

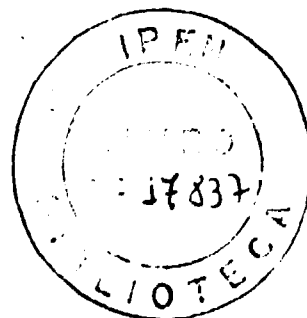
**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
**AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**

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

**JOSÉ FERNANDO ALVIM BORGES**

Dissertação apresentada como parte dos  
requisitos para obtenção do Grau de  
Mestre em Tecnologia Nuclear.

Orientador: Dr. Kengo Imakuma



**SÃO PAULO**

**1985**

# I N D I C E

		Pag.
I	INTRODUÇÃO .....	1
II	OBJETIVO DO TRABALHO .....	3
III	ENERGIA DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO EM CRISTAIS CFC .....	4
IV	PRINCIPAIS TÉCNICAS PARA DETERMINAÇÃO DA E.D.E. ..	12
	IV 1. A Relação entre a E.D.E. e a Temperatura ..	20
V	FUNDAMENTOS TEÓRICOS DO MÉTODO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X .....	23
	V 1. Correlação entre a Densidade de Discor- dâncias, Probabilidade de Falha de Empi- lhamento e a E.D.E. ....	24
	V 2. Redes Recíprocas de Cristais Perfeitos e Deformados ou Imperfeitos .....	27
	V 3. Alargamento Produzidos em Função da Redução dos Domínios de Difração .....	28
	V 4. Alargamento Produzido por Distorções .....	29
	V 5. Alargamento dos Perfis de Deslocamento dos Picos Produzidos por Defeitos de Empilhamento .....	29
	V 6. A Análise de Fourier dos Perfis de Difração de Raios-X .....	30
	V 7. Determinação dos Coeficientes de Fourier dos Perfis de Difração .....	32

	V 8. A Correção de Stokes .....	33
	V 9. O Método de Warren-Averbach .....	36
	V 10. Probabilidade de Defeito de Empilhamento ..	40
VI	MATERIAIS E MÉTODOS .....	42
	VI 1. Materiais .....	42
	VI 2. Carbonetos .....	42
	VI 3. Preparação de Amostras .....	45
VII	RESULTADOS .....	43
	VII 1. Microtensão Quadrática Média e Probabilida des de Defeitos de Empilhamento .....	48
	VII 2. Energias de Defeito de Empilhamento .....	51
VIII	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS .....	56
	VIII 1. Metais Puros .....	56
	VIII 2. O Valor de $K_{111W_0}$ .....	61
	VIII 3. Aços Inoxidáveis Austeníticos .....	62
	VIII 4. Correlação entre o Número Médio de Lacu nas Eletrônicas e a E.D.E. ....	70
IX	CONCLUSÕES .....	76
	IX 1. APÊNDICE A - Transformação de Fourier e Conclusões .....	77
	IX 2. APÊNDICE B - Efeitos da Anisotropia Elás tica .....	79
	REFERÊNCIAS .....	81

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

José Fernando Alvim Borges

RESUMO

Desenvolveu-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 microestrutura e 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 de análises de Fourier nos perfis de difração de raios-X, corrigidos dos efeitos 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 desenvolvido utilizando-se de metais padrões de Ag, Au, Cu e Al, de alta pureza, e aplicados em aços inoxidáveis austeníticos AISI, 304, AISI 316, AISI 347 e DIN-WERKSTOFF 1.4970.

ON THE MEASUREMENT OF THE STACKING-FAULT ENERGIES OF FACE CENTERED CUBIC  
META AND AUSTENITIC STAINLESS STEELS BY X-RAYS DIFFRACTION.  
STAINLESS

José Fernando Alvim Borges

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 microstructure 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.

As discordâncias contidas no plano (111) de materiais com estrutura C.F.C. podem estar dissociadas em duas discordâncias entre-meadas por uma faixa de material, cujo empilhamento dos planos compactos está alterado. Quanto menor é a energia por unidade de área do defeito de empilhamento (E.D.E.), tanto maior é o afastamento mútuo das discordâncias parciais, ou seja, a largura da faixa. Para sofrerem escorregamento com desvio ("crossslip") para outros planos de escorregamento, segmentos de discordâncias em hélice precisam sofrer constricção. O trabalho necessário para a constricção depende da distância que separa as duas discordâncias parciais e conseqüentemente da E.D.E.

A medida da E.D.E. fornece informações valiosas para o entendimento e previsão das propriedades mecânicas, subestrutura de deformação, estabilidade microestrutural e até da configuração eletrônica dos metais e suas soluções sólidas. Uma diminuição da E.D.E. ocasiona aumento na taxa de encruamento (23), na resistência à fluência (17) e na resistência à fadiga (46). A distribuição de discordâncias é também mais uniforme e planar (112), a densidade de discordâncias maior (33), a energia armazenada na deformação maior (24), a recristalização mais fácil (123) e as maclas de recozimento mais frequentes (101). Por outro lado, a susceptibilidade à corrosão sob tensão aumenta com a diminuição da E.D.E. (33). A E.D.E. está também relacionada com a textura (29), com o inchamento causado por irradiação (126), com a estabilidade de fases intermetálicas (126), com a relação elétron/átomo ( $e/a$ ) (5) e com a densidade de lacunas eletrônicas (126). A E.D.E. é, portanto, um dos parâmetros mais importantes dos sólidos cristalinos, e o seu conhecimento é essencial para a seleção de materiais e o desenvolvimento de novas ligas.

Os materiais selecionados no presente estudo para medidas da E.D.E. foram os metais puros Ag, Au, Cu, e Al e os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304, AISI 347, AISI 316, Aços com teores elevados de Nióbio e o Aço inoxidável austenítico DIN-WERKSTOFF nº 1.4970. Os metais puros foram escolhidos por que suas E.D.E. já são bem conhecidas da literatura. Os resultados referentes aos metais puros foram utilizados para aferir e testar o método de difração de Raios-X empregado neste trabalho. Aços inoxidáveis austeníticos são frequentemente utilizados para confeccionar tubos de paredes finas para revestimento do elemento combustível de reatores nucleares. Na classe de reatores rápidos, o uso de aços inoxidáveis como revestimento das varetas combustíveis é praticamente exclusivo. No EUA, URSS, Japão, Inglaterra, o aço é do tipo AISI 316, enquanto que na RFA o aço adotado é o DIN-WERKSTOFF 1.4970 (67). Aço inoxidável austenítico foi também o material escolhido para encamisante da vareta combustível dos primeiros reatores de água leve dos tipos PWR (Pressurized Water Reactor) e BWR (Boiling Water Reactor).

A partir da década de 60, os aços inoxidáveis foram crescentemente substituídos nos reatores comerciais por ligas de zircônio do tipo Zircaloy, devido principalmente à sua menor absorção de neutrons. Por outro lado, os reatores PWR utilizados em propulsão, continuaram empregando com mais frequência aços inoxidáveis austeníticos. Nestas aplicações, dois tipos de aço tem sido utilizados: AISI 304 e AISI 348. Após o acidente no reator de "Three Mile Island", a questão aço inoxidável versus Zircaloy foi reaberta (2) também para reatores comerciais, agora não do ponto de vista do desempenho, mas do ponto de vista de segurança.

## II - OBJETIVO DO TRABALHO

O objetivo principal do trabalho é desenvolver um método que permita medidas em uma ampla faixa de E.D.E.. O método deverá ser testado em materiais cujas energias de defeito de empilhamento são bem estabelecidas na literatura. Os materiais escolhidos para testar o método foram os metais C.F.C. - Ag, Cu, Au e Al que já foram extensivamente estudados e discutidos. Além disto, o trabalho tem por escopo obter as energias dos aços inoxidáveis austeníticos dos tipos AISI 304, AISI 347 e AISI 316, que são ligas importantes na tecnologia de reatores. Será também determinada a E.D.E. do aço DIN-WEKSTOFF nº 1.4970, empregado na RFA como material de vareta combustível do reator rápido SNR-300, sobre o qual não se dispõe de medidas deste parâmetro.



### III - ENERGIA DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO EM CRISTAIS C.F.C.

As estruturas de cristais C.F.C. e H.C. podem ser simuladas concebendo-se os átomos como esferas rígidas, ligadas por forças coesivas, que dispõem-se de maneira que o volume intersticial é minimizado (64). As esferas são arranjadas em camadas colocando-se cada uma delas em contato com suas outras, de modo que o empacotamento seja o máximo. Um esquema deste arranjo está desenhado na figura (1). No esquema, as posições dos centros dos átomos são chamadas A e as posições dos centros dos vales são distinguidas por B ou C. Dada, por exemplo, uma camada de átomos A, podemos estender o máximo empacotamento empilhando uma camada idêntica sobre sítios B (ou C). A sequência de empilhamento de planos compactos C.F.C. é gerada acrescentando-se um terceiro plano compacto sobre as posições C (ou B) definidas na camada original. A Sequência de empilhamento de uma estrutura C.F.C. é portanto do tipo ABCABC .... ou ACBACB ..... A

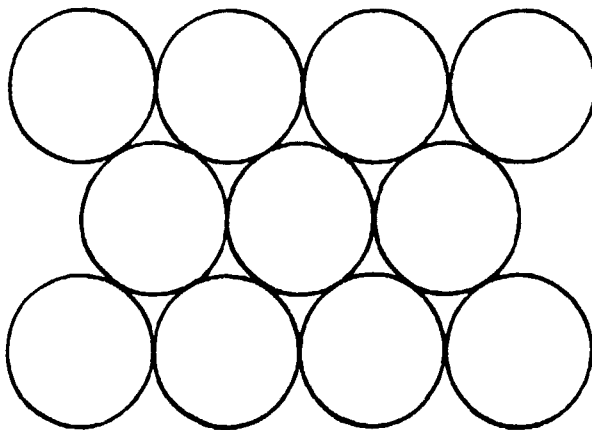


Figura 1. Plano compacto de um arranjo de esferas colocadas umas em contato com outras.

outra maneira de empilhar a terceira camada com máximo empacotamento define a sequência ... ABABAB ..., características de cristais H.C. A figura (2) representa o empilhamento de planos compactos e a figura (3) as sequências C.F.C. e H.C.

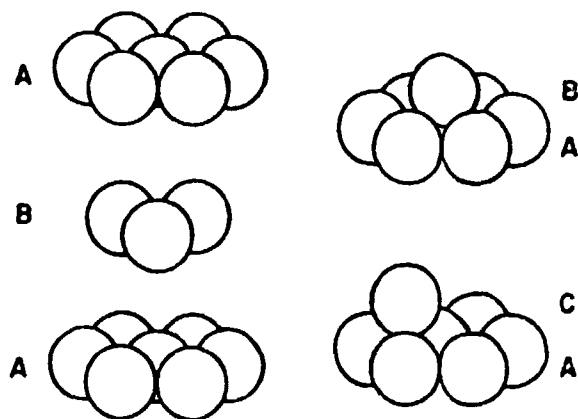


Figura 2. Empilhamento de planos atômicos compactos.

Um defeito ou falha de empilhamento é uma alteração parcial da sequência de empilhamento, que descaracteriza a estrutura cristalina em uma determinada região. O defeito de empilhamento pode ser intrínseco, extrínseco ou macla(127). O tipo intrínseco obtém-se retirando-se um plano da sequência correta. Neste tipo de defeito a estrutura C.F.C. é preservada em ambos os lados da região defeituosa, enquanto que o defeito apresenta estrutura H.C.. O tipo extrínseco obtém-se inserindo planos, que estão empilhados incorretamente em relação aos planos em ambos os lados da região defeituosa. A macla é um defeito de empilhamento onde as partes adjacentes de um cristal são arranjadas de modo que uma parte é a imagem especular da outra.

A região com defeito de empilhamento tem uma energia extra, que é chamada energia de defeito de empilhamento (E.D.E.). Como o

defeito de empilhamento preserva o empacotamento máximo, as ligações entre os vizinhos mais próximos de um átomo na região de defeito não são distorcidas. Por outro lado, as várias leis de forças interatômicas propostas para estruturas compactas predizem que uma grande

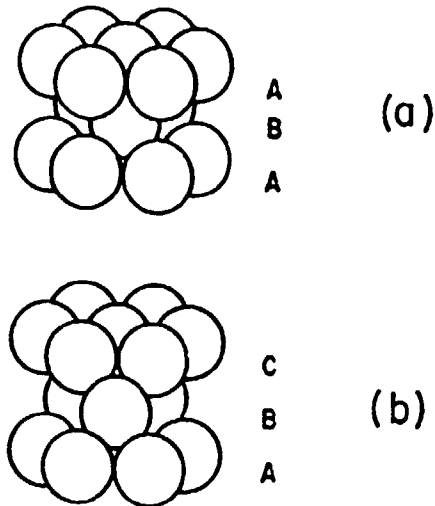


Figura 3. a) Empilhamento Hexagonal Compacto;  
b) Empilhamento Cúbico de Face Centrada.

fração da energia de ligação atômica deve-se às ligações entre vizinhos mais próximos. Portanto, deve-se esperar que os defeitos de empilhamento tenham menores energias comparadas às energias de superfícies onde as ligações entre vizinhos mais próximos são distorcidas ou rompidas.

Defeitos de empilhamento podem ser introduzidos em um cristal por deformação plástica, por irradiação, ou por resfriamento rápido ("quenching"). A deformação plástica de um cristal ocorre através do movimento relativo de seus planos de escorregamento, que são, em geral, os planos de maior densidade atômica. A direção de escorregamento é aquela de menor espaçamento intertômico do plano. Nos cristais C.F.C. os planos compactos são do tipo (111) e as direções de escorregamento são do tipo (110) (55) (vide figuras 4 e 5). Nesses

cristais a deformação plástica pode introduzir uma região de defeito de empilhamento dos planos (111). Toma-se como exemplo, um plano A de uma sequência de empilhamento. O plano subsequente B, ao escorregar, não o faz diretamente para outra posição B. O movimento é zigzagueado de B para C e, em seguida, para um outro B (vide figura 6). Quando os átomos da camada B são deslocados para posições C os planos acima de B sofrem as transições C → A, A → B e B → C, como indicado na figura 7. O movimento de escorregamento de B para C produz um defeito de empilhamento intrínseco nos planos (111).

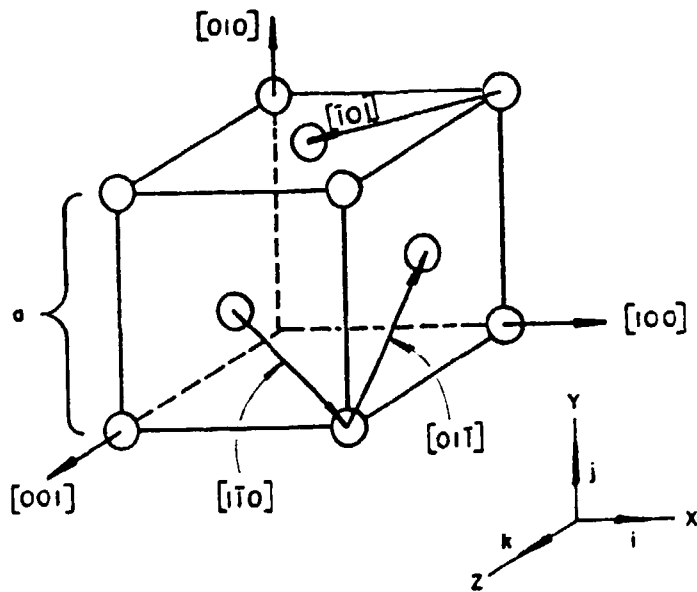


Figura 4. As direções de escorregamento, do tipo (110), em cristais CFC.

