamento dos seus perfis de difração de raios-X e também um pequeno deslocamento das posições de Bragg<sup>(1)</sup>. O alargamento resulta da redução dos domínios coerentes de difração, da distorção entre esses domínios e de defeitos de empilhamento nos planos (111). O pequeno deslocamento observado também se deve aos defeitos de empilhamento introduzidos por deformação. A análise dos coeficientes de Fourier dos perfis de difração de uma amostra deformada a frio permite calcular a média das microtensões quadráticas,  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}$ , sobre uma coluna de  $50\text{\AA}$  perpendicular aos planos (111)<sup>(33)</sup>. A medida do deslocamento das posições de Bragg fornece, por cálculo direto, a probabilidade de defeito de empilhamento  $\alpha$ <sup>(33)</sup>. A probabilidade  $\alpha$  está relacionada com a densidade de discordância<sup>(1)</sup> que por sua vez está relacionada com a microtensão  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}$ <sup>(1)</sup>. Combinando as expressões de  $\alpha$ , densidade de discordâncias e EDE ( $\gamma$ ) obtém-se a relação (1) entre  $\gamma$  e  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}$ <sup>(23)</sup>

$$\gamma = \frac{K_{111} \omega_0 G_{111} a_0}{\pi \sqrt{3}} \cdot \frac{\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}}{\alpha} \quad (1)$$

$K_{111}$  é uma constante que relaciona  $\alpha$  e densidade de discordância e  $\omega_0$  é um termo relacionado à anisotropia elástica, às interações de discordâncias sobre os planos (111) que se interceptam, e aos tipos de discordâncias;  $G_{111}$  é o módulo de cisalhamento dos planos (111) deformados e  $a_0$  é o parâmetro da rede cristalina.

A equação (1) pode ser rearranjada, em termos de vetor parcial de Burgers  $b_p = a_0/\sqrt{6}$  e tem-se a relação (2)

$$\frac{\gamma}{G_{111} \cdot b_p} = \frac{\sqrt{2} K_{111} a_0}{\pi} \cdot \frac{\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}}{\alpha} \quad (2)$$

As quantidades  $\gamma/G_{111} \cdot b_p$ , para uma série de metais, são encontrados na literatura; comparadas com a razão  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}/\alpha$  obtidas experimentalmente por raios-X, a constante  $\sqrt{2} K_{111} a_0/\pi$  é determinada.

Os valores de  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}$  e de  $\alpha$  dependem fortemente do grau de deformação à frio, razão pela qual são medidos nas mesmas amostras; a constância da razão  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}/\alpha$ , medida em função de sucessivas deformações plásticas, tem sido constatada em uma série de metais e ligas<sup>(23)</sup>.

## MATERIAIS E PROCEDIMENTOS

### Materiais Estudados

No presente estudo foram examinados os metais puros Ag(99,995%), Cu(OFHC) (99,95%), Au (99,9979%), Al (99,99%) e os aços inoxidáveis austeníticos AISE 304, AISI 316, AISI 347 e DIN-WERKSTOFF 1.4970. As composições em peso dos aços estudados, fundidos à vácuo, constam da Tabela I.

### Procedimento Experimental

Na primeira etapa de preparação de amostras, o material foi cominuído por limagem cuidadosa para evitar aquecimento, o que poderia ocasionar recuperação. O tamanho de partículas foi classificado por peneiragem através de uma tela de 150 mesh. Uma parte do pó foi encerrada numa ampola e foi recozida em vácuo. No caso dos aços, o tratamento térmico foi realizado com pressão positiva de Argônio para evitar evaporação dos elementos da liga. Em seguida, duas amostras foram preparadas acondicionando-se o pó deformado a frio (DEF) e recozido (REC) em lâminas de vidro borrifadas com nujol, de função aglutinante. As amostras foram prensadas manualmente até obter-se uma superfície homogênea, com cuidados para evitar deformação adicional.

Os perfis de linha (111) e (222) das amostras DEF e REC foram registrados pelo método do tempo fixo. Dependendo da intensidade, fixou-se um tempo entre 20 e 100 segundos a fim de assegurar uma boa estatística, e um passo angular de  $0,02^\circ$  em  $2\theta$ . Longas caudas foram gravadas em ambos os lados do perfil e um background linear foi ajustado e subtraído das intensidades observadas. As intensidades foram corrigidas por fatores de espalhamento atômico, Lorentz-polarização, fator de temperatura e absorção. O efeito instrumental foi corrigido pelo método de Stokes, via análise de Fourier. Os coeficientes de Fourier, livres do efeito instrumental, foram analisados pelo método de Warren-Averbach<sup>(34)</sup>, após a correção para eliminar o efeito Gancho<sup>(25)</sup>, para o cálculo das microtensões. De acordo com Young et al.<sup>(38)</sup>, as longas caudas tomadas em ambos os lados do perfil podem reduzir a propagação de erros sistemáticos, na análise de Fourier, a níveis de  $\pm 5\%$ . Neste trabalho, no entanto, constatou-se que a repetitividade das medidas da microtensão está em torno de  $\pm 10\%$ .