Heidenreich e Schockley(102) mostraram que o movimento de átomos durante o escorregamento ocorre através do deslocamento de discordâncias parciais. O movimento para a posição intermediária C resulta do deslocamento da discordância parcial de vetor de Burgers  $\vec{b}_2 = \frac{1}{6} [ \bar{2}11 ]$ . O movimento subsequente para B resulta do deslocamento

da discordância parcial do vetor de Burgers  $\vec{b}_3 = \frac{1}{6} [\bar{1}\bar{1}2]$ . As discordâncias parciais tem origem na dissociação da discordância unitária

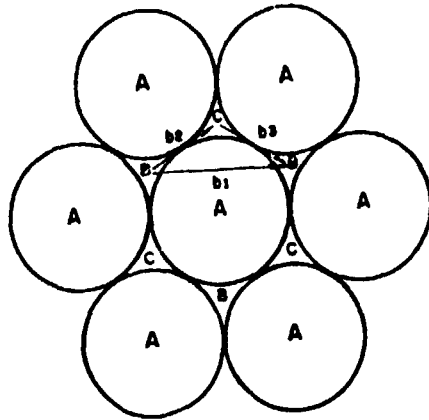


Figura 5. Plano (111) de um sistema CFC.

de vetor  $\vec{b}_1 = \frac{1}{2} [\bar{1}01]$ . A dissociação da discordância unitária em parciais é energeticamente favorecida pois a soma das energias das discordâncias parciais é menor que a energia da discordância unitária (102). A reação pode ser expressa como:

$$\vec{b}_1 + \vec{b}_2 + \vec{b}_3 \quad \text{III-1}$$

ou, no caso:

$$\frac{1}{2} [\bar{1}01] = \frac{1}{6} [\bar{2}11] + \frac{1}{6} [\bar{1}\bar{1}2] \quad \text{III-2}$$

A energia de uma discordância é diretamente proporcional ao quadrado de seu vetor Burgers. Assim:

$$b_1^2 = \frac{1}{2} \quad \text{e} \quad b_2^2 + b_3^2 = \frac{1}{3} \quad \text{III-3}$$

portanto  $b_1^2 > b_2^2 + b_3^2$  (critério de Frank) III-4

A figura 8 representa a dissociação da discordância unitária em duas parciais de Shockley entremeadas por um defeito de empilhamento. Parciais de Shockley são móveis em conjunto de planos (111).

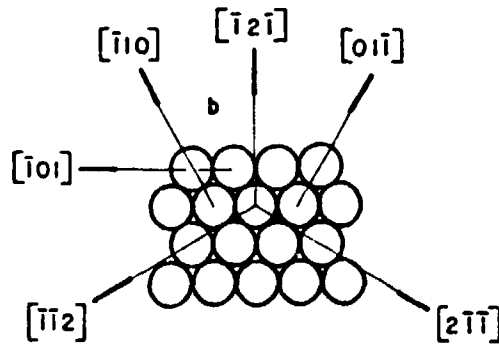


Figura 6. Direções de escorregamento, em planos (111), de cristais CFC.

As parciais e o defeito de empilhamento se movimentam solidários, mantendo constante a largura da faixa de defeito. A distância de separação das discordâncias parciais representa o equilíbrio entre duas forças: a de repulsão entre as parciais causada pelos seus campos de tensões e a atração no sentido de eliminar o defeito. A força de repulsão é:

$$f = \frac{\mu_{111} (b_2 \cdot b_3)}{2 \tau \omega \eta} \quad \text{Newton/m,} \quad \text{III-5}$$

onde  $\mu_{111}$  é o módulo de cisalhamento dos planos (111) e o seu valor é  $\frac{1}{3} (c_{11} + c_{33} - c_{12})$ , onde  $c_{ij}$  são os coeficientes de rigidez elástica

ca;  $\vec{b}_2$  e  $\vec{b}_3$  são os vetores de Burgers das discordâncias parciais ;  $\omega$  é a largura da faixa de defeito de empilhamento intrínseco;  $\eta = 1$  para uma discordância helicoidal e  $\eta = 1 - \gamma$  para uma discordância

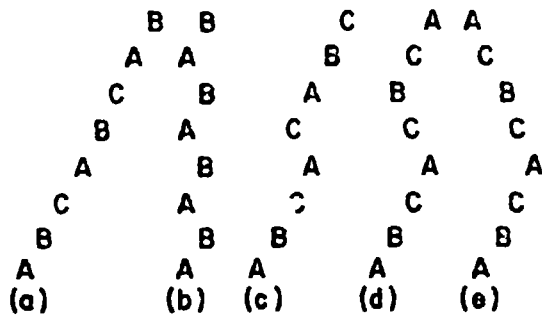


Figura 7. Sequências de empilhamento: (a) CFC; (b) HC; (c) defeito intrínseco; (d) defeito extrínseco; (e) macla.

em cunha ( $\gamma$  é a razão de Poisson). A força de atração por unidade de comprimento que chamamos " $\gamma$ " é a energia de defeito de empilhamento por unidade de área do defeito. No equilíbrio:

$$\gamma = f = \frac{\mu_{111}}{2\tau\omega\eta} (\vec{b}_2 \cdot \vec{b}_3) \text{ Joules/m}^2 \text{ ou Newton/m.}$$

III-6

A configuração de um defeito de empilhamento extrínseco é gerada quando a sequência com defeito intrínseco é cisalhada de modo que os átomos dos planos abaixo do plano central A são deslocados de um vetor  $-b_2 = \frac{1}{6} [\bar{2}11]$ . Deste modo, o plano C move-se para B, e os planos subjacentes sofrem as transições  $B \rightarrow A$ ,  $A \rightarrow C$ ,  $C \rightarrow B$ , resultando em um defeito extrínseco (vide figura 7). Uma macla coerente é formada quando o deslocamento  $\frac{1}{6} [\bar{2}11]$  ocorre continuamente,

plano por plano, acima do plano central A de uma seqüência de empilhamento C.F.C. (vide figura 7) (52).

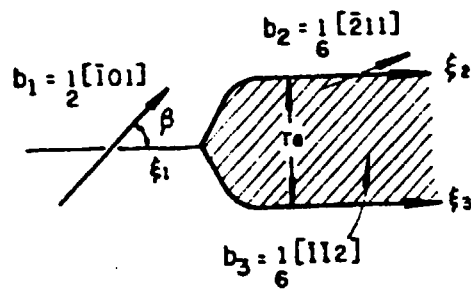


Figura 8. Discordância perfeita dissociada em duas parciais de Shockley.



IV - PRINCIPAIS TÉCNICAS PARA DETERMINAÇÃO DA E.D.E.

A evidência da importância da E.D.E. como característica dos materiais levou os pesquisadores a empreenderem esforços no sentido de desenvolverem métodos que possibilitassem obter valores bem determinados dessa energia. Entretanto, os vários métodos gerados apresentam restrições quanto à aplicabilidade e a precisão dos resultados. Assim sendo, o consenso de um valor característico de um metal ou liga exige uma revisão crítica dos métodos e resultados. A E.D.E. pode ser determinada experimentalmente por observação direta no microscópio eletrônico de transmissão de configurações extendidas de defeitos de empilhamento como nós, anéis, faixas múltiplas, tetraedros e dipolos. Existem também métodos indiretos como o de textura, Difração de Raios-X e  $\tau$  III (31).

A primeira determinação da E.D.E. por observação direta foi feita por Whelan (131), que mediu raios de nós de discordâncias em aços inoxidáveis (vide figura 9) Whelan equacionou suas medidas supondo que a discordância parcial limítrofe está em equilíbrio sob uma

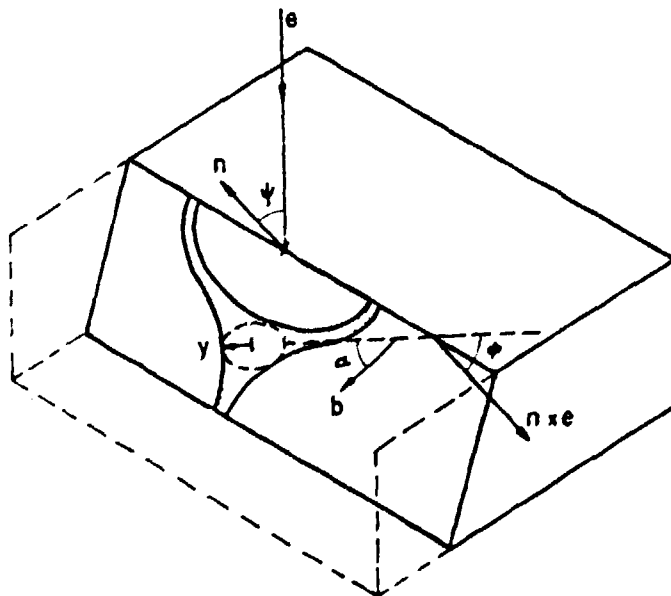


Figura 9. Raios de nós de discordância.

força por comprimento unitário devida à energia da linha, tendendo a eliminar a curvatura, e uma força "  $\gamma$  " por comprimento unitário tendendo a contrair o nó, devida à atração produzida pelo defeito de empilhamento (93). Esse tratamento não considera apropriadamente as interações entre as discordâncias do nó e o uso de uma tensão de linha constante é válido apenas qualitativamente. Sucessivos refinamentos da teoria relacionando "  $\gamma$  " e os parâmetros mensuráveis dos nós, usualmente os raios internos e externos, foram elaborados até que três teorias (13), (14), (60), (61) independentes revelaram um bom acordo. A revisão das medidas iniciais de Whelan segundo as novas teorias mostraram que os seus resultados podem estar errados por um fator entre 1,7 e 2,4 (42). Embora o aperfeiçoamento da teoria tenha conferido credibilidade ao método, alguns problemas como as suposições de equilíbrio local da configuração, de isotropia elástica, e o tratamento do núcleo da discordância, ainda não foram resolvidos. O intervalo de aplicação do método com precisão é:

$$2 \times 10^{-4} \leq \frac{\gamma}{\mu\text{b}} \leq 3 \times 10^{-3} .$$

Alguns metais importantes, tais como Al e Ni, apresentam E.D.E. acima do limite superior que pode ser determinado por este método. É possível, todavia, extrapolar curvas de gráficos de variação da E.D.E. com a concentração de elétrons de ligas para estimar o valor da E.D.E. do solvente (104) (vide figura 10).

A E.D.E. também pode ser determinada através de medidas da separação de discordâncias estendidas (93). Entretanto, em muitos materiais essa separação é muito pequena para medidas precisas.

Faixas duplas de defeitos de empilhamento encontradas nesses materiais apresentam separações características grandes o suficiente

para viabilizar medidas de E.D.E. em contrastes de imagens de difração obtidas pelo microscópio eletrônico de transmissão. Esse método possibilita as determinações mais precisas da E.D.E para  $\frac{\gamma}{\sigma} \leq 5 \times 10^{-3}$ .

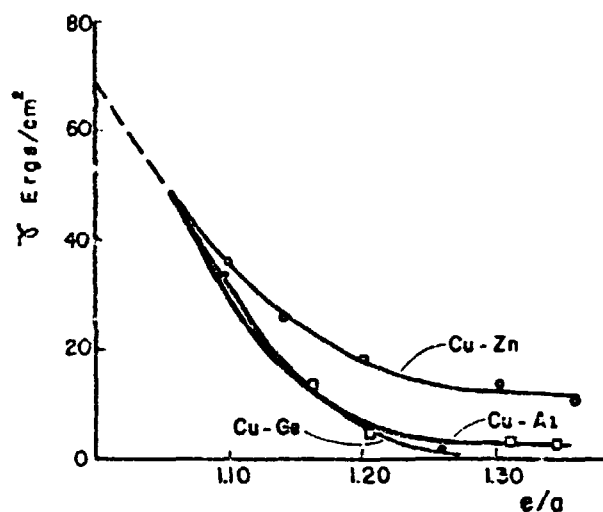


Figura 10. Extrapolação de  $\gamma$  a partir da sua dependência com a concentração de elétrons em ligas; transcrição da referência (102).

A figura 11 apresenta desenhos esquemáticos de faixas duplas de defeitos de empilhamento. Os cálculos das separações das discordâncias podem incluir os efeitos da anisotropia elástica quando as constantes elásticas são conhecidas. Embora o método dos nós e faixas duplas de defeitos de empilhamento estejam restritas a materiais de baixas E.D.E. sua grande precisão fornece padrões para calibrar outros métodos mais abrangentes.

Outros métodos, que incluem medidas sobre tetraedros de defeitos de empilhamento e dípolos de discordâncias, podem ser aplicados a metais de energias ligeiramente mais elevadas (93). Dípolos de discordâncias são pares de discordâncias paralelas com vetores de Burgers opostos (vide figura 12) e podem ser gerados por deformação



plástica. O método do dipolo é exequível sobre o intervalo:

$$2 \times 10^{-3} \leq \gamma / \mu b \leq 12 \times 10^{-3}$$

Hirsch e seus colaboradores observaram, em seu trabalho pioneiro em microscopia eletrônica de transmissão, que defeitos puntiformes precipitam não somente em defeitos de empilhamento, mas também

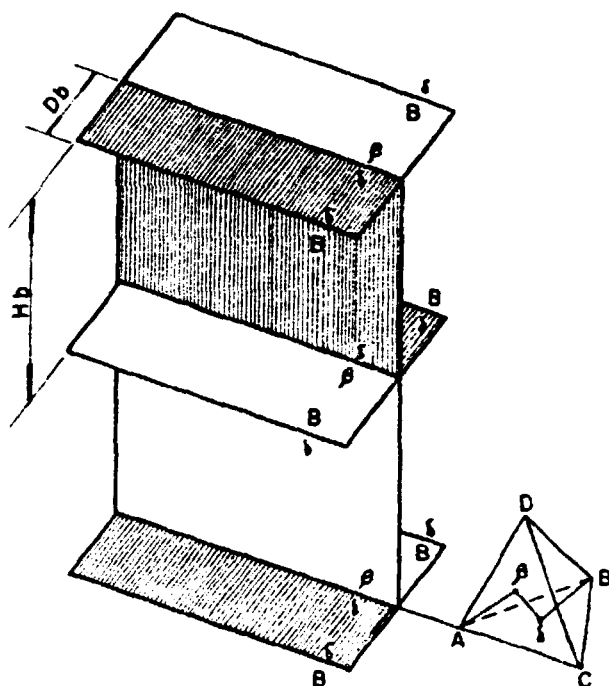


Figura 12. Desenho esquemático das quatro configurações possíveis de dipolos defeituosos. Defeitos extrínsecos estão hachurados.

sob a forma de pequenos tetraedros. A figura (13) esquematiza a formação de um tetraedro. Medidas de E.D.E. nessa configuração estão restritas ao intervalo:

$$2 \times 10^{-3} \leq \frac{\gamma}{\mu b} \leq 8 \times 10^{-3}$$

Comparações dos resultados de observação de tetraedros e dipolos com os obtidos pelo método dos nós, não demonstraram um bom acordo e os méritos desses métodos devem ser objeto de estudos adicionais.

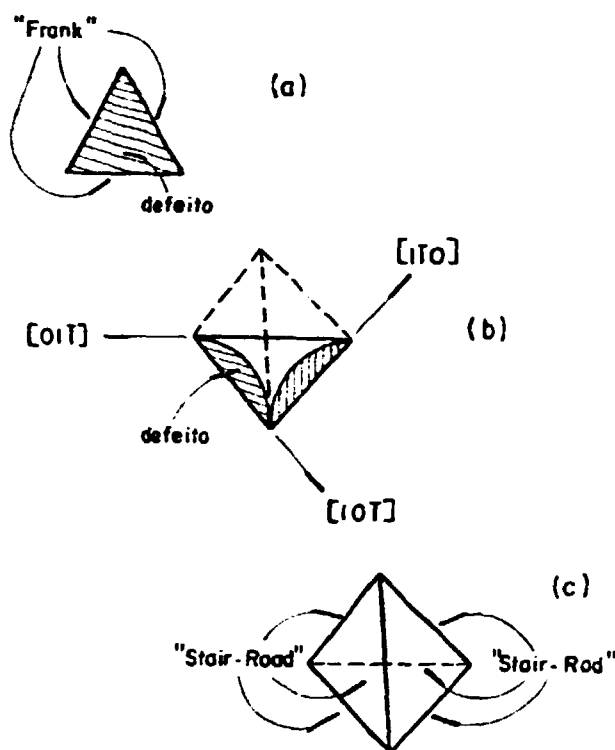


Figura 13. Precipitação de defeitos segundo pequenos tetraedros

A observação da escalagem de anéis de discordâncias pode ser empregada para determinar a E.D.E. de metais com energias mais elevadas (10.), (105), (106). Anéis de discordâncias contendo defeitos de empilhamento de natureza intrínseca ou extrínseca podem ser produzidos por têmpera ou por irradiação. Aquecendo-se uma lâmina de metal contendo anéis de discordâncias, lacunas são emitidas, e os anéis encolhem por escalagem. Desde que o potencial termodinâmico para o processo de escalagem nasce principalmente do defeito de empilhamento, pode ser estabelecida uma relação entre a E.D.E. e a taxa de escala

gem. A comparação entre o encolhimento de anéis de discordâncias perfeitos e anéis contendo defeitos de empilhamento conduz aos valores da E.D.E.. Em metais de E.D.E. muito baixas, a nucleação e a propagação de "Jogs" desempenham um papel mais importante que a difusão de defeitos pontiformes e o método não pode ser aplicado.

Entre os métodos indiretos destacam-se o de textura por difração de Raios-X,  $\tau_{III}$  e difração de Raios-X. O método  $\tau_{III}$  (5) baseia-se na relação entre a E.D.E. e a ocorrência de escorregamento com desvio. Discordâncias em hélice dissociadas podem sofrer constrição e escorregarem com desvio para outro plano compacto. A energia necessária para a constrição depende da separação das discordâncias parciais e, conseqüentemente, da E.D.E.. O escorregamento com desvio induzido por tensão começa no início do terceiro estágio de deformação, onde ocorre recuperação dinâmica. A tensão  $\tau_{III}$  para a qual o escorregamento com desvio tem início depende da temperatura e da taxa de escorregamento com desvio. A energia de ativação para "cross slip" é inversamente proporcional à " $\gamma$ ". A E.D.E. é calculada estimando-se a energia de ativação para o "cross slip" através de ensaios mecânicos com auxílio da equação de  $\tau_{III}$ . A acurácia com a qual  $\tau_{III}$  pode ser determinada experimentalmente depende, entretanto, da precisão da medida da inclinação do estágio II. Para metais cujas curvas tensão - deformação apresentam apenas uma pequena região linear de encruamento um grande espalhamento dos valores de  $\tau_{III}$  pode resultar (vide figura 14). Erros sistemáticos podem também estar presentes na determinação de  $\tau_{III}$ , pois despreza-se a tensão devida à fricção das discordâncias, que é independente do escorregamento com desvio.

O método de textura (105), (29), (103) fundamenta-se na relação empírica entre a transição de textura e a incidência de escorregamento com desvio, que depende da ativação térmica e da E.D.E.. Embora a textura da laminação dependa da E.D.E., a natureza dessa

dependência ainda não foi bem esclarecida. Para metais de energias baixas, a correlação entre orientação preferencial e a facilidade de "cross slip" falha. Neste caso, a principal contribuição para a textura deve-se à presença de maclas e de defeitos de empilhamento.

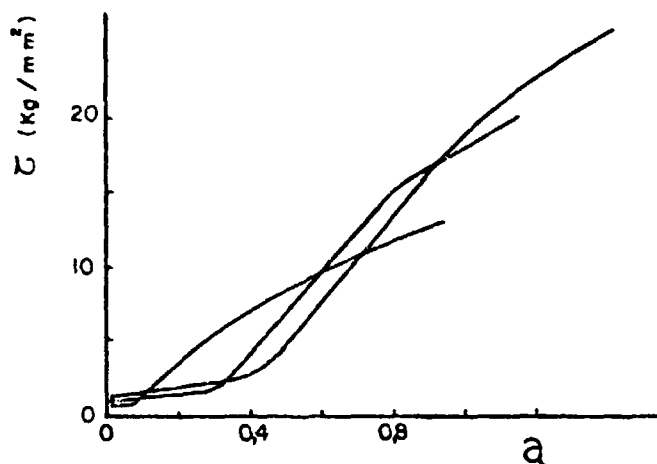


Figura 14. Escorregamento por desvio induzido por tensão, no terceiro estágio de deformação.

Estudos mais recentes mostraram que medidas combinadas de densidade de discordâncias e probabilidade de defeito de empilhamento por difração de Raios-X podem ser aplicados para determinar uma ampla faixa de valores de E.D.E. em cristais C.F.C. (37).

Os resultados da E.D.E. de um mesmo material obtidos por diversos métodos revelaram um grande espalhamento. A razão básica para isso é que todos os métodos são modelos que descrevem algum processo no qual a E.D.E. está envolvida e darão resultados errados se os modelos apresentarem incorreções. O exame crítico dos métodos de determinação da E.D.E. resultou na escolha do método de difração de Raios-X. Os métodos que utilizam microscopia eletrônica de transmissão são os mais precisos, mas o emprego de cada um deles está restrito a medidas em pequenos intervalos de E.D.E.. Assim para



determinar as energias de um conjunto de metais como Ag, Au, Cu e Al que apresentam energias em uma ampla faixa, é necessário selecionar um método conveniente para cada medida. Dentre os métodos indiretos, o de difração de Raios-X é o mais preciso. Entre seus principais méritos podemos destacar a sua aplicação em uma ampla faixa de E.D.E. (86). Além disso, a sua formulação está amparada em um arcabouço teórico consistente. Sua reprodução experimental é relativamente simples e a análise dos dados pode ser facilmente computadorizada.

#### IV.1 - A RELAÇÃO ENTRE A E.D.E. E A TEMPERATURA

Desde que a E.D.E. é um dos fatores fundamentais ao conhecimento das propriedades de metais C.F.C. e suas soluções sólidas, é importante saber a sua variação com a temperatura. Muitos materiais de interesse em tecnologia nuclear tem aplicações em temperaturas elevadas. Por exemplo o ensaio de fluência sob carga constante é realizado em altas temperaturas. Barret e Sherby ( 8 ), a partir de estudos em Ag, Cu, Ni e Al, mostraram que em temperaturas próximas do ponto de fusão, a velocidade de fluência ( $\dot{\epsilon}$ ) é proporcional a  $\dot{\gamma}^{3,5}$ . Infelizmente é difícil estudar o efeito da temperatura na E.D.E. de ligas pois muitos fatores alteram o tamanho dos defeitos de empilhamento quando a temperatura é variada. Podemos citar entre esses fatores: a segregação, que aumenta a área de defeito de empilhamento, e a dessegregação, o destravamento termicamente ativado de discordâncias, a variação de constantes elásticas com o aumento de temperatura, a perda de soluto por precipitação, a ordenação, a redução no nível de tensão interna, que reduzem a área de defeito de empilhamento.

O fenômeno de segregação observado por Susuki é a diferença da concentração de equilíbrio de átomos de elementos de liga no

defeito de empilhamento e a concentração média no cristal. Segundo Douglass e colaboradores (33) a E.D.E. aparente de um sistema deve aumentar como resultado de ordem a curta distância, mas a distribuição de discordâncias é planar como as encontradas em metais e ligas de baixas E.D.E.. A ordem a curta distância dificulta o escorregamento com desvio, embora as distâncias entre as discordâncias parciais sejam menores.

Remy, Pineau e Thomas (88) revisaram os dados experimentais da dependência temperatural da E.D.E.. Os dados experimentais provenientes da observação de nós por microscopia eletrônica foram classificados em três categorias:

A) Alterações completamente reversíveis no tamanho dos nós

Neste caso, os efeitos da segregação, alterações globais de composição e forças de impedância da rede e dos solutos podem ser desprezadas. Portanto, a dependência temperatural da E.D.E.,  $d\gamma/dT$ , pode ser estimada sem ambiguidades a partir das variações nas dimensões dos nós.

B) Alterações reversíveis no tamanho dos nós com histerese

Neste caso as forças de impedância da rede de solutos não são desprezíveis, mas são pequenas comparadas com a verdadeira variação da E.D.E. com a temperatura. A estimativa de  $\frac{d\gamma}{dT}$  é menos confiável que a do primeiro caso, mas o sinal de  $\frac{d\gamma}{dT}$  pode ser estimado corretamente.

--

C) Alterações parcialmente ou totalmente irreversíveis do tamanho dos nós

Neste caso, os fatores citados afetam o tamanho dos defeitos e não permitem, em geral, uma determinação confiável da variação da E.D.E. com a temperatura.

Embora o número de fatores dificulte a previsão do comportamento da E.D.E. com a temperatura, algumas conclusões podem ser delineadas:

- 1) A E.D.E. aumenta com a temperatura em quase todos os sistemas C.F.C. estudados, com exceção da Prata e de uma liga Ag - Zn (88).
- 2) No sistema Fe - Cr - Ni, a E.D.E. aumenta com a temperatura (69), mesmo nos casos de variações irreversíveis do tamanho dos nós.
- 3) A dependência temperatural de E.D.E. intrínseca está relacionada com estabilidade da fase C.F.C. em relação à transformação martensítica C.F.C. → H.C. (38).

V - FUNDAMENTOS TEÓRICOS DO MÉTODO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A deformação a frio de um metal produz uma rede de discordâncias, que subdivide os grãos originais em pequenos domínios coerentes. A desorientação entre esses domínios causa espalhamento incoerente de Raios-X de modo que cada domínio espalha como um pequeno cristal. As discordâncias que limitam os domínios produzem tensões que variam em escala microscópica, chamadas microtensões.

A deformação a frio também introduz defeitos de empilhamento no cristal. No ítem V.1 deste capítulo, é derivada uma equação que permite obter a E.D.E. através da razão entre a média das microtensões quadráticas e a probabilidade de defeito de empilhamento. A redução dos domínios coerentes de difração, as microtensões e os defeitos de empilhamento, produzem alargamento dos perfis de difração de Raios-X.

Através dos efeitos produzidos pelas imperfeições nos perfis de difração de Raios-X, é possível determinar a média das microtensões quadráticas e o tamanho médio dos domínios de difração. Esses efeitos são discutidos nos ítems V.2, V.3, V.4 e V.5, em termos do espaço recíproco.

Os defeitos de empilhamento também causam deslocamento das posições de Bragg, que são discutidos no ítem V.5. A maior parte dos estudos de alargamento dos perfis tem sido feita pelo método de Fourier. Os ítems V.6 e V.7 apresentam uma breve exposição da análise de Fourier dos perfis de difração de Raios-X. Os coeficientes de Fourier, de um perfil de difração, representam individualmente os fatores que contribuem para o seu alargamento, i.e., domínios coerentes, microtensões e defeitos de empilhamento.

Além das microtensões, tamanho reduzido dos domínios e defeitos de empilhamento que são chamados causas estruturais de alargamento, existem fatores de alargamento devidos à aparelhagem, que são

agrupados sob o nome de efeito instrumental. O ítem V.8 apresenta o método de Stokes, que corrige os perfis retirando o alargamento indesejado produzido por causas instrumentais. Os efeitos estruturais são separados pela análise de Warren-Averbach dos coeficientes de Fourier, que é apresentada no ítem V.9. Também no ítem V.9 são discutidos o cálculo das microtensões e algumas das possíveis fontes de erro nos resultados.

Finalmente, o ítem V.10 apresenta o método de determinação da probabilidade de defeito de empilhamento através de medidas dos deslocamentos dos picos (111) e (200) do padrão de difração.

#### V.1 - CORRELAÇÃO ENTRE A DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS, PROBABILIDADE DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO

A deformação a frio de um metal C.F.C. produz um alargamento dos seus perfis de difração de Raios-X e também um pequeno deslocamento das posições de Bragg (1). 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 dissociação de uma discordância unitária em duas discordâncias parciais cria uma faixa de defeito de empilhamento entre elas. A probabilidade de defeito de empilhamento " $\alpha$ " expressa a fração defeituosa dos planos de escorregamento (111) (107).

$$\alpha = \frac{\sum_{i=1}^n A_i}{A_0} \quad \text{V.1}$$

onde  $A_i$  é a área defeituosa compreendida entre duas parciais e  $A_0$  é a área dos planos de escorregamento. Se " $n$ " discordâncias de dis-

sociam em parciais paralelas de comprimento "  $\ell$  ", separadas pela distância "  $\omega$  ", tem-se:

$$\sum_{i=1}^n A_i = \eta \ell \omega \quad \text{V.2}$$

Por outro lado, a densidade de discordâncias "  $\rho$  " é a razão entre o comprimento total de linhas de discordâncias e o volume do cristal.

$$\rho = \frac{\eta \ell}{A_0 d} \quad \text{V.3}$$

onde "  $d$  " é a distância interplanar. Portanto,  $\alpha = \rho \cdot \omega \cdot d$ . A distância interplanar (111) no sistema cúbico é  $d = a_0 / \sqrt{3}$ . Obtém-se assim:

$$\alpha = \frac{\rho \omega a_0}{\sqrt{3}} \quad \text{V.4}$$

onde  $a_0$  é o parâmetro de rede.

A energia elástica armazenada em um cristal pode ser calculada pela relação:

$$W = 3.E (< \epsilon^2 > - < \epsilon >^2) \quad \text{V.5}$$

onde  $E$  é o módulo de elasticidade e  $< \epsilon^2 > - < \epsilon >^2$  é o desvio padrão de distribuição de microtensões. Para amostras pulverizadas,  $< \epsilon > = 0$  (1), portanto

$$W = 3 E < \epsilon^2 > \quad \text{V.6}$$

onde  $< \epsilon^2 >$  é a média das microtensões quadráticas.

A energia do campo elástico de uma discordância é:

$$U = \frac{\mu b^2}{4 \eta} \quad \text{V.7}$$

onde  $\mu$  é o módulo de cisalhamento dos planos de escorregamento e  $b$  é o vetor de Burgers das discordâncias unitárias. A energia total  $U_r$  deve incluir um fator  $F$  de correção para as interações entre as discordâncias. Portanto, a energia  $U_r$  pode ser aproximada por:

$$U_r = F \cdot U = \frac{F \mu b^2}{4 \eta} \quad \text{V.8}$$

Se a energia elástica armazenada no cristal deve-se exclusivamente às discordâncias, pode-se calcular a sua densidade de discordâncias fazendo:

$$K_{111} = \frac{12 \eta E}{\mu F} \quad \text{obtem-se} \quad \rho = \frac{2 K \langle \epsilon^2 \rangle}{a_c^2} \quad \text{V.9}$$

A distância de separação das discordâncias parciais, isto é, a largura  $\omega$  do defeito de empilhamento, representa o equilíbrio entre duas forças: a de repulsão entre as parciais causadas pelos seus campos de tensões e a atração no sentido de eliminar o defeito. No equilíbrio, os módulos das forças igualam-se e

$$\omega = \frac{\mu \omega_0 a_0^2}{2 \eta \gamma} \quad \text{V.10}$$

onde  $\omega_0$  é um fator que depende da anisotropia elástica e do caráter das discordâncias parciais. Substituindo  $\rho$  e  $\omega$  na expressão de  $\gamma$  obtém-se:

$$\alpha = \frac{2 k_{111} \langle \epsilon^2 \rangle}{a_0^2} \cdot \frac{\mu \omega_0 a_0^2}{2 \pi \gamma} \cdot \frac{a_0}{\sqrt{3}} \quad \text{V.11}$$

ou

$$\gamma = \frac{K_{111} \omega_0 \mu a_0}{\pi \sqrt{3}} \frac{\langle \epsilon^2 \rangle}{\alpha} \quad \text{V.12}$$

que fornece energia de defeito de emiphamento "  $\gamma$  " em função da razão dos parâmetros  $\langle \epsilon^2 \rangle$  e  $\alpha$  mensuráveis por difração de Raios-X.

## V.2 - REDES RECÍPROCAS DE CRISTAIS PERFEITOS E DEFORMADOS OU IMPERFEITOS

### A - Cristais Perfeitos

A estrutura cristalina é formada pela superposição de uma base de átomos sobre cada ponto da rede cristalina, que é uma rede no espaço real. Uma representação matemática de uma estrutura cristalina é a de um produto de convolução de uma função fortemente concentrada, que representa a rede cristalina, e uma função que representa o conteúdo de uma célula unitária.