As posições relativas de Bragg foram calculadas, gravando-se as intensidades na região dos picos adjacentes (111) e (200) com tempo de 1000 segundos e passo de  $0,02^\circ$  ( $2\theta$ ), em uma só corrida. A vantagem de medir posições relativas dos picos é evitar erros como o reposicionamento do ângulo inicial e zero do difratômetro. Para aumentar a precisão da medida a posição do pico foi estimada por meio da média das posições dos máximos de 3 ou 4 parábolas ajustadas pelo método dos três pontos, de modo a utilizar todas as intensidades. O erro foi estimado, dentro do intervalo de confiança de 95%, a partir dos máximos das parábolas ajustadas.

## Tabela

Composição em peso dos Aços Inoxidáveis Austeníticos estudados;  $Ti_{real}$  e  $Nb_{real}$  referem-se aos Teores Reais de Nb e Ti na Matriz, descontadas as porcentagens dos Metais que formam os Carbonetos NbC e TiC

AÇO	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Ti	Nb	$Ti_{real}$	$Nb_{real}$
304	0,057	18,11	9,49	0,33	0,91	0,41	—	0,03	—	—
316	0,071	18,35	9,53	2,10	0,83	1,17	—	0,12	—	—
1.4970	0,090	14,60	15,0	1,25	1,70	0,46	0,46	—	0,26	—
347	0,063	18,60	8,95	0,32	0,82	0,88	—	0,45	—	0,19

## RESULTADOS

## Metais Puros

As razões  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111} / \alpha$ , determinadas neste trabalho, em função das EDE's ( $\gamma$ ) estão apresentadas na Figura 1; os valores de  $\gamma$  são provenientes de uma revisão recente feita por Coulomb<sup>(7)</sup> que, comparados com uma outra revisão abrangente<sup>(23)</sup>, foram considerados, neste trabalho, como sendo os melhores valores encontrados na literatura.

Os parâmetros de raios-X medidos estão mostrados na Tabela II em conjunto com outros dados pertinentes.

A inclinação da reta na Figura 1 é  $\pi/\sqrt{2} \cdot K_{111} \cdot \omega_0$ . O valor de  $4,6 \pm 0,2$  para  $K_{111} \cdot \omega_0$  foi obtido a partir dos pontos da Figura 1, incluindo a origem, pelo método dos mínimos quadrados.

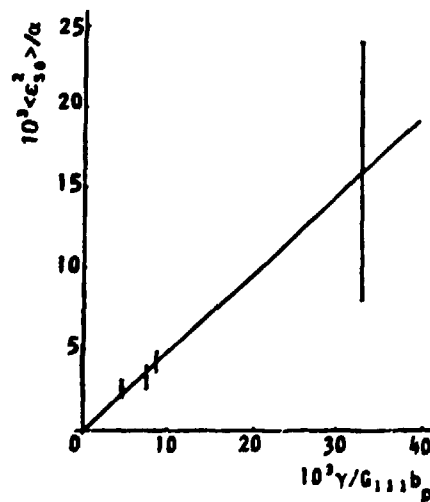


Figura 1 – Dependência das razões  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111} / \alpha$  dos metais puros Ag, Au, Cu e Al determinadas neste trabalho, com as respectivas EDE's ( $\gamma$ ) compiladas do artigo de revisão de Coulomb<sup>(7)</sup>.

Tabela II

Resultados Experimentais, por Difração de Raios X, para os Metais Puros

Metal	$\alpha \cdot 10^3$	$\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111} 10^6$	$G_{111} (10^{11} \text{ N/m}^2)^{(a)}$	$a_0 (\text{Å})^{(b)}$	$\gamma (\text{mJ/m}^2)^{(c)}$	$10^3 \langle \epsilon_{30}^2 \rangle / \alpha$	$10^3 \gamma / G_{111} \cdot b_p$
Ag	$2,2 \pm 0,1$	$5,8 \pm 0,6$	2,56	4,08	20	$2,6 \pm 0,3$	4,7
Au	$2,4 \pm 0,2$	$10,0 \pm 1,0$	2,42	4,08	35	$4,2 \pm 0,5$	8,7
Cu	$3,9 \pm 0,3$	$13,0 \pm 1,3$	4,08	3,61	46	$3,3 \pm 0,7$	7,6
Al	$0,4 \pm 0,1$	$6,4 \pm 0,6$	2,47	4,05	136	$16,0 \pm 8,0$	33,1

(a) Os valores dos módulos de cisalhamento  $G_{111}$  foram compilados da ref. 23; (b) os parâmetros da rede  $a_0$  foram compilados da ref. 23; (c) os valores das EDE's foram compilados da ref. 7.