Uma função da rede cristalina que é periódica pode ser representada por uma série de Fourier. Desse modo, a transformada de Fourier do produto de convolução, que representa a estrutura cristalina, é produto da transformada de Fourier da função concentrada que representa a rede cristalina, pela transformada de Fourier da função que representa o conteúdo da célula unitária.



Se o cristal tem dimensões infinitas, a transformada de Fourier da função que representa a rede cristalina também é uma função fortemente concentrada, isto é, ela tem valor zero exceto em pontos de dimensões infinitesimais, onde o seu valor é finito. O conjunto desses pontos regularmente espaçados no espaço de Fourier associado é a rede recíproca da estrutura cristalina.

### B - Cristais Reais

No caso de um cristal real (47) ou de um cristal imperfeito (47) a estrutura cristalina é representada pelo produto da função que define o cristal perfeito por uma função da forma do cristal, que assume val. 1 dentro dos limites do cristal é zero fora desses limites. Por conseguinte, a transformada de Fourier da representação de uma estrutura cristalina imperfeita é o produto da convolução de transformada de Fourier da função de Forma do Cristal pela transformada de Fourier da função que representa a estrutura perfeita. Neste caso, cada ponto da rede recíproca adquire uma distribuição em seu redor que corresponde à transformada da função da forma do Cristal.

### V.3 - ALARGAMENTO PRODUZIDO EM FUNÇÃO DA REDUÇÃO DOS DOMÍNIOS DE DIFRAÇÃO

Imperfeições lineares introduzidas em um cristal por deformação plástica reduzem o tamanho das regiões que difratam como domínios coerentes. Esses domínios são denominados cristalitos,

Quando as dimensões dos cristalitos são muito reduzidas, os pontos da rede recíproca adquirem uma distribuição em seu redor

devida ao relaxamento das condições de Laue.

Os volumes formados ao redor de cada ponto da rede recíproca são todos iguais. Por conseguinte, o alargamento produzido pela redução das dimensões dos cristalitos nos perfis de difração de Raios-X é o mesmo em diferentes ordens de reflexão de um plano cristalino (9).

#### V.4 - ALARGAMENTO PRODUZIDO POR DISTORÇÕES

Tensões de tração e compressão distorcem os cristalitos. Se um cristalito é tracionado, ele se alonga na direção da tensão aplicada e sofre estrição na direção perpendicular a direção da tensão aplicada. Devido à relação de reciprocidade, a rede recíproca é comprimida na direção que o cristal é alongado e expandida na direção que o cristal sofreu estrição. Se a tensão é constante em direção, os pontos de alongarão em linhas. Os comprimentos dessas linhas são proporcionais à distância à origem para cada renque da rede recíproca. Se tensões com diferentes magnitudes agem em diversas direções cada ponto vai se alongar em feixes de linhas não paralelas. Essas linhas preenchem um pequeno volume em redor de cada ponto. Esse volume não é esférico devido à anisotropia das tensões.

#### V.5 - ALARGAMENTO DOS PERFIS E DESLOCAMENTO DOS PICOS PRODUZIDOS POR DEFEITOS DE EMPILHAMENTO

O alargamento produzido por defeitos de empilhamento é independente da ordem de reflexão, assim como o alargamento produzido pelo tamanho reduzido dos cristalitos. Nesse caso, algumas reflexões

permanecem inalteradas e algumas sofrem alargamento assimétrico (9).

Em cristais C.F.C., defeitos de empilhamento intrínsecos produzem deslocamentos dos picos e alargamento simétrico dos perfis; defeitos de empilhamento extrínsecos produzem deslocamentos dos picos e alargamento assimétrico dos perfis; maclas produzem essencialmente alargamento assimétrico dos perfis.

## V.6 - A ANÁLISE DE FOURIER DOS PERFIS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A intensidade observada de um perfil de difração pode ser expressa na forma de uma série de Fourier:

$$I(h_3) = \sum_{\ell=-\infty}^{+\infty} (A\ell \cos 2\pi \ell h_3 + B\ell \sin 2\pi \ell h_3) \quad V-13$$

onde  $h_3 = 2a_3 \sin \theta/\lambda$ ,

$a_3$  - é a distância interplanar,

$\theta$  - é o ângulo de Bragg

$\lambda$  - é o comprimento de onda da radiação

$\ell$  - é o número harmônico. A e B são os coeficientes de Fourier através dos quais são determinados o tamanho médio dos domínios de difração coerente, as microtensões e as probabilidades de defeitos de empilhamento.

Mudando  $h_3$  e  $a_3$  para variáveis fictícias  $h'_3$  e  $a'_3$  tais que  $h'_3 = 2a'_3 \sin \theta/\lambda$  e normalizando o intervalo total de  $h'_3$  (incluindo todos pontos de intensidades diferentes de zero) tal que  $\Delta h'_3 \equiv 1$  (ver figura 15), a equação (V-13) pode ser reescrita (V-14) na forma mais adequada:

$$I(S-S_0) = A_0 + \sum_{\ell=1}^{\ell} \frac{(2A\ell \cos 2\pi \ell (S-S_0))}{\Delta S} + \frac{2B\ell \sin 2\pi \ell (S-S_0)}{\Delta S}$$

V.14

aqui  $S \equiv 2\text{sen } \theta/\lambda$  e  $S_0 \equiv 2\text{sen } \theta_0/\lambda$ , onde  $\theta_0$  é o ângulo de Bragg na posição do pico,  $\ell$  é o número de valores pertinentes de pares  $A\ell - B\ell$

$$\frac{\Delta S}{a'_{\lambda}} = 1 = \frac{2}{\lambda} (\text{sen } \theta_2 - \text{sen } \theta_1), \text{ onde } (\theta_1, \theta_2) \text{ é o intervalo}$$

de Bragg; inclui todas as intensidades observadas do perfil. O número harmônico  $\ell$  corresponde agora a uma real distância normal aos planos de difração  $L = \frac{\ell}{\Delta S} = \ell a'_{\lambda}$ .

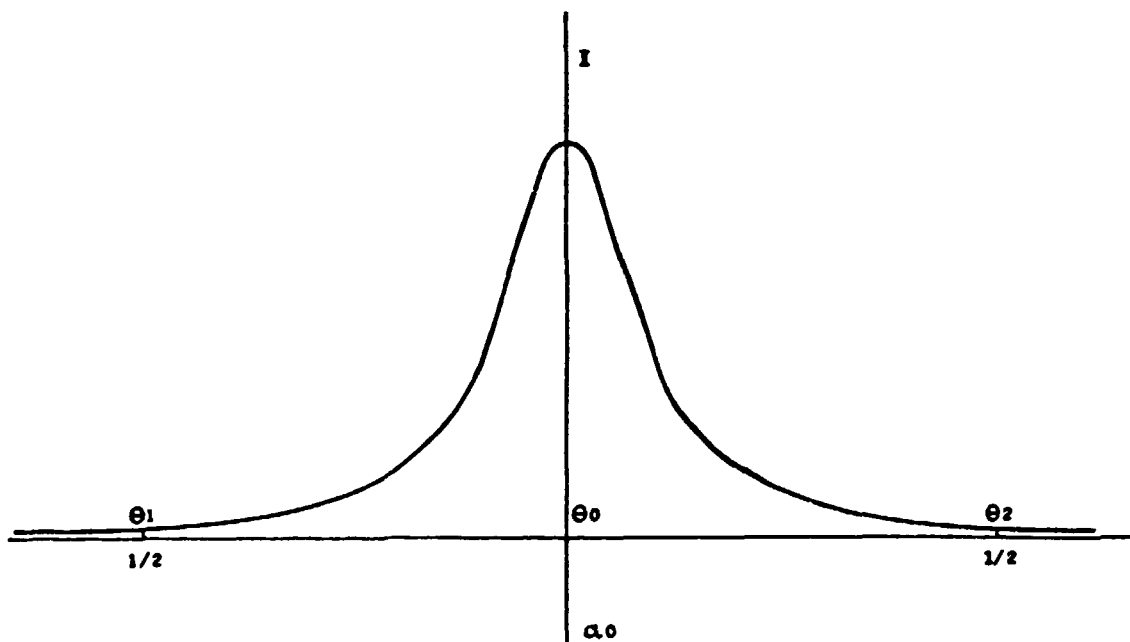


Figura 15. Curva experimental representada em termos das variáveis fictícias  $h'_{\lambda}$  e  $\alpha$ . (posição do pico)

Se o perfil experimental for dividido em intervalos angulares iguais, pode-se mostrar que para  $\theta \leq 60^\circ$  tem-se  $\frac{S-S_0}{\Delta S} = \frac{X}{a}$  onde  $a$  é o número de divisões e  $X = 0, \pm 1, \pm 2, \dots \pm \frac{a}{2}$ . A posição do

pico corresponde a  $X = 0$ . Os inteiros positivos  $+1, +2, \text{ etc.}$ , correspondem às posições das divisões no lado de ângulos maiores que  $\theta_0$  e, da mesma maneira, os inteiros negativos  $-1, -2, \text{ etc.}$  correspondem ao outro lado do perfil. Neste caso, a equação (V.14) assume a forma:

$$I(X) = A_0 + \sum_{\ell=1}^t \left( 2 A_{\ell} \cos 2\pi \frac{\ell x}{a} + 2 B_{\ell} \sin 2\pi \frac{\ell x}{a} \right) \quad \text{V.15}$$

Os parâmetros de interesse são  $A_{\ell}$  e  $B_{\ell}$ . A maneira usual de calculá-los é por inversão da série de Fourier.

#### V.7 - DETERMINAÇÃO DOS COEFICIENTES DE FOURIER DOS PERFIS DE DIFRAÇÃO

A expressão (V.15) tem a forma complexa (41), (47):

$$I(x) = \sum_{\ell=-t}^t C(\ell) \exp(-2\pi i \ell \frac{x}{a}) \quad \text{V.16}$$

onde:

$$\frac{x}{a} \cong \frac{S - S_0}{\Delta S}$$

Os coeficientes  $C(\ell)$  são constituídos de uma parte real e uma parte imaginária  $C(\ell) = C_r(\ell) + iC_i(\ell)$ . O coeficiente complexo é a transformada de Fourier da função  $I(x)$  calculada no intervalo  $-\frac{a}{2}, \frac{a}{2}$  :

$$C(\ell) = \frac{1}{a} \int_{-a/2}^{a/2} I(x) \exp(2\pi i x \frac{\ell}{a}) dx \quad \text{V.17 e}$$

As partes reais e imaginárias são dadas pelas integrais.

$$C_r(\ell) = \frac{1}{a} \int_{-a/2}^{a/2} I(x) \cos(2\pi x \frac{\ell}{a}) dx \quad \text{V.18 e}$$

$$C_i(\ell) = \frac{1}{a} \int_{-a/2}^{a/2} I(x) \sin(2\pi x \frac{\ell}{a}) dx \quad \text{V.19}$$

Na prática essas integrais são avaliadas aproximando-as por séries:

$$C_r(\ell) = \frac{1}{a} \sum_{-a/2}^{a/2} I(x) \cos(2\pi x \frac{\ell}{a}) dx \quad \text{V.20 e}$$

$$C_i(\ell) = \frac{1}{a} \sum_{-a/2}^{a/2} I(x) \sin(2\pi x \frac{\ell}{a}) dx \quad \text{V.21}$$

As equações acima estão demonstradas detalhadamente no livro "X-Ray Diffraction" de A. Guinier no apêndice A.

## V.8 - A CORREÇÃO DE STOKES

Para uma amostra policristalina constituída de cristalitos suficientemente grandes e sem tensões, a teoria de difração prevê que as linhas do padrão de difração obtido de amostras pulverizadas devem ser acentuadamente estreitas (65). Em experimentos reais linhas assim finas nunca são observadas, o que pode ser atribuído a efeitos combinados de numerosos fatores instrumentais e estruturais. Os fatores instrumentais são todas as fontes de alargamento estranhas às microestruturas das amostras tais como largura de fendas utilizadas, foco imperfeito, amostra plana, duplete  $\alpha_1 - \alpha_2$  não resolvido,

ou o intervalo de comprimento de ondas nos casos de separação dos picos.

Para corrigir o perfil retirando o efeito instrumental, é conveniente obter um perfil padrão do instrumento usando uma amostra recristalizada, na qual o tamanho dos domínios é grande o suficiente para eliminar todo o alargamento devido ao tamanho desses domínios. O perfil padrão e perfil da amostra devem ser obtidos nas mesmas condições instrumentais, de modo que o alargamento do perfil padrão é exatamente o alargamento instrumental da amostra(124).

A correção envolve três curvas que estão esquematizadas na figura 16.

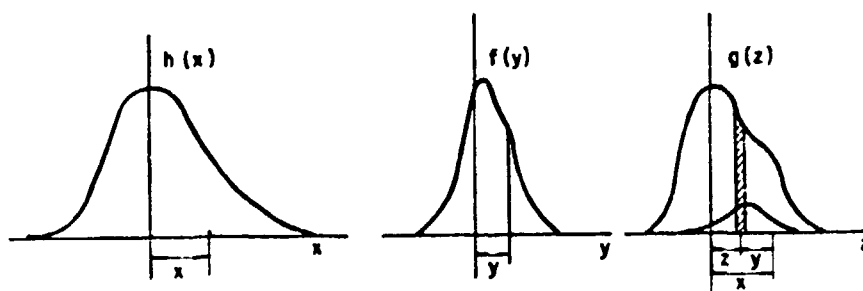


Figura 16. Determinação do perfil verdadeiro  $f(y)$  a partir do perfil observado  $h(x)$  e de uma linha com largura teórica  $g(z)$ .

A escala de intensidade é escolhida de tal modo que  $g(z)$  é normalizada:

$$\int g(z) dz = 1 \quad \text{V.21}$$

É desejado determinar quanto o perfil verdadeiro está distorcido pelas condições experimentais. Desde que uma linha infinitamente estreita é transformada na linha alargada  $g(z)$ , a cada elemento da linha  $f(y) dy$  corresponde um elemento da linha  $g(x-y)f(y) dy$ . A linha observada total é então:

$$h(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(y) \cdot g(x-y) dy = f * g \quad \text{V.22}$$

Essa relação indica que o perfil da amostra é o produto de convolução das funções  $f$  e  $g$ .

Sabe-se que a transformada de Fourier de um produto de convolução das funções  $f$  e  $g$  é o produto das transformadas de Fourier dessas funções (47) (124):

$$H(\ell) = F(\ell) \times G(\ell)$$

onde  $H$  é a transformada do produto,  $F$  e  $G$  são as transformadas de  $f$  e  $g$  respectivamente. Portanto:

$$F(\ell) = \frac{H(\ell)}{G(\ell)} \quad \text{V.23}$$

Em geral a equação V.23 não é tão simples por que os três coeficientes envolvidos podem ser complexos envolvendo partes reais e imaginárias:



$$Fr(\ell) + i Fi(\ell) = \frac{Hr(\ell) + i Hi(\ell)}{Gr(\ell) + i Gi(\ell)} \quad V.24$$

multiplicando e dividindo o lado direito por  $[Gr(\ell) - i Gi(\ell)]$ , obtêm-se:

$$Fr(\ell) = \frac{Hr(\ell)Gr(\ell) + Hi(\ell)Gi(\ell)}{Gr^2(\ell) - Gi^2(\ell)} \quad V.25$$

$$Fi(\ell) = \frac{Hi(\ell)Gr(\ell) - Hr(\ell)Gi(\ell)}{Gr^2(\ell) + Gi^2(\ell)} \quad V.26$$

Para sintetizar  $f(x)$  basta obter os coeficientes  $Fr(\ell)$  e  $Fi(\ell)$  e substituí-los na expressão da série de Fourier (V-15):

$$f(x) = F_0 + \sum_{\ell=1}^{\infty} [2 Fr(\ell) \cos 2\pi \ell \frac{x}{2} + 2 Fi(\ell) \sin 2\pi \ell \frac{x}{2}] . \quad V.27$$

É importante notar que as origens escolhidas para as duas curvas  $h(x)$  e  $g(z)$  são arbitrárias. Isto é, se as origens forem deslocadas as funções  $Fr(\ell)$  e  $Fi(\ell)$  serão diferentes, mas corresponderão à mesma função  $f(x)$  com origens diferentes; isso não tem efeito na forma do perfil. Esse método desenvolvido por Stokes só pode ser usado se a função  $G(\ell)$  tiver um valor apreciável no intervalo no qual  $H(\ell)$  é diferente de zero. Em outras palavras,  $G(\ell)$  deve ser muito larga em comparação com  $H(\ell)$ , o que quer dizer que  $g(\ell)$  deve ser estreita em comparação com  $h(x)$ .

## V.9 - O MÉTODO DE WARREN - AVERBACH

A equação V.14 pode ser reescrita, substituindo  $L = \frac{\ell}{\Delta s}$

na forma:

$$I(S-S_0) = A_0 + \sum_{\ell=1}^t [2A_L \cos 2\ell L(S-S_0) + 2B_L \sin 2\ell L(S-S_0)]$$

Para obter-se informações da subestrutura de um material deformado através da análise de Fourier é necessário solucionar as seguintes equações derivadas por Warren e Averbach (125):

$$A_L(hk\ell) = A_L^P(hk\ell) \times A_L^D(hk\ell) \quad \text{v.28}$$

$$A_L^P(hk\ell) = 1 - \frac{L}{\text{Deff}(hk\ell)} \quad \text{v.29}$$

$$A_L^D(hk\ell) = \frac{\langle \cos 2\ell h_0 L \epsilon_L(hk\ell) \rangle}{a_0}$$

onde:

$A_L(hk\ell)$  é o coeficiente de Fourier de um pico de difração alargado para um dado L, corrigido para o efeito instrumental pelo método de Stokes,

$A_L^P(hk\ell)$  é o coeficiente que representa a contribuição do tamanho dos domínios de difração para um dado L,

$A_L^D(hk\ell)$  é o coeficiente que representa a contribuição das tensões para um dado L,

$L = \ell a'$ , é uma distância real normal aos planos de reflexão onde  $\ell$  é o número harmônico e  $a'$ , é o intervalo no espaço de Fourier,  $\text{Deff}(hk\ell)$  é o tamanho efetivo dos domínios coerentes de difração ou tamanho dos cristalitos na direção  $\langle hk\ell \rangle$ ,

$hkl$  são índices de Miller dos planos de difração,  
 $h_0 = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ ,  $a_0$  é o parâmetro de rede, e finalmente

$\epsilon_L(hk)$  é a tensão numa coluna de comprimento  $L$ .

Combinando as equações (V.28), (V.29) e (V.30), e usando a representação:

$$\langle \cos x \rangle = 1 - \frac{\langle x^2 \rangle}{2}$$

obtém-se

$$AL(hkl) = \left( 1 - \frac{1}{Deff(hkl)} \right) \left( 1 - \frac{K^2(hkl) L^2 \langle \epsilon_L^2(hkl) \rangle}{2} \right) \quad V.31$$

onde 
$$K(hkl) = \frac{2\pi h_0}{a_0} \quad V.32$$

Desde que, para valores pequenos de  $x$ ,

$$1 - x \approx \exp(-x),$$

a equação V.31 pode ser reescrita como

$$AL(hkl) = \exp - \left\{ \frac{L}{Deff(hkl)} + \frac{K^2(hkl) \langle \epsilon_L^2(hkl) \rangle L^2}{2} \right\} \quad V.33$$

ou

$$\ln AL(hkl) = - \left( \frac{L}{Deff(hkl)} + \frac{K^2(hkl) \langle \epsilon_L^2(hkl) \rangle L^2}{2} \right) \quad V.34$$

$\langle \epsilon_L^2(hkl) \rangle$  representa a média das microtensões quadráticas calcula

da sobre uma coluna de comprimento L.

$\langle \varepsilon_L^2 (hkl) \rangle$  pode ser escrito (92):

$$\langle \varepsilon_L^2 (hkl) \rangle = \frac{G^2 (hkl)}{L} \quad \text{V.35}$$

$G^2$  é uma constante que não depende de L.

Substituindo na equação V.34:

$$\ln A_L (hkl) = -L \left( \frac{1}{\text{Def}f (hkl)} + \frac{k^2 (hkl) G^2 (hkl)}{2} \right) \quad \text{V.36}$$

A equação V.36 foi obtida por Rothman e Cohen (92) para medidas livres de erro. Convém ressaltar que a equação V.35 não vale para L muito pequeno e que a equação  $\ln A_L^P = \frac{L}{\text{Def}f (hkl)}$  só vale para valores pequenos de L. Por estes motivos, a equação V.36 deve sofrer desvios da linearidade para valores muito grandes de L e para valores muito pequenos.

A estimativa de Background é maior fonte experimental de erros (92). Os coeficientes  $A_L$  para valores pequenos de L são determinados pelas caudas dos perfis e  $A_L (L=0)$  é proporcional à intensidade integrada do pico. Em geral, a ocorrência de superposição das caudas de picos adjacentes de amostras DEF induz uma superestimativa de linha de Background e, conseqüentemente, uma subestimativa de  $A_L (L=0)$ . Embora os valores intermediários de  $A_L$  não sofram muito a influência de uma estimativa incorreta do Background ou de um truncamento precoce das caudas, pois eles representam porções do perfil de maiores intensidades, o erro é introduzido em cada um deles pelo procedimento de normalização para  $A_L = 1$  (todos os coeficientes são

divididos por  $A_L$  ( $L=0$ ). Por esses motivos, a região linear do gráfico de  $\ln A_L$  ( $hkl$ ) em função de  $L$  não é extrapolada para zero quando  $L = 0$ . A equação V.36 deve então incluir um termo  $\ln Chk\ell$ , que é a intersecção da reta com o eixo  $\ln A_L$  ( $hkl$ ). Como a equação V.36 na região linear tem a mesma inclinação com o perfil truncado, diferindo apenas por um deslocamento vertical,  $\ln Chk\ell$  fornece a constante de renormalização  $Chk\ell$ , que corrige erros de estimativa do Background ou truncamento dos perfis.

$D_{eff}$  e  $G^2$  ( $hkl$ ) são calculados utilizando os coeficientes de Fourier obtidos pela análise dos perfis ( $111$ ) e ( $222$ ) de um sistema com defeitos de empilhamento dos planos ( $111$ ). Como  $A_L^P$  ( $hkl$ ) não é função da ordem de reflexão para uma determinada direção, podemos eliminar  $1/D_{eff}$  e determinar  $G^2$  ( $hkl$ ).

A média das microtensões quadráticas sobre uma coluna de  $50 \text{ \AA}$  é calculada substituindo  $G^2$  ( $hkl$ ) na equação V.35 com  $L = 50$ .

## V.10 - PROBABILIDADE DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO

Em princípio, a probabilidade de defeito de empilhamento pode ser determinada por vários métodos. A medida dos deslocamentos opostos dos picos ( $111$ ) e ( $200$ ) fornece uma boa estimativa de  $\alpha$  ( $\theta$ ). Para minimizar os erros de posicionamento da amostra em relação ao eixo do difratômetro, as diferenças das posições ( $111$ ) e ( $200$ ) foram registradas em uma só corrida, em vez de medir posições absolutas.

Este método relaciona a probabilidade de defeito de empilhamento  $\alpha$  aos deslocamentos relativos dos picos por uma fórmula simples. Se a separação  $2\theta_{200} - 2\theta_{111}$  dos picos ( $111$ ) e ( $200$ ) de uma amostra recristalizada é alterada de uma quantidade  $\Delta$  ( $2\theta_{200} - 2\theta_{111}$ ) por deformação a frio, e seus ângulos de difração são expressos em:

graus,  $\alpha$  é dada pela relação:

$$\Delta (2\theta_{200} - 2\theta_{111}) = \frac{-45\sqrt{3}}{8^2} (\tan\theta_{200} + \frac{1}{2} \tan\theta_{111})\alpha \quad \text{V.37}$$

A equação V.37 permite uma determinação direta da probabilidade de falha de empilhamento  $\alpha$  completamente independente do alargamento de linha devido ao tamanho de partícula e distorção. Existem dois pontos duvidosos no emprego desta equação. Foi assumido que defeitos de empilhamento ocorrem independentemente e somente em um conjunto de planos (111). Em metais drasticamente trabalhados a frio foi comprovada a presença de defeitos de empilhamento em mais de um conjunto de planos (111). Talvez seja uma boa aproximação considerar que a probabilidade de defeito de empilhamento, assumindo que os defeitos ocorrem em apenas um conjunto de planos (111), é realmente a soma das probabilidades para os diferentes conjuntos de planos (111).

## VI - MATERIAIS E MÉTODOS

### VI.1 - MATERIAIS

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 AISI 304, AISI, 316, AISI 347 e Din-Werkstoff nº 1.4970. Aços 304 com maiores teores de Nióbio também foram analisados. Os aços, fundidos a vácuo, tem as seguintes composições em peso (tabela M-1):

Aço	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Ti	Nb
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	-
347	0,063	18.60	8.95	0,32	0,82	0,88	-	0,45
304+Nb	0,063	18.92	8.91	0,314	9,779	0,102	-	0,87
304+Nb	0,063	18.82	8.697	0,316	0,764	1,15	-	1,40
304+Nb	0,063	19,07	8,72	0,330	0,741	1,28	-	1,98
304+Nb	0,063	18,06	8,78	0,310	0,671	1,035	-	2,37

Tabela M-1 - Composição em peso dos aços analisados.

### VI.2 - CARBONETOS MC

Para calcular o teor real de Nióbio ou Titânio dissolvida na matriz, é preciso descontar a porcentagem de metal combinada formando carbonetos NbC ou TiC. Para se obter o teor de metal em

solução, foi resolvido o sistema de equações (82):

$$\log [ M ] [ C ] = - \frac{A}{T} + B = d \quad \text{VI.1}$$

$$\langle M \rangle : \langle C \rangle = a \quad \text{VI.2}$$

$$[ M ] + \langle M \rangle = b \quad \text{VI.3}$$

$$[ C ] + \langle C \rangle = c \quad \text{VI.4}$$

onde

$[M]$  é a porcentagem de metal dissolvida na matriz

$[C]$  é a porcentagem de carbono dissolvida na matriz

$\langle M \rangle$  é a porcentagem de metal que forma o carboneto

$\langle C \rangle$  é a porcentagem de carbono que forma o carboneto

a é uma constante relacionada com a estequiometria do carboneto

b é a porcentagem de metal do aço

c é a porcentagem de carbono da liga

As equações de solubilidade para os carbonetos NbC e TiC, que tem a forma geral VI 1 a 4 foram determinadas experimentalmente (12, 82).

$$\log [ Nb ] [ C ] = - \frac{9350}{T} + 4,55 \text{ (Matriz 18 Cr-13 Ni-Nb)} \quad \text{VI.5}$$

$$\log [ Ti ] [ C ] = - \frac{6780}{T} + 2,97 \quad \text{VI.6}$$

Todos os aços foram solubilizados à temperatura de 1100°C. Resolvendo o sistema para a série de aços foram obtidos os teores reais de Nióbio e Titânio em solução. A tabela M-3 lista os teores reais na mesma ordem da tabela M-1.



Aço	Nb	Ti
304		
316		
1.4970		0,26
347	0,19	
304 + Nb	0,47	
304 + Nb	0,96	
304 + Nb	1,52	
304 + Nb	1,81	

Tabela M-3 - Teores de Nióbio e Titânio dissolvidos na matriz.

### ANÁLISE DOS DADOS

#### MICROTENSÕES

Para o cálculo das microtensões as intensidades foram primeiramente corrigidas subtraindo um "Background" linear. A estimativa do "Background" linear foi feita através de um ajuste pelo método dos mínimos quadrados às intensidades registradas nos extremos dos perfis. Os pares de perfis (111) DEF, (111) REC e (222) DEF, (222) REC foram em seguida introduzidos num programa computacional que executa a análise de Fourier. Como dados também foram introduzidos, o comprimento de onda de radiação incidente, o ângulo na posição do pico, o ângulo na posição final, o número de intervalos de cada perfil e a função angular  $K(\theta)$  para os ângulos inicial  $\theta_1$  da posição do pico  $\theta_1$  e final  $\theta_2$ . A função  $K(\theta)$  é o produto do quadrado do fator de espalhamento atômico, do fator de Lorentz - polarização e

do fator de Debye-Waller. Esses fatores foram calculados segundo as fórmulas e tabelas da referência (26). No programa os dados foram corrigidos pela função  $K_i(\Theta)$ . Em seguida os perfis experimentais já corrigidos foram analisados pelo método de Fourier, que calcula os coeficientes das séries representativas dos perfis através das transformadas de Fourier. Estes coeficientes fornecem os novos coeficientes do perfil isento do efeito instrumental calculados segundo os procedimentos descritos no item V.5. A partir desses novos coeficientes, o perfil de alargamento estrutural puro é sintetizado através da série de Fourier. Todos os resultados são listados juntamente com gráficos dos perfis experimentais e do perfil corrigido.

### VI.3 - PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

Inicialmente as amostras foram cominuídas (e deformadas) por limagem. A limagem foi executada lentamente para evitar que o aquecimento do material ocasionasse recuperação. O tamanho das partículas foi selecionado por peneiramento através de uma tela de 150 mesh, obtendo-se partículas com diâmetros  $\leq 105 \mu\text{m}$ .

Parte do pó metálico encruado de cada material foi separado e sofreu tratamento térmico de recristalização. Para isso, os metais puros foram colocados em ampolas de quartzo, que foram em seguida evacuadas e seladas. Nestas condições, os metais puros foram tratados termicamente segundo os tempos e temperaturas dispostos na tabela M-2

	Tempo (horas)	Temperatura (°C)
Ag	1/2	600
Au	1/2	800
Cu	1/2	800
Al	1	450

Tabela M-2: Tratamentos térmicos de recristalização.  
(v cuo =  $10^{-5}$  torr).

No caso dos a os, o tratamento t rmico foi realizado com press o positiva de Arg nio para evitar evapora o da liga. Todos os a os foram tratados a  $1100^{\circ}\text{C}$  para 2/3 h.

Os p s encruados e recristalizados foram acondicionados em lâminas de vidro e aglutinados com nujol. Uma superf cie plana foi conseguida por prensagem manual. A prensagem mec nica foi preterida pois poderia introduzir deforma o adicional. As amostras preparadas com p s encruados foram designadas "DEF", enquanto que as amostras de p s recristalizados foram designadas "REC".

#### AQUISI O DE DADOS

#### MICROTENS ES

Linhas de perfis de difrac o de Raios-X (111) e (222) das amostras DEF e REC foram registradas por contagens passo a passo. Um monocromador foi ajustado no feixe difratado para passar apenas radia o Cok  ( $\lambda = 1,79021 \text{ \AA}$ ) para todos os materiais com excess o do Au. No caso do Au, as medidas foram realizadas empregando radia o

$CuK\alpha$  ( $\lambda = 1,54138$ ). O dubleto  $k\alpha_1 - k\alpha_2$  não foi resolvido. Os tempos de contagem por passo fixo de  $0,02^\circ(2\theta)$  variaram entre 20 segundos e 100 segundos, conforme a intensidade do pico. Longas caudas foram registradas em ambos os lados dos perfis para assegurar que o verdadeiro "Background" fosse atingido.

#### PROBABILIDADE DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO

Para a determinação das probabilidades de defeito de empilhamento " $\alpha$ " foram obtidas as separações angulares das reflexões (111) e (200). Para cada reflexão 9 a 13 pontos vizinhos a máxima intensidade foram gravadas com 100 segundos por passo de  $0,02^\circ(2\theta)$ . Erros de reposicionamento foram minimizados registrando-se as intensidades de ambos os perfis numa só corrida. Em caso de inconsistência dos pontos, as medidas foram repetidas. Para determinar a posição absoluta de cada pico, uma parábola foi ajustada pelo método dos mínimos quadrados aos pontos vizinhos à máxima intensidade: A posição do máximo da parábola foi escolhida como a posição do pico. Este método permite a interpolação dentre cada passo de  $0,02^\circ(2\theta)$  fornecendo posições de pico até a terceira casa depois da vírgula.