#### Aços Inoxidáveis Austeníticos

Os coeficientes  $K_{111} \cdot \omega_0 = 4,6 \pm 0,2$  determinado a partir dos metais puros, foi utilizado para calcular as EDE's dos aços inoxidáveis austeníticos. A exemplo da Tabela II, os parâmetros pertinentes estão na Tabela III.

## DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

### Métodos de Raios-X

O método está fortemente baseado na eq. (2), que correlaciona o valor da EDE ( $\gamma$ ) com a razão  $\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111} / \alpha$ , onde se destaca a importância do valor numérico da constante  $K_{111} \cdot \omega_0$ .

O valor de  $K_{111}$  foi estimado por Newton e Ruff<sup>(21)</sup>, com base na teoria de Williamson e Smallman<sup>(36)</sup>, como sendo igual a 28; o valor de  $\omega_0$ , por sua vez, foi sugerido por Adler et al.<sup>(1)</sup> como sendo 1/6 o que fornece um valor de 4,67 para  $K_{111} \cdot \omega_0$ .

Uma vez que as constantes  $K_{111}$  e  $\omega_0$  dependem da configuração dos defeitos, dos tipos e das interações particulares de cada material, os estudos experimentais foram realizados para diferentes materiais. Os próprios Adler et al.<sup>(1)</sup> correlacionando os dados de raios-X com os obtidos por observação direta de nós de discordâncias para ligas de Ag-Sn, por microscopia eletrônica, determinaram  $K_{111} \cdot \omega_0 = 5,0$ . Mais tarde, Reed e Schramm<sup>(23)</sup> revisaram as EDE's dos metais puros Ag, Au, Cu, Al e Ni e aplicaram o mesmo procedimento empregado neste trabalho. O coeficiente  $K_{111} \cdot \omega_0$  por eles determinado tem um valor 5,4, que revela um bom acordo com a estimativa deste trabalho,  $K_{111} \cdot \omega_0 = 4,6$ ; empregando os mesmos valores das EDE's utilizados por Reed e Schramm para Ag, Au, Cu e Al, este trabalho revela um valor de 5,6 para  $K_{111} \cdot \omega_0$ .

### Efeitos das Composições dos Aços

Considerável esforço tem sido desenvolvido nos últimos anos para medir a EDE de aços austeníticos<sup>(27)</sup>, onde de incluem as medidas feitas por raios-X.

Schramm e Reed tentaram estabelecer relações simples da EDE, de matrizes austeníticas em função de seus teores de Cr, Mn, Ni, N, C e Si, utilizando ajustes por regressão multidimensional. Rhod'is e Thompson<sup>(24)</sup> também estudaram os efeitos de composição na EDE, mas restringiram seus objetivos ao papel do Ni e do Cr. Com os mesmos objetivos dos trabalhos acima, tentou-se obter uma equação que relacionasse a EDE com as porcentagens em peso de Cr, Ni, Si e Mn. A eq.(2) resulta de um ajuste multidimensional feito nos dados publicados<sup>(29,10,6,11,19)</sup>, cujo resultado é mostrado na Figura 2. Todos os valores publicados foram divididos pelos módulos de cisalhamento adotados nos artigos originais e multiplicados pelo módulo de cisalhamento médio dos planos (111),  $G_{111} = 0,66 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2$ , adotado no presente trabalho, a fim de evitar um espalhamento dos resultados para composições similares; as porcentagens em peso estão representadas pelos respectivos símbolos químicos e os coeficientes são provenientes do ajuste multidimensional.

$$\gamma(\text{mJ/m}^2) = 30,5 + 2,10\text{Ni} - 6,57\text{Si} - 0,27\text{Mn} \quad (3)$$

Tabela III

Resultados Experimentais, por Difração de Raios-X, para Aços Inoxidáveis Austeníticos

Aço Inoxidável	$\alpha \cdot 10^3$	$\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111} \cdot 10^6$	$G_{111} (10^{11} \cdot \text{N/m}^2)$ (a)	$a_0 (\text{Å})$ (b)	$10^3 \langle \epsilon_{30}^2 \rangle / \alpha$	$\gamma (\text{mJ/m}^2)$
AISI 304	$13 \pm 0,5$	$13,0 \pm 1,3$	0,66	3,589	1,0	$20,0 \pm 2,0$
AISI 347	$18 \pm 0,5$	$13,0 \pm 1,3$	0,66	3,589	0,72	$14,0 \pm 1,5$
AISI 316	$22 \pm 0,5$	$19,0 \pm 1,9$	0,66	3,589	0,86	$17,0 \pm 1,7$
DIN-W 1.4970	$17 \pm 0,5$	$26,0 \pm 2,6$	0,06	3,589	1,5	$30,0 \pm 3,0$
	$8 \pm 0,5$	$12,0 \pm 1,2$				$30,0 \pm 3,5$

(a) O módulo de cisalhamento foi calculado a partir de constantes elásticas de quatro ligas de composições similares; uma vez que as mesmas variam muito pouco com a composição, foi tomado aqui um valor médio. (b) O parâmetro de rede  $a_0$  também foi considerado constante em todo intervalo de composição. As medidas por raios-X no aço DIN-W 1.4970 foram realizadas em duplicata.