## VII - RESULTADOS

### VII.1 - MICROTENSÃO QUADRÁTICA MÉDIA E PROBABILIDADES DE DEFEITOS DE EMPILHAMENTO

Para cada material analisado, foram calculadas as microten-  
sões e a probabilidade de defeito de empilhamento. Os resultados es-  
tão listados na tabela R-1:

MATERIAL	$\alpha \times 10^3$	$\langle \epsilon^2_{50} \rangle \times 10^6$
Ag	2,2	5,8
Au	2,4	10
Cu	2,8	13
Al	0,4	6,4
Aço 304	13	13
Aço 347	18	13
Aço 316	22	19
Aço 1.4970	17	26
Aço 1.4970	8	12

Tabela R-1 - Probabilidades de defeito de empilhamento e microten-  
sões quadráticas médias.

Nos casos de aços 304, 347 e 316 ocorreram transformações  
parciais de austenita, de estrutura cúbica de face centrada, para  
martensita, de estrutura cúbica de corpo centrado. A figura 17  
apresenta difratogramas corridos das amostras "REC" e "DEF" do  
aço 316, onde podemos observar o alargamento dos perfis do material

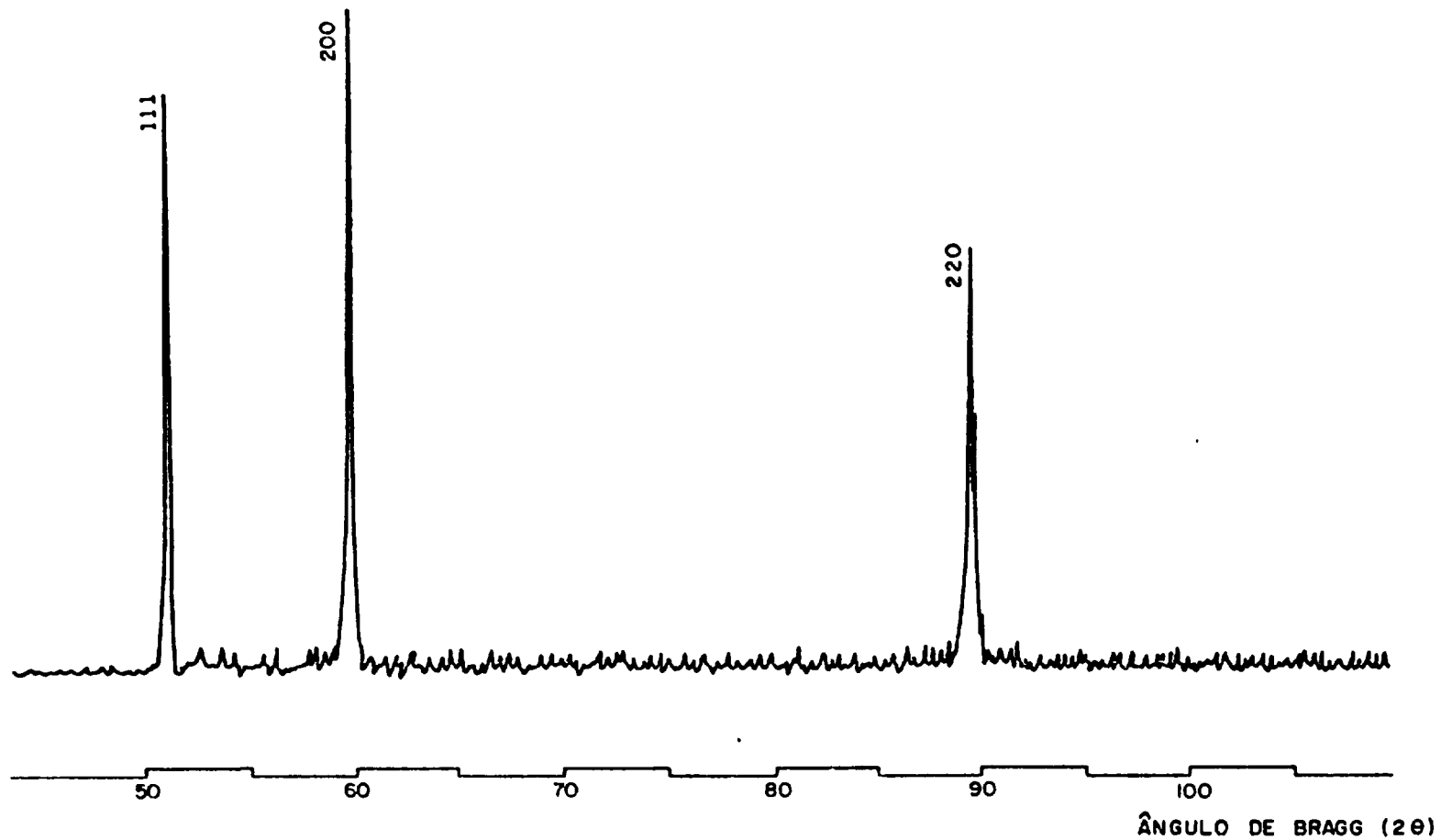


Figura 17-a. Difratoograma de uma amostra de aço 316 recristalizado (REC)

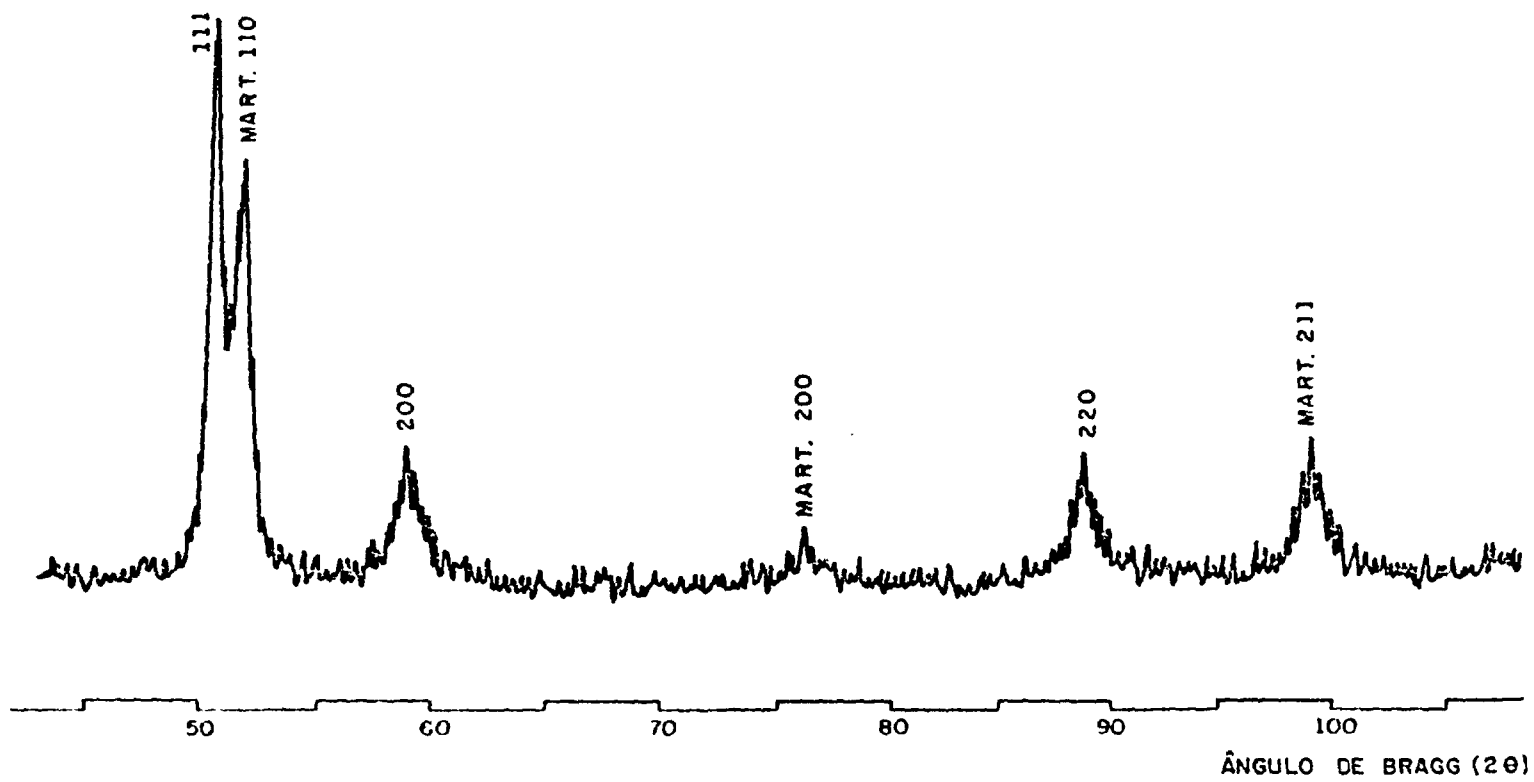


Figura 17-b. Difratoograma de uma amostra de pôs encruados de aço 316 (DEF).

deformado e a ausência de martensita na amostra recristalizada. Para separar os perfis superpostos das fases presentes, foi usado apenas o lado não superposto do perfil da fase C.F.C., após ser retirado o "Back ground" e a correção das intensidades pelos fatores de Lorentz - Polarização, espalhamento e temperatura.

## VII.2 - ENERGIAS DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO

### A - METAIS PUROS

O método de difração de Raios-X para determinar as energias de defeito de empilhamento é um método indireto e, portanto, necessita de calibração a partir de resultados fornecidos por outros métodos. Os materiais escolhidos para a calibração foram a prata, o ouro, o cobre e o alumínio, que foram estudados exaustivamente. Duas séries de valores das energias de defeito de empilhamento sugeridas em revisões (86), (25) da literatura foram escolhidas para calibrar o método de Difração de Raios-X. A comparação dos resultados da literatura assim como o critério de escolha serão abordados na discussão dos resultados.

A calibração do método de difração consiste em determinar o coeficiente  $K_{111\omega_0}$  da equação (V.12), que estabelece a relação entre a razão dos parâmetros medidos por difração de Raios-X e a energia de defeito de empilhamento. Para isso, a equação (V.12) foi modificada dividindo-se a energia  $\gamma$  pelo módulo de cisalhamento  $\mu_{111}$  e o vetor parcial de Burgers  $b_p$ , que são quantidades características de cada material. A equação modificada tem a forma:



$$\frac{\gamma}{\mu_{111} b_p} = \frac{\kappa_{111} \omega_0 \sqrt{2}}{\pi} \frac{\langle \varepsilon^2_{50} \rangle}{\alpha} \quad \text{VII.1}$$

A inclinação da reta dada pela equação (VII.1) foi obtida ajustando-se uma reta pelo método dos mínimos quadrados aos pares  $\frac{\gamma}{\mu_{111} b_p}$ ,  $\frac{\langle \varepsilon^2_{50} \rangle}{\alpha}$  que constam na tabela MP-1, assim como outros parâmetros necessários aos cálculos.

Metals Puros	$10^3 \langle \varepsilon^2_{50} \rangle / \alpha$	$\langle \varepsilon^2_{50} \rangle / \alpha$ (100 nm <sup>2</sup> )	$\mu_{111} b_p$	EDE (mJ/m <sup>2</sup> )	$10^3 \gamma / \mu_{111} b_p$	EDE* (mJ/m <sup>2</sup> )	$10^3 \gamma / \mu_{111} b_p$
Ag	2,6	2,56	4,39	22	5,2	20	4,7
Ni	4,2	2,42	4,68	50	12,4	35	8,7
Cu	4,5	4,08	3,61	62	10,3	45	7,5
Al	16	2,57	4,35	163	34,9	135	33,1

\* - P. P. REED, RE. Schrieffer (referência 86) 1974.

\* - P. Saulo (referência 25) 1978.

Tabela MP-1 - E.D.E. dos Metais Puros

As figuras (20) e (21) apresentam as retas obtidas utilizando os valores sugeridos nas referências (86) e (25) respectivamente. A inclinação destas retas é  $(\sqrt{2} / \pi) \kappa_{111} \omega_0$ . Os valores de  $\kappa_{111} \omega_0$  calculados a partir das inclinações das retas ajustadas são apresentados na tabela MP-2

Pontos Usados	$\kappa_{111} \omega_0$
Referência	5,6
Referência	4,7

Tabela MP-2 -  $\kappa_{111} \omega_0$  calculados a partir das inclinações das retas ajustadas nas figuras (20), (21).

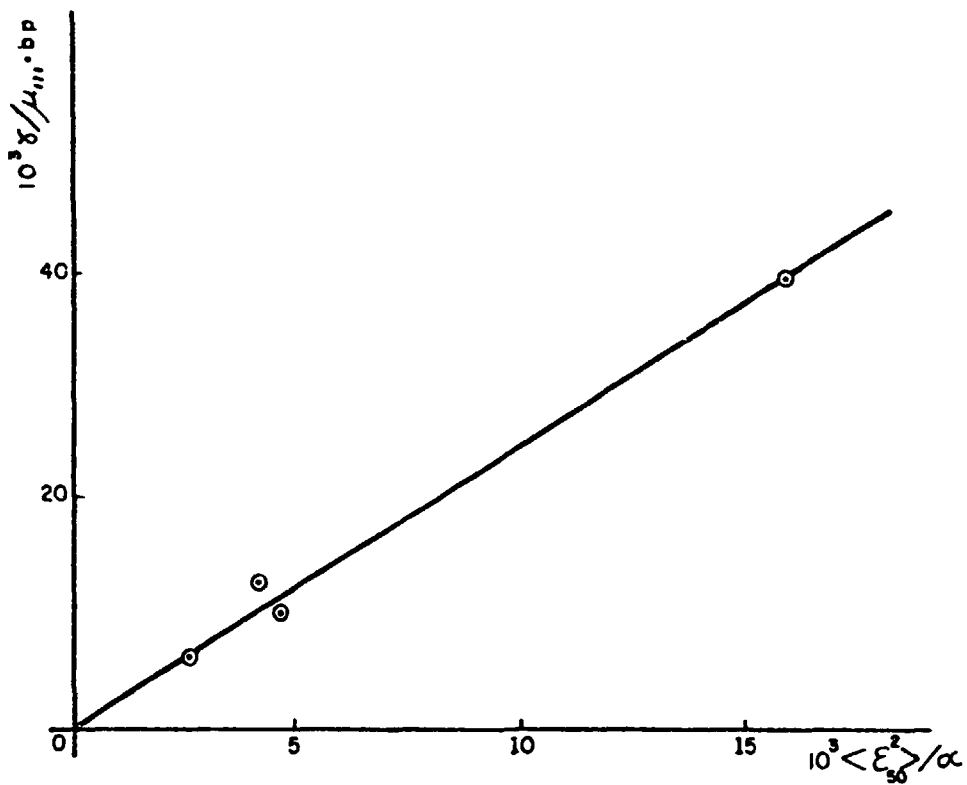


Figura 18. Gráfico  $\gamma/\mu_{111}bp$  versus  $\langle \epsilon_{50}^2 \rangle/\alpha$  com dados da Tabela MP-1, referência (86).