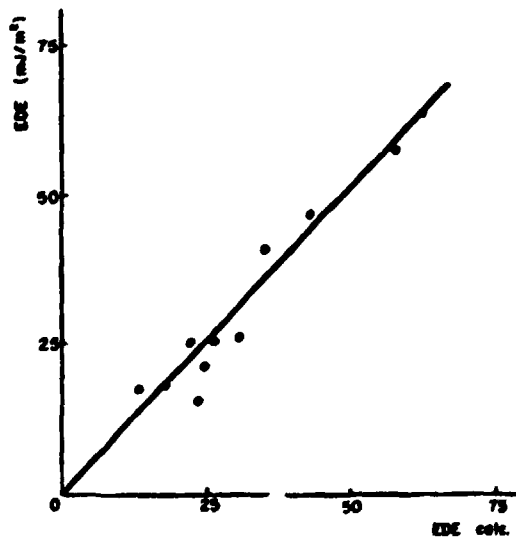


Figura 2 — Os valores de EDE's determinados experimentalmente neste trabalho acrescidos de dados experimentais das referências 29,10,6,11 e 19 em aços inoxidáveis austeníticos, são comparados com as EDE's calculadas pela equação (3); a convergência dos pontos em torno da reta de inclinação  $45^\circ$  demonstra a efetividade da equação (3) na previsão da EDE.



Para apresentar a dependência da EDE dos elementos de liga de uma maneira mais realista possível, Rhodes e Thompson<sup>(24)</sup> sugeriram o uso de contornos Iso-EDE graficados em um diagrama ternário Fe-Cr-Ni, propostos originalmente por Neff et al<sup>(20)</sup>. A Figura 3 apresenta um diagrama ternário Fe-Cr-Ni baseado em Neff et al e atualizado por Rhodes e Thompson<sup>(24)</sup>; os pontos apresentados por  $\circ$  e  $\Delta$  correspondem aos nossos resultados.

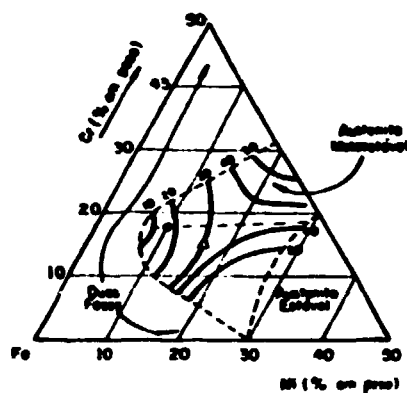


Figura 3 – O canto do diagrama ternário Fe-Cr-Ni rico em Fe, mostrando o contorno Iso-EDE, conforme a ref. 21; Aços 304, 316 e 347( $\circ$ ) e aço 1.4970 ( $\Delta$ ) correspondem aos resultados deste trabalho.

As ligas utilizadas neste trabalho estão todas na região de aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis, isto é, embora as ligas recozidas sejam todas CFC, à temperatura ambiente, a fase termodinamicamente estável é CCC. A martensita, de estrutura cúbica de corpo centrado CCC, se forma entre regiões defeituosas da austenita. As regiões defeituosas foram identificadas como conjuntos de defeitos de empilhamento superpostas às lamínulas de martensita  $\epsilon$  de estrutura hexagonal compacta. Vários autores<sup>(4,28)</sup> sugeriram que a martensita  $\alpha'$  de estrutura CCC se forma via martensita  $\epsilon$ . Como a formação da fase  $\epsilon$  depende fortemente da EDE, é claro que este parâmetro está relacionado com a taxa de transformação martensítica. Para discutir a dependência compositiva da EDE e da estabilidade de fases, recorreu-se à teoria de lacunas eletrônicas.

O número médio de lacunas eletrônicas por átomo  $\langle \text{NLE} \rangle$  para a matriz de uma solução sólida pode ser calculada por meio dos seus componentes pela equação (4)

$$\langle \text{NLE} \rangle = 0,61 \text{ Ni} + 4,66(\text{Cr} + \text{Mo}) + 2,66\text{Fe} + 3,66\text{Mn} + 5,66\text{Nb} + 6,66(\text{Si} + \text{Ti}) \quad (4)$$

onde os teores dos componentes são expressos em porcentagens atômicas representados pelos respectivos símbolos químicos e os coeficientes são os NLE de cada elemento. Uma discussão detalhada sobre estes coeficientes pode ser encontrada no artigo original de Pauling<sup>(22)</sup>.