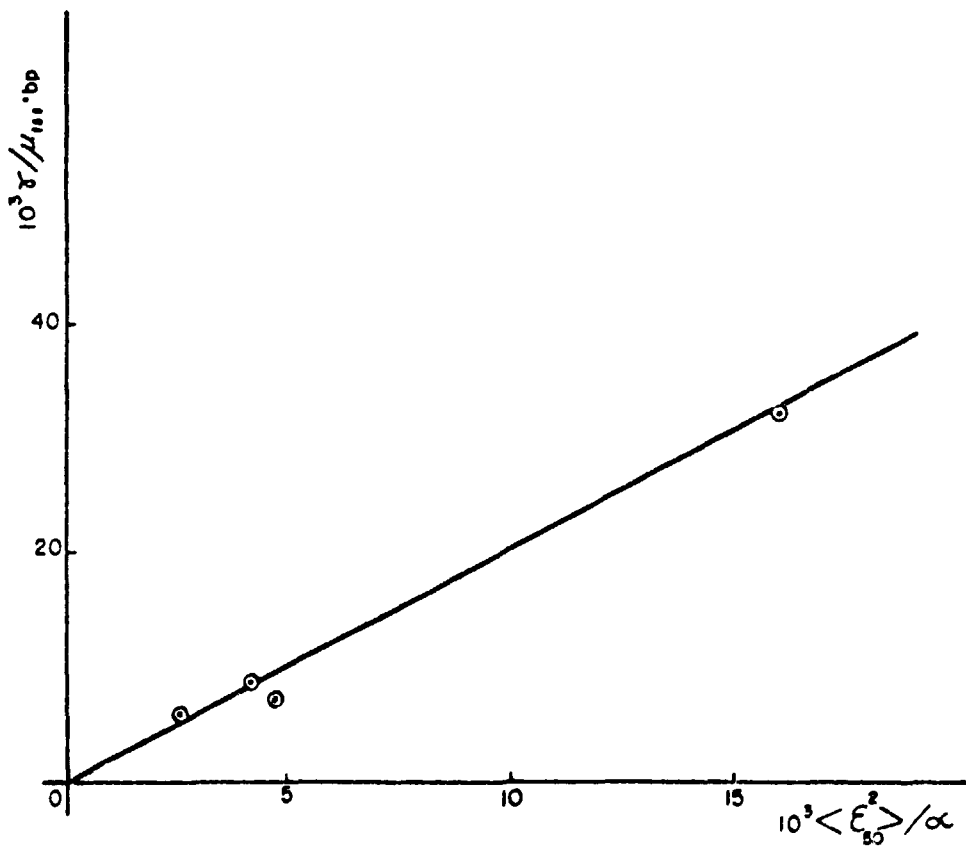


Figura 19. Gráfico  $\gamma/\mu_{111}bp$  versus  $\langle \epsilon_{50}^2 \rangle/\alpha$  com dados da Tabela MP-1, referência (25).

## B - AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Para calcular as energias de defeito de empilhamento dos aços inoxidáveis austeníticos, utilizaram-se os coeficientes  $\kappa_{111\omega_3} = 5,6$  e  $\kappa_{111\omega_0} = 4,7$  determinados para os metais puros Ag, Au, Cu e Al. Para determinar a E.D.E. através da equação (V.12) é necessário saber o parâmetro de rede e o módulo de cisalhamento. O módulo de cisalhamento  $\mu_{111} = \frac{1}{3} (C_{44} + C_{11} - C_{12})$  foi calculado para quatro ligas com composições similares aos aços aqui estudados. Os resultados listados com as constantes elásticas em unidades de  $10^{11}$  N/m<sup>2</sup> demonstram que, embora  $C_{11}$  e  $C_{12}$  variem com a composição, o módulo de cisalhamento é aproximadamente constante (Tabela A-I-1).

Liga	$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{44}$	$\mu_{111}$
Fe-12Cr-18Ni	2,332	1,626	1,225	0,644
Fe-18Cr-12Ni	1,912	1,179	1,386	0,706
Fe-18Cr-14Ni	1,980	1,250	1,220	0,650
Fe-18Cr-19Ni	1,910	1,190	1,240	0,653

Tabela A-I-1 - Constantes elásticas de monocristais.

Adotamos aqui o valor médio:

$$\mu_{111} = 0,66 \times 10^{11} \text{ N/m}^2$$

O parâmetro de rede  $3,589 \text{ \AA}$  também foi considerado constante em todo intervalo de composições. Introduzindo esses parâmetros a equação (V.1.12) se reduz a:

$$\gamma = 24,4 \times 10^3 \frac{\langle \sigma^2 \rangle_{111}}{\alpha} \text{ (mJ/m}^2\text{)} \text{ para } \kappa_{111\omega_0} = 5,6 \quad \text{VII.2}$$

$$\gamma = 20.5 \times 10^3 \frac{\langle \varepsilon^2_{50} \rangle_{111}}{\alpha} \text{ (mJ/m}^2\text{)} \text{ para } \kappa_{111}\omega_0 = 4,7 \quad \text{VII.3}$$

A tabela AI-2 apresenta os valores da razão  $\frac{\langle \varepsilon^2_{50} \rangle_{111}}{\alpha}$  de cada aço analisado e suas energias de defeito de empilhamento.

Aço	$10^3 \langle \varepsilon^2_{50} \rangle / \alpha$	EDE* (mJ/m <sup>2</sup> )	EDE <sup>+</sup> (mJ/m <sup>2</sup> )
304	1,0	24	21
347	0,72	18	15
316	0,86	21	18
1.4970	1,5	37	31
1.4970	1,5	37	31

\* utilizando a equação VII.2

+ utilizando a equação VII.3

Tabela AI-2 - Energias de defeito de empilhamento dos aços inoxidáveis austeníticos.

## VIII - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

### VIII.1 - METAIS PUROS

As tabelas D1, D2, D3 e D4 listam cronologicamente os valores das Energias de Defeito de Empilhamento dos metais puros Ag, Au, Cu e Al. Os valores da E.D.E. foram obtidos da literatura dos diversos métodos experimentais. Estas tabelas incluem todos os valores compilados na revisão de Reed e Schramm (86) publicada em 1974, mais alguns valores de medidas mais recentes. Os últimos valores de cada tabela foram sugeridos na revisão de Pierre Coulomb publicada em 1978 (25). Estas duas revisões foram utilizadas para calibrar o método de difração de Raios-X e suas conclusões e resultados serão discutidos a seguir.

Os valores obtidos por Schram e Reed são médias de diversos tipos de dados e são  $\gamma_{Ag} = 22$ ,  $\gamma_{Au} = 50$ ,  $\gamma_{Cu} = 62$  mJ/m<sup>2</sup>. Entre os tipos de dados usados por eles estão medidas de dipolos defeituosos e tetraedros utilizando feixe forte; ambas são difíceis de executar por que elas são muito sensíveis ao modelo assumido para os núcleos das discordâncias. A E.D.E. do alumínio é uma média dos resultados de medidas do método de difusão e seu valor é  $\gamma_{Al} = 163$  mJ/m<sup>2</sup>.

Os valores recomendados na revisão de Pierre Coulomb para metais C.F.C. são  $\gamma_{Ag} = 20$ ,  $\gamma_{Au} = 35$ ,  $\gamma_{Cu} = 45$ ,  $\gamma_{Al} = 135$  mJ/m<sup>2</sup>. Os resultados da prata, ouro e cobre são fortemente baseados no método de microscopia eletrônica utilizando feixe fraco. Esse método de observação direta, considerado bastante preciso, ampliou o intervalo de E.D.E. para o limite superior 55 mJ/m<sup>2</sup> com confiabilidade. Como podemos notar, os valores recomendados por Coulomb são consideravelmente menores que as médias de Reed e Schram. A E.D.E. do

Tabela D-1 - ENERGIA DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO DA PRATA

Método	E.D.E.	Ano	Referência
Creep	35	1958	119
$\tau$ III	43	1958	111
Maclação Mecânica	21	1959	15
$\tau$ III	29	1960	10
Nós	25	1961	53
Raios-X	24	1961	54
$\tau$ III	$65 \pm 8$	1962	3
$\tau$ III	33	1963	16
Raios-X	$14 \pm 35$	1963	122
$\tau$ III	$\sim 40$	1964	15
Nós	$20 \pm 7$	1964	45
Nós	$21 \pm 7$	1964	72
Tetraedros	$< 43$	1964	97
$\tau$ III	$15 \pm 3$	1965	4
Raios-X	$10 \pm 5$	1965	79
Nós	$21.9 \pm 35$	1966	44
Textura	22	1966	49
Dípolos	$22 \pm 6$	1966	50
Tetraedros	$17.5 \pm 3,5$	1966	60
Nós	$27 \pm 7$	1966	129
Tetraedros	15,4	1967	20
Nós	$17 - 32$	1967	20
Raios-X	$18 \pm 4$	1967	81
Nós	$22.8 \pm 4$	1967	94
Dípolos	$30.7 \pm 31$	1967	108
Nós	$17 \pm 3$	1968	41
Nós	19.6	1969	43
Revisão	21.6	1970	42
Nós	21.6	1970	121
Weak-Beam	16.3	1971	22
Energia de Macla	22	1972	74
Tetraedro	14.17	1974	19
Revisão	22	1974	87
Weak-Beam	16.1	1978	55
Revisão	20	1978	25

Tabela D-2 - ENERGIA DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO DE OURO

Método	E.D.E.	Ano	Referência
Maclação Mecânica	30	1958	111
Creep	33	1958	119
$\tau$ 3	30	1959	15
$\tau$ 3	10	1960	10
Estab. Tetraedros	16	1962	27
Nós (falta)	28	1964	45
Nós	28	1964	72
Tetraedros	12	1964	97
$\tau$ 3	13	1965	3
Textura	$52 \pm 15$	1965	30
Tetraedros	56	1965	71
Raios-X	$20 \pm 10$	1965	79
Dípolos	$42 \pm 13$	1966	50
Tetraedros	$55.3 \pm 11.1$	1966	60
Tetraedros	44,7	1967	20
$\tau$ 3	$32 \pm 5$	1967	90
Dípolos	$61 \pm 9$	1967	108
Nós	$42 \pm 5$	1969	43
Revisão	50	1970	42
Feixe Fraco	32	1972	55
Energia de Macla	45	1972	74
Revisão	50	1974	87
Revisão	35	1978	25

Tabela D-3 - ENERGIAS DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO DE COBRE

Método	E.D.E.	Ano	Referência
Energia de Macla	40	1951	40
Energia de Macla	42	1952	39
$\tau$ 3	169	1959	15
$\tau$ 3	163	1960	10
$\tau$ 3	102 - 165	1960	48
Raios-X	30	1960	75
Microtensão	25	1960	91
Nós	40	1961	53
Energia de Macla	24	1961	58
Nós	$70 \pm 10$	1962	120
Raios-X	$67 \pm 17$	1963	122
Raios-X	25	1963/64	51
Nós	85	1965	30
Tetraedro	78	1965	71
Raios-X	$30 \pm 10$	1965	79
3	$50 \pm 6$	1965	101
Textura	75	1966	49
Dipolos	$59 \pm$	1966	50
Tetraedro	$72,5 \pm 14,5$	1966	60
Tetraedro	58,5	1967	20
Raios-X	$70 \pm 15$	1967	81
Dipolos	$150 \pm 30$	1967	108
Nós	$48 \pm 10$	1969	43
Nós e Textura	70	1969	78
Contorno de grão	$46 \pm 3$	1969	85
Revisão	55	1970	42
Feixe Fraco	$41 \pm 9$	1971	22
Feixe Fraco	$41 \pm$	1971	109
Revisão	62	1974	87
Feixe Fraco	31 - 50	1974	23
Revisão	45	1978	25



Tabela D-4 - ENERGIAS DE DEFEITO DE EMPILHAMENTO DO ALUMÍNIO

Método	E.D.E.	Ano	Referência
Energia de Macla	- 200	1951/53	119
Creep	> 200	1958	10
$\tau$ 3	238		
Microtensão	100	1960	91
Textura	> 150	1964	31
Difusão	280 $\pm$ 50	1965	36
Raios-X	> 250	1965	79
Raios-X	250	1965	79
Tetraedro (falta)	> 150	1966	97
Difusão	210 $\pm$ 10	1966	62
Textura	130	1966	105
Difusão	200	1967	20
Difusão	135 $\pm$ 20	1967	32
Difusão	110	1968	114
$\tau$ 3	168	1970	34
Revisão	200	1970	42
Difusão	145	1971	128
$\tau$ 3	290 ( 77k)	1971	11
	260 ( 77k)		
	185 (293k)		
$\tau$ 3	165 (400k)	1972	115
	85 (500k)		
Revisão	163	1974	87
Revisão	163	1978	25

alumínio determinada exclusivamente pelo método de difusão revelou também um valor menor que o da primeira revisão. Os resultados de Coulomb estão em bom acordo com as antigas determinações da E.D.E. estimadas como o dobro da energia do contorno coerente de macla.

Concluiu-se, a partir do julgamento dos critérios e métodos estabelecidos nas duas revisões, que os valores médios de Schramm e Reed superestimam as E.D.Es. dos metais puros e que, para cumprir nosso objetivo de calibrar o método de Raios-X, os valores sugeridos por Coulomb são os mais adequados. O valor de energia de defeito de empilhamento do níquel utilizado por Schramm e Reed para calibrar o método de difração foi excluído do presente trabalho pois ainda existem dúvidas sobre a consistência dos resultados reportados nas duas revisões (86, 25).

#### VIII.2 - O VALOR DE $\kappa_{111}\omega_0$

Os valores  $\kappa_{111}\omega_0 = 4,7$  estão em bom acordo com estimativas anteriores. Usando a análise de Williamson e Smallman (130), Newton e Ruff (77) determinaram  $\kappa_{111} = 28$ . Para um material isotrópico  $\omega_0 = \frac{1}{12}$  (1). Para materiais anisotrópicos onde a orientação cristalográfica da linha de discordância e do seu vetor de Burgers são levados em consideração, o valor de  $\omega_0$  pode variar consideravelmente. Além disso, quando existem interações adicionais e discordâncias estendidas em planos  $[111]$  que se interceptam, o valor de  $\omega_0$  também será afetado. As larguras de discordâncias estendidas de diferentes caraters e as larguras de braços de barreiras simétricas formadas por interação de duas discordâncias estendidas cujos vetores de Burgers formem  $60^\circ$  com as suas respectivas linhas, foram calculados por Teutônico (116). Com base nesta análise, o valor

$\omega_0 = \frac{1}{6}$  foi sugerido (1) para materiais anisotrópicos. Se  $\kappa_{111} = 28$  e  $\omega_0 = \frac{1}{6}$ , seu produto tem um valor de 4,67, bem próximo de 4,7 estimado pela inclinação da reta ajustada aos dados de Coulomb.

O valor de  $\kappa_{111}\omega_0$  foi também estimado experimentalmente (1) (36). Reed e Schramm (86) revisaram as energias de defeito de empilhamento dos metais puros Ag, Au, Cu, Al e Ni e aplicaram o mesmo procedimento empregado no presente trabalho para correlacionar a razão experimental  $\frac{\langle \epsilon^2 \rangle}{\alpha}$  obtida por difração de Raios-X e a energia de defeito de empilhamento. O coeficiente  $\kappa_{111}\omega_0$  por eles obtido tem um valor 5,4 que revela um bom acordo com a nossa estimativa  $\kappa_{111}\omega_0 = 5,6$  empregando as mesmas energias de defeito de empilhamento. Adler, Otte e Wagner (1) correlacionaram dados de Raios-X com dados obtidos por observação direta de nós de discordâncias para ligas Ag-Sn. Eles determinaram

$$C = \kappa_{111}\omega_0 (\mu_{111} a_0 / \sqrt{3}) = 0,91 \times 10^7 \text{ (mJ/m}^2\text{)}$$

que fornece um valor para  $\kappa_{111}\omega_0 = 5.0$

Esse acordo revela que  $\kappa_{111}\omega_0$  tem um valor bem definido para materiais em uma ampla faixa de energia de defeito de empilhamento e que a equação (V.12) pode também ser aplicada com confiabilidade a ligas.

### VIII.3 - AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

Considerável esforço tem sido desenvolvido nos últimos anos para medir a E.D.E. de aços inoxidáveis austeníticos, a grande maioria das determinações sendo feitas por medidas de curvaturas de

nós. A tabela (D-5) reproduz os resultados das energias de defeitos de empilhamento e composições de aços contendo Mn e Si reportados na revisão de Schramm e Reed (1975) (96) e inclui medidas mais recentes. Algumas das medidas mais recentes foram feitas a partir de curvaturas de nós e largura de discordâncias extendidas usando feixe fraco. O espalhamento dos resultados observados entre as medidas de observação direta deve-se a um ou mais dos seguintes fatores:

- a) A grande variação nos diâmetros de nós de caracteres similares à temperatura ambiente causada por forças de impedência de solutos;
- b) Variações de pureza de ligas utilizadas (várias das determinações usaram graus comerciais de aços inoxidáveis), c) Variações nas constantes elásticas assumidas e métodos de calcular a E.D.E.

Na tabela (D-5) constam também medidas em aços de Butakova e outros (1973), Schramm e Reed (1975), Yang e Spruiell (1982) pelo método de difração de Raios-X.