Para fazer uma previsão da EDE em função da composição, o  $\langle \text{NLE} \rangle$  foi calculado para várias matrizes austeníticas com teores de Cr  $\leq$  20%, com base nos dados de EDE reportados na literatura Tabela IV; a curva EDE versus  $\langle \text{NLE} \rangle$  é mostrada na Figura 4. A distribuição dos pontos na figura 4 sugere uma tendência da EDE decrescer com aumento do  $\langle \text{NLE} \rangle$ . O espelhamento dos dados é maior na região de energias mais altas, o que prejudica a avaliação quantitativa da variação com  $\langle \text{NLE} \rangle$ . Entretanto, a equação para  $\langle \text{NLE} \rangle$ , e as curvas desenhadas na figura 4 delimitam uma faixa da EDE correspondente aos  $\langle \text{NLE} \rangle$  dos aços. Os coeficientes da equação (4) indicam que o conteúdo de Ni pouco contribui para o  $\langle \text{NLE} \rangle$  enquanto que o Si, Ti, Nb e Cr são bastante efetivos para o aumento no  $\langle \text{NLE} \rangle$ . Isto está em acordo com a tendência da EDE diminuir com o aumento de Cr até teores de 20%, ou de outra maneira com o aumento do Cr equivalentes.

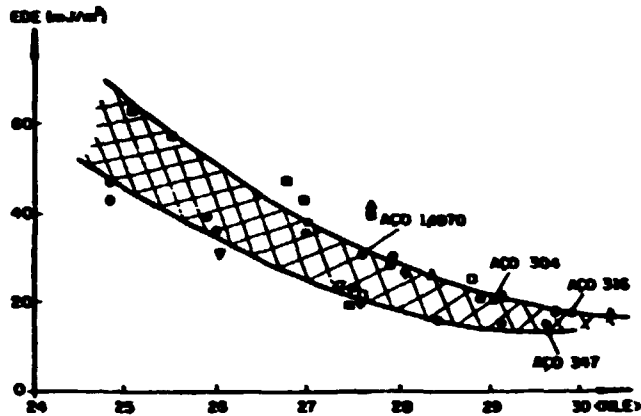


Figura 4 – Curva EDE versus  $\langle NLE \rangle$  a partir dos dados da literatura (tabela IV). A representação por diferentes símbolos permitem as suas identificações com as respectivas fontes da tabela IV. Os dados deste trabalho estão destacados na figura.

Tabela IV

Valores das EDE's e NLE's para uma série de Matrizes de Aços Inoxidáveis Austeníticos com as respectivas Fontes de Referência

REFERÊNCIA	EDE (mJ/m <sup>2</sup> )	Cr	Ni	Outros(Composição em % em peso)	NLE	EDE	Metodo
Swann (1963) <sup>31</sup>	17°	17,9	7,1	0,06C, 0,11N	-	-	A
	18°	17,8	7,9	0,06C, 0,04N	-	-	-
	30°	18,1	12,8	0,02C, 0,12N	-	-	-
	38°	17,8	12,7	0,02C, 0,004N	-	-	-
	44°	17,8	17,8	0,03C, 0,004N	-	-	-
Douglas, Thomas Roser (1964) <sup>10</sup> ⊞	28-71°	18,74	9,43	0,07C, 0,56Si, 1,56Mn	2,878	25-37a	A
Dulieu, Nutting (1964) <sup>11</sup>	50	8,9	11,84	0,05C, 0,14Si, 0,025Mn	-	-	B
	23-28°	18,3	10,28	0,079C, 0,02N, 0,3Si, 0,64Mn	2,880	21-25a	A
	28-32°	22	9,87	0,079C, 0,15Si, 0,34Mn	-	-a	-
Siscock, Rookes, Barford (1966) <sup>29a</sup>	53°	15,3	15,9	0,02C, 0,012Si, 0,004P, 0,006Mn	2,878	47a	A
	84°	15,8	23,0	0,007C, 0,006N, 0,01S, 0,01P, 0,030 0,04Mn	2,861	57a	A
	48°	15,9	15,8	0,017C, 0,04Si, 0,004N, 0,002S, 0,002P, 0,010, 0,001Mn	2,888	43a	-
	70,2°	15,4	24,7	0,011C, 0,016Si, 0,007N, 0,002S, 0,002P, 0,010, 0,003Mn	2,500	63a	-
	Clement, Clement, Coulomb (1967) <sup>8</sup>	19	16,8	9,5	0,028C	2,828	-
Thomas, Henry (1967) <sup>5</sup> ▲	50	17,8	14,1	0,01Si	2,767	41a	A
	32	17,7	14,0	0,90Si	2,836	26a	-
	28	17,4	13,55	1,86Si	2,911	21a	-
	22	17,2	13,75	2,79Si	2,972	18a	-
	21	17,1	13,70	3,66Si	3,035	17a	-
Fawley, Queder, Dodd (1968) <sup>13a</sup>	23	20	10	0,006C, 0,005N	2,882	21	-
	32	20	15	0,018C, 0,003N	2,786	29	-
	40	20	20	0,016C, 0,006N	2,689	36	-
	83	10	20	0,012C, 0,004N	2,484	47	-
	40	15	20	0,019C, 0,006N	2,888	36	-
	23	20	10	0,012C, 0,044N	2,882	21	-
	34	20	15	0,010C, 0,035N	2,786	30	-
	48	10	20	0,012C, 0,013N	2,484	43	-
	44	15	20	0,012C, 0,011N	2,889	39	-
	43	20	20	0,027C, 0,003N	2,889	38	-
Murr (1969) <sup>19</sup> e	21	18,43	9,52	0,058C, 0,140Cu, 1,050Mn, 0,420Si, 0,300Fe	2,910	15a	A
Letenism, Ruff (1969) <sup>15</sup> ⊞	23,1	18,7	15,9		2,760	20	D
Le Croisey, Thomas (1970) <sup>17</sup> □	45	17,8	14,1	0,01C	2,788	40	-

Cont. Tabela IV

REFERÊNCIA	EDE (m./m <sup>2</sup> )	Cr	Ni	Outros (Composição em % em peso)	NLE	EDE	Método
Phys. Status Solidi A, 2 (1976) K217	~	15,9	12,5	<0,01C	2,767	21	-
Lanthanum, Ruff (1971) <sup>16</sup> e	16,4±1,1	18,3	10,7	0,005C	2,842	16,1	-
	3,8±0,5	18,7	15,9	0,005C	2,780	23,2	-
Le Creney, Pinau (1972) <sup>31</sup> e	22	15,9	12,5	0,01C	2,767	20	-
	30	17,8	12	0,008C	2,887	27	-
Buzakova e outros (1973) <sup>5</sup>	80	5	20	0,04C	-	-	-
	30	10	15	0,04C	-	-	-
	20	15	10	0,04C	-	-	-
	16	18	8	0,04C	-	-	C
Schram, Reed (1975) <sup>27</sup>	18	18,31	8,28	0,82Mn, 0,02Mo, 0,025C, 0,010P, 0,007S	-	-	-
	34	18,82	11,85	1,64Mn, 0,10Mo, 0,074C, 0,32Si, 0,013P, 0,002S	-	-	-
	84	24,7	18,8	1,72Mn, 0,44Mo, 0,047C, 0,58Si, 0,22P, 0,005S	-	-	-
	78	17,15	13,01	1,40Mn, 2,68Mo, 0,055C, 0,027P, 0,008S	-	-	-
	65	21,00	7,11	8,75Mn, 0,03Mo, 0,027C, 0,43Si, 0,011P, 0,007S	-	-	-
	41	20,30	6,48	9,55Mn, 0,034C, 0,13Si, 0,022P, 0,012S	-	-	-
	84	21,57	12,34	5,17Mn, 2,20Mo, 0,041C, 0,40Si, 0,026P, 0,004S	-	-	-
	21	-	~	18,7Mn, 0,91C, 1,28Si, 0,008P, 0,017S	-	-	-
Thompson (1974) <sup>22</sup>	36	23,20	14,28	1,82Mn, 0,68Si, 0,058C, 0,023P, 0,016S	-	-	-
Rhodes, Thompson (1977) <sup>24</sup>	40±5	24,38	20,82	1,35Mn, 0,67Si, 0,04C, 0,030S, 0,025P, 0,027Mo, 0,24Ca	-	-	F
Stampton, Jones, Lorette (1978) <sup>3</sup> V	35±5	25,85	21,07	<0,01C, <0,01Si, 0,08Mn, 0,02Mo	-	-	E
	33±5	21,00	22,00	<0,01C, <0,01Si, 0,07Mn, 0,02Mo	-	-	-
	31±5	21,10	13,80	<0,02C, <0,01Si, 0,08Mn, 0,02Mo	-	-	-
	23±5	18,21	20,77	<0,01C, <0,01Si, 0,08Mn, 0,02Mo	-	-	-
	18	18,20	14,00	<0,02C, <0,01Si, 0,08Mn, 0,02Mo	-	-	-
Stampton, Jones, Lorette (1978) <sup>3</sup>	45-50	21,10	13,80	<0,02C, <0,01Si, 0,08Mn, 0,02Mo	-	-	F
	52	-	-	<0,02C, <0,01Si, 0,08Mn, 0,02Mo	-	-	-
Yang, Spruel (1982) <sup>27</sup>	8	18,2	-	8,75	-	-	C
	88	17,3	-	13,3	-	-	-
	25	18,0	14,1	0,016C	-	-	-
	43	19,0	14,1	0,018C	-	-	-
	36	19,0	14,0	0,006C	-	-	-
	13	14,9	11,4	0,005C	-	-	-
	43	18,1	20,5	0,005C	-	-	-

\* O valor relatado foi multiplicado por 2,3. O valor de EDE que consta na coluna 7 da tabela I foi obtido dividindo o valor relatado pelo módulo de cisalhamento, publicado e multiplicado pelo módulo  $G_{111} = 6,6 \times 10^{10} \text{ N/m}^2$  para reduzir o espalhamento dos dados. Os símbolos da primeira coluna ( $\Delta$ ,  $\circ$ , ... etc) foram utilizados na figura 4 para distinguir os autores. Métodos: A = nós estendidos; B = frequência de macla; C = difração de Raios-X; D = imagens de pares de defeitos de empilhamento intrínseco; E = separação de discordância estendidas usando feixe fraco; F = nós estendidos usando feixe fraco.

Os aços 304, 347 e 316 estudados aqui apresentaram os  $\langle \text{NLE} \rangle$ 's de 2,907; 2,985 e 2,980 respectivamente, o que os coloca na faixa de baixas EDE's. Esses aços sofreram transformações parciais de austenita CFC para martensita CCC quando cominuidos por limeagem.

O aço austenítico estabilizado com Ti, DIN-W-1.4970, apresenta maior teor de Ni e menor teor de Cr que os demais analisados neste trabalho. Nele não se observou martensitas induzidas por deformação. Também não foram observadas a ferrita  $\delta$  e fases intermetálicas. Esses resultados, assim como  $\gamma = 30 \text{ mJ/m}^2$ , mais elevado, decorrem do aumento do teor de Ni, que estabiliza a austenita, e do menor teor de Cr, que tem como frequência um menor  $\langle \text{NLE} \rangle$  (2,761).

## CONCLUSÕES

Um método foi implantado para determinar a energia de defeito de empilhamento, microtensão quadrática média e probabilidade de defeito de empilhamento de metais e ligas CFC por difração de Raios-X. O método foi testado para os metais puros Ag, Au, Cu e Al.

Este método foi aplicado para determinar as energias de defeito de empilhamento dos aços inoxidáveis autênticos AISI 304, AISI 316, AISI 347 e DIN-WERKSTOFF 1.4970, obtendo respectivamente 20, 17, 14 e 30mJ/m<sup>2</sup>. Estes resultados apresentam conformidade com as medidas de raios de nós de discordância por microscopia eletrônica de transmissão. Entretanto, o método de difração raios-X se aplica potencialmente a uma faixa de maior da EDE.

Uma revisão dos resultados da literatura foi feita e um método para estimar a EDE de aços inoxidáveis austeníticos a partir de sua composição foi proposto com base na teoria de lacunas eletrônicas.

A tendência dos resultados da literatura sugere que a energia de defeito de empilhamento diminui com o aumento de lacunas eletrônicas (ou com o aumento do cromo equivalente).

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ADLER, R. P. I.; OTTE, H. M.; WAGNER, C. N. J. Determination of dislocation density and stacking-fault probability from X-ray powder pattern peak profiles. *Metall. Trans.*, 1(9):2375-82, 1970.
2. AHLERS, M. Stacking fault energy and mechanical properties. *Metall. Trans.*, 1(9):2415-28, 1970.
3. BAMPTON, C. C.; JOHNS, I. P.; LORETTO, M. H. Stacking fault energy measurements in some austenitic stainless steels *Acta Metall.*, 26:39-51, 1978.
4. BOWKETT, M. W. & HARRIES, D. R. *Martensitic transformations in Cold Rolled En 58B (type 321) austenitic stainless steel*. Harwell, UKAEA Atomic Energy Research Establishment, Apr. 1978. (AERE - R - 9093).
5. BUTAKOVA, E. D.; MALYSHEV, K. A.; NOSKOVA, N. I. Stacking fault energy in iron nickel and iron-nickel-chromium alloys. *Phys. Met. Metallogr.*, 35(3):213-15, 1973.
6. CLEMENT, A.; CLEMENT, N. ; COULOMB, P. Paires de défauts intrinseque et extrinseque dans un acier inoxydable et dans un Alliage Cuivre-Silicium. *Phys Status Solid*, 21:K97-K98, 1967.
7. COULOMB, P. Experimental estimation of stacking-fault and antiphase-boundary energies. *J. Microsc. Spectrosc. Electron.*, 3(4):295-306, 1978.
8. DIETER, E. G. *Mechanical metallurgy*. 2.ed. New York, McGraw-Hill, 1976.
9. DILLAMORE, I. L.; SMALLMAN, R. E.; ROBERTS, W. T. A determination of the stacking-fault energy of some pure F. C. C. metals *Philos. Mag.*, 9:517-26, 1964.
10. DOUGLASS, D. L.; THOMAS, G.; POSER, R. Ordering, stacking faults and stress corrosion cracking in austenitic alloys. *Corrosion*, 20(1):154-284, 1964.
11. DULIEU, D. & NUTTING, J. Metallurgical developments in high alloy steels influence of solute additions on the stacking fault energy of iron-nickel-chromium austenites. ISI SPEC. Rep. 86, 1964. p. 140-5.

12. FAULKNER, E. A. Calculation of stored energy from broadening of X-ray diffraction lines. *Philos. Mag.*, 2:519-21, 1960.
13. FAWLEY, R.; QUADER, M. A.; DODD, R. A. Compositional effects on the deformation modes. Annealing twin frequencies, and stacking fault energies of austenitic stainless steels. *Trans. Metall. Soc. AIME*, 242:771-6, 1968.
14. GALLAGER, P. C. J. The influence of alloying, temperature, and related effects on the stacking fault energy. *Metall. Trans.*, 1:2429-61, 1970.
15. LANTANISION, R. M. & RUFF JR., A. W. Extrinsic-intrinsic stacking fault pairs in an Fe-Cr-Ni alloy. *J. Appl. Phys.*, 40(7):2716-20, 1969.
16. LANTANISION, R. M. & RUFF JR., A. W. The temperature dependence of stacking fault energy in Fe-Cr-Ni alloys. *Metall. Trans.*, 2(2):505-9, 1971.
17. LECROISEY, F. & PINEAU, A. Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system. *Metall. Trans.*, 3:387-96, 1972.
18. LECROISEY, F. & THOMAS, B. On the variation of the intrinsic stacking fault energy with temperature in Fe-18 Cr-12 Ni alloys. *Phys. Status Solidi A*, 2(4):K217-K220, 1970.
19. MURR, L. E. Stacking-fault anomalies on the measurement of stacking-fault free energy in F. C. C. *Thin Solid Films*, 4:389, 1969.
20. NEFF, D. V.; MITCHELL, T. E.; TROIANO, A. R. The influence of temperature, transformation and strain rate on the ductility properties of austenitic stainless steels. *Trans. ASM*, 62(4):858-68, 1969.
21. NEWTON, C. J. & RUFF, A. W. X-ray diffraction measurements of stacking faults in alpha silver-tin alloys. *J. Appl. Phys.*, 37(19):3860-8, 1966.
22. PAULING, L. The nature of the interatomic forces in metals. *Phys. Rev.*, 54:899-904, 1938.
23. REED, R. P. & SCHRAMM, R. E. Relationship between stacking-fault energy and X-ray measurements of stacking fault probability and microstrain. *J. Appl. Phys.*, 45(11):4705-7, 1974.
24. RHODES, C. G. & THOMPSON, A. W. The composition dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels. *Metall. Trans., A*, 8:1901, 1977.
25. ROTHMAN, R. L. & COHEN, J. B. A new method for fourier analysis of shapes of X-ray peaks and its application to line broadening and integrated intensity measurements. *Adv. X-ray Anal.*, 12:208-35, 1969.
26. RUFF JR., A. W. Measurement of stacking fault energy from dislocations interactions. *Metall. Trans.*, 1(9):2391-413 1970.
27. SCHRAMM, R. E. & REED, R. P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metall. Trans.*, 6(7):1345-51, 1975.
28. SEETHARANAN, V. & KRISHNAN, J. Influence of the martensitic transformation on the deformation behavior of an AISI 316 stainless steel at low temperatures. *J. Mater. Sci.*, 16:523-30, 1981.

29. SILCOCK, J. M.; ROOKES, R. W.; BARFORD, J. Twin frequency and stacking fault energy in austenitic steels. *J. Iron Steel Inst.*, 204:623-7, 1965.
30. SWANN, P. R. Dislocation arrangements in face-centered cubic metals and alloys. In: THOMAS, G. & WASHBURN, J., eds. *Electron microscopy and strength of crystals*. New York, Interscience, 1963. p. 131-81.
31. SWANN, P. R. Dislocation substructure vs transgranular stress corrosion susceptibility of single phase alloys. *Corrosion*, 19:102t-112t, 1963.
32. THOMPSON, A. W. The behaviour of sensitized 309s stainless steel in hydrogen. *Mater. Sci. Eng.*, 14:253-64, 1974.
33. WARREN, B. E. *X-ray diffraction*. Reading, Mass., Addison Wesley, 1969. p. 288-91.
34. WARREN, B. E. & AVERBACH, B. L. The effect of cold-work distortion on X-ray patterns. *J. Appl. Phys.*, 21:595-9, 1950.
35. WATKIN, J. S. Dependence of void swelling on the electron vacancy concentration. In: AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Irradiation effects on the microstructure and properties of metals*. Philadelphia, 1976. p. 270-83. (ASTM special technical publication, 611).
36. WILLIAMS, G. K. & SMALLMAN, R. E. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum. *Philos. Mag.*, 1:34, 1956.
37. YANG, S. W. & SPRUIELL, J. E. Cold-worked state and annealing behaviour of austenitic stainless steel. *J. Mater. Sci.*, 17:677-90, 1982.
38. YOUNG, R. A.; GERDES, R. J.; WILSON, A. J. C. Propagation of some systematic errors in X-ray line profile analysis. *Acta Crystallogr.*, 22:155-62, 1967.