Schramm e Reed tentaram estabelecer relações simples da E.D.E. de matrizes austeníticas em funções de seus teores de Cr, Mn, Mo, Ni, N, C e Si. O procedimento seguido foi o ajuste por regressão linear multidimensional. Essas leis de dependência linear estão sujeitas a diversas restrições. Como Schramm e Reed assinalaram, essas equações não resolvem completamente as dependências da composição pois a dependência de cada elemento é afetada pela concentração de outros elementos. Considerando essas interações entre os elementos, Rhodes e Thompson (89) estudaram os efeitos de composição na E.D.E., mas restringiram seus objetivos ao papel do Ni e Cr, mantendo o Cr fixo e variando o Ni [figura 20-a]; mantendo o Ni fixo e variando o Cr [figura 20-b] eles constataram também um comportamento não linear da E.D.E..

A figura 20-b divide grosseiramente os efeitos opostos da adição de Cr na E.D.E.. A figura 20-a apresenta curvaturas, mas o

TABELA B-3 - ENERGIAS DE DEFREITO DE EMPILHAMENTO (E.D.E.)/DINÂMICA DE LACUNAS ELÉTRICAS (M.L.E.)

REFERÊNCIA	E.D.E. (mJ/m²)	Cr	Ni	OUTROS (composição e porcentagem, em peso)	M.L.E.	E.D.E.	NOTAS
Lynch (1963) (112)	17*	17,9	7,1	0,04C, 0,11N			A
	16*	17,6	7,9	0,04C, 0,04N			
	30*	18,1	12,8	0,02C, 0,12N			
	36*	17,6	12,7	0,02C, 0,004N			
Eugene, Thomas, Esser (1964) (32)	28 - 71*	18,74	9,43	0,07C, 0,39Si, 1,36Mn	2,176	25-37	A
	50	8,5	11,84	0,05C, 0,14Si, 0,035Mn			B
	23 - 28*	18,3	10,28	0,079C, 0,02N, 0,35Si, 0,64Mn	2,680	21-25	A
	28 - 32*	22	9,87	0,079C, 0,18Si, 0,34Mn			A
Sirock, Embree, Parford (1966) (101)	53*	15,3	15,9	0,02C, 0,012Si, 0,002P, 0,036, 0,008Mn	2,728	47	A
	44*	15,8	23,0	0,007C, 0,004N, 0,015, 0,01P, 0,036, 0,04Mn	2,551	57	A
	48*	15,9	15,8	0,017C, 0,045Si, 0,002N, 0,0023, 0,002P, 0,016, 0,001Mn	2,496	43	A
	70,2*	15,4	24,7	0,011C, 0,015Si, 0,007N, 0,0025, 0,002P, 0,016, 0,003Mn	2,509	63	A
Clement, Clowat, Loubert (1967) (21)	19	16,6	9,5	0,026C	2,829		A
	30	17,8	14,1	0,03Si	2,767	41	A
Thomas, Henry (1967) (117)	32	17,7	14,0	0,90Si	2,773	26	A
	26	17,4	13,55	1,86Si	2,971	21	A
Fowley, Quader, Dohd (1968) (38)	22	17,2	12,75	2,79Si	2,972	18	A
	21	17,1	13,70	3,64Si	2,835	17	A
	23	20	10	0,064C, 0,003N	2,892	21	
	32	20	15	0,018C, 0,003N	2,795	29	
	40	20	20	0,015C, 0,006N	2,699	36	
	53	18	20	0,012C, 0,004N	2,484	47	
Murr (1969) (73)	40	15	20	0,719C, 0,003N	2,598	36	
	23	20	10	0,012C, 0,044N	2,892	21	
	34	20	15	0,010C, 0,035N	2,795	30	
	48	18	20	0,012C, 0,013N	2,484	43	
	44	15	20	0,012C, 0,011N	2,589	39	
	43	20	20	0,027C, 0,003N	2,699	36	
Latanisium, Ruff (1969) (48)	21	18,43	9,52	0,058C, 0,140Cn, 1,05Cn, 0,420Si, 70,300Fe	2,910	15	A
	23,7	18,7	15,9		2,750	20	B
Le Croisay, Thomas (1970) ( )	45	17,8	14,1	0,01C	2,764	40	
Papa, Stano, Siliči A, Z(1974) E 217	24	15,9	12,5	< 0,01C	2,757	21	
	16,4 ± 1,1	18,3	10,7	0,005C	2,862	18,2	
Latanisium, Ruff (1971) (45)	23,4 ± 0,5	18,7	15,9	0,009C	2,750	23,2	
Le Croisay, Pinaud (1972) (70)	22	15,9	12,5	0,01C	2,757	20	
	30	17,8	12	0,006C	2,807	27	
Batakova, e outras (1973) (18)	60	5	20	0,04C			C
	30	10	15	0,04C			
	20	15	10	0,04C			
Schram, W., Reed (1973) (94)	16	18	8	0,04C			C
	18	18,31	8,28	0,12Mn, 0,02N, 0,323C, 0,30Si, 0,010P, 0,007S			
	36	18,02	11,83	1,46Mn, 0,10N, 0,074C, 0,32Si, 0,013P, 0,002S			
	94	24,7	18,8	1,73Mn, 0,44N, 0,247C, 0,36Si, 0,022P, 0,003S			
	38	17,15	13,01	1,40Mn, 2,09N, 0,755C, 0,33Si, 0,027P, 0,008S			
	65	21,00	7,11	0,75Mn, 0,03N, 0,017C, 0,43Si, 0,011P, 0,003S			
	41	20,30	6,48	0,53Mn, 0,034C, 0,13Si, 0,022P, 0,012S			
	64	21,57	12,34	3,17Mn, 2,20N, 0,347C, 0,40Si, 0,020P, 0,004S			
	21	-	4,1	15,7Mn, 0,91C, 1,27Si, 0,005P, 0,01S			
	35	23,30	14,28	1,82Mn, 0,69Si, 0,048C, 0,023P, 0,016S			
Thompson (114)	40 ± 3	24,39	20,82	1,25Mn, 0,67Si, 0,04C, 0,030S, 0,023P, 0,027N, 0,24Cn			F
Rhodes, Thompson (89)	33 ± 3	23,85	21,07	< 0,01C, < 0,01Si, < 0,01N, 0,02Mn			E
	33 ± 3	21,00	22,00	< 0,01C, < 0,01Si, < 0,01N, 0,02Mn			
Hampton, Jones, Lorenzo (7)	21 ± 3	21,10	13,80	< 0,02C, < 0,01Si, < 0,01N, 0,02Mn			
	23 ± 3	18,21	20,77	< 0,01C, < 0,01Si, < 0,01N, 0,02Mn			
Hampton, Jones, Lorenzo (1970) (7)	18	18,20	18,00	< 0,02C, < 0,01Si, < 0,01N, 0,02Mn			
	45 - 30	21,10	13,80	< 0,02C, < 0,01Si, < 0,01N, 0,02Mn			F
Yang, Spruiell (1982) (123)	52	-	-	< 0,02C, < 0,01Si, < 0,01N, 0,02Mn			C
	8	18,2	8,75				
	68	17,3	13,3				
	25	18,0	14,1	0,016C			
	43	19,0	14,1	0,019C			
	35	19,0	14,0	0,004C			
13	14,9	11,4	0,005C				
47	18,1	20,6	2,805C				

\* O valor relatado foi multiplicado por 2,3.

O valor de E.D.E. que consta na coluna 1 da tabela 1 foi obtido dividindo o valor relatado pelo método de empilhamento, publicado e multiplicado pelo módulo  $-111 = 5,8 \times 10^{-11}$  N/m² para reduzir o empilhamento dos dados.

Os símbolos de primeira coluna (= □ ▲ ○ ● etc. ) foram utilizados na figura 25 para distinguir os autores.

- Notas:
- A - não atendidas
  - B - frequência de ruído
  - C - difração de Bragg
  - F - imagens de pares de defeitos de empilhamento intrínsecos e extrínsecos
  - F - separação de discordâncias atendidas usando feixe feixe
  - F - não atendidas usando feixe feixe

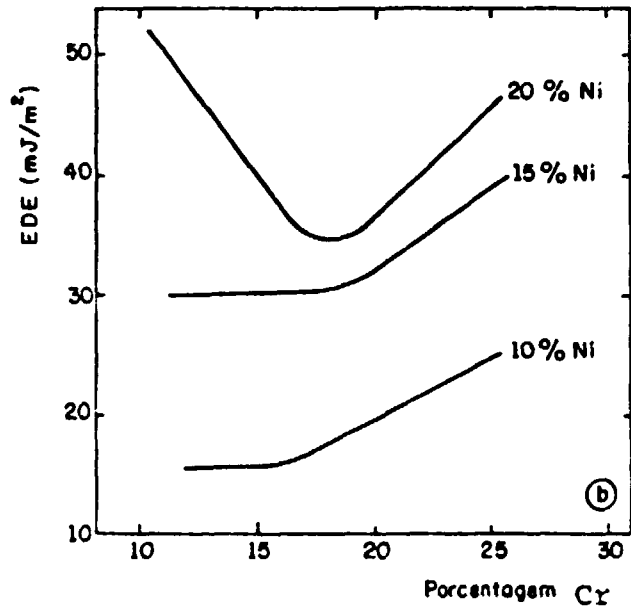
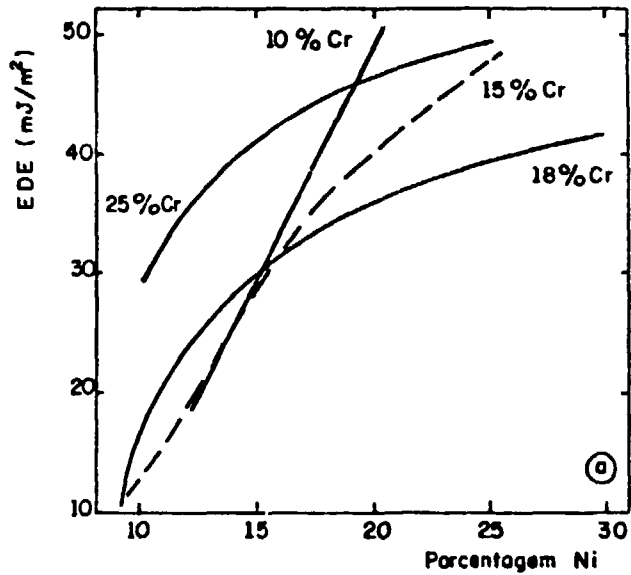


Figura 20. Dependência da EDE com conteúdo de Ni (a) e Cr (b) para quantidades fixas do outro elemento. As curvas são originais da referência (89).

comportamento das curvas é monotônico. Com base na figura 20-b, Rhodes e Thompson estabeleceram duas equações de regressão linear multidimensional dividindo os dados em baixos teores de Cr (< 20 pct) e altos teores de Cr (> 20pct). As equações resultantes foram:

$$\text{E.D.E. (mJ/m}^2\text{)} = 17 + 2.29 \text{ Ni} - 0.9 \text{ Cr para Cr} \leq 20 \text{ pct e VIII.1}$$

$$\text{E.D.E. (mJ/m}^2\text{)} = 26.6 + 0.73 \text{ Ni} + 2.26 \text{ Cr para Cr} > 20 \text{ pct VIII.2}$$

Com os mesmos objetivos dos trabalhos precedentes, uma tentativa aqui foi feita para obter uma equação que relaciona a E.D.E. com as porcentagens em peso de Cr, Ni, Si e Mn. A equação VIII.3 resulta de um ajuste por regressão multidimensional aos dados de observação direta da tabela (D-5) assinalados com (a). O resultado é mostrado na figura 21. Todos os valores publicados foram divididos pelos módulos de cisalhamento adotados nos artigos originais e multiplicados pelo módulo de cisalhamento médio dos planos (111)  $\mu_{111} = 0,66 \times 10^{11} \text{ N/m}^2$ . Esse procedimento visou a reduzir o espalhamento dos resultados para composições similares.

$$\text{E.D.E. (mJ/m}^2\text{)} = 30.5 + 2.10 \text{ Ni} - 1,27 \text{ Cr} - 6.57 \text{ Si} - 0.27 \text{ Mn VIII.3}$$

A equação apresenta as seguintes similaridades com as equações 8 (C) e 8 (D) da referência (87).

O níquel aumenta a E.D.E. aproximadamente  $2 \text{ mJ/m}^2$  por porcentagem em peso, enquanto o Cromo reduz a E.D.E. aproximadamente  $1 \text{ mJ/m}^2$  por porcentagem em peso. Embora os coeficientes dos Si e Mn se apresentem menores que na referência (87) eles estão de acordo no sentido que o Silício e o Manganês reduzem a E.D.E.. A dependência entre a E.D.E. e a composição revelou ser sensível à escolha de dados, o que pode ser atribuído às interações entre os elementos. Podemos também observar que a equação (VIII-1) obtida por Rhodes e Thompson apresenta coeficientes similares aos da nossa equação, mas a equação (VIII-2) derivada para porcentagens de Cr maiores que 20 pct está em desacordo. Este desacordo demonstra a dificuldade de generalizar o efeito de elementos de liga em grandes

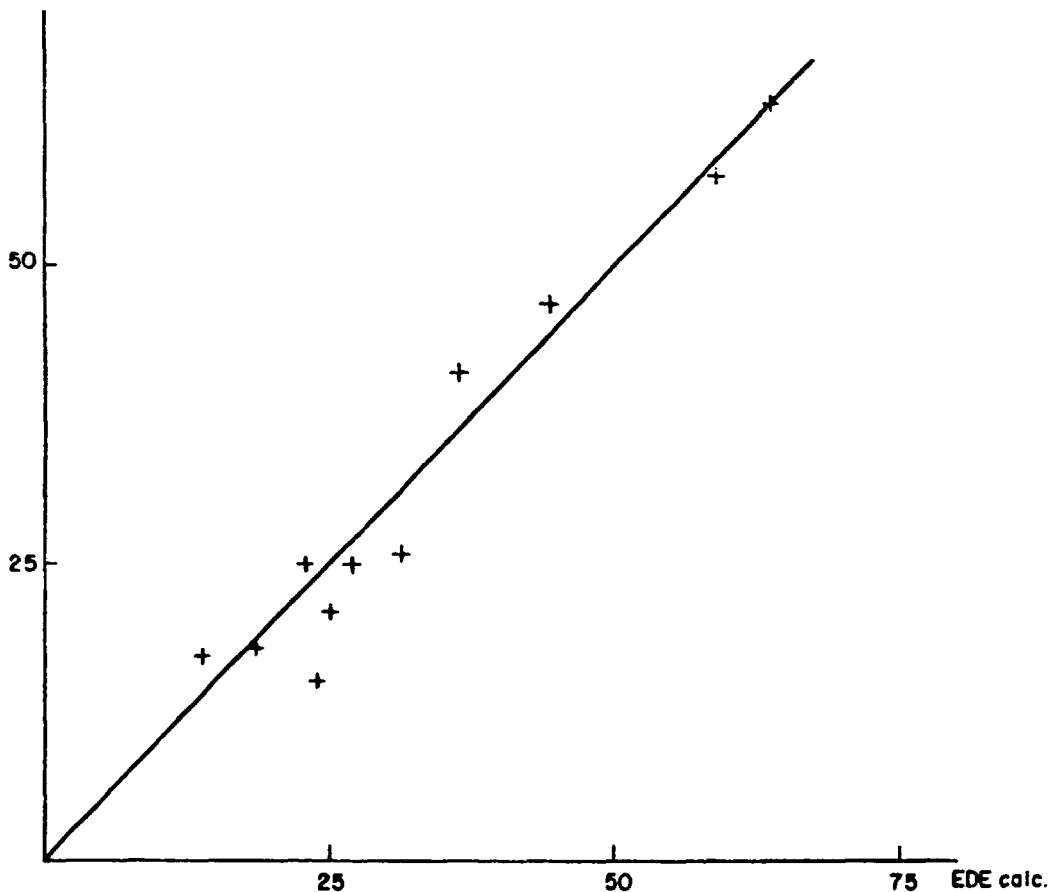


Figura 21. Comparação entre EDE experimentais e EDE calculadas com a Eq. VIII-3 com dados da Tabela D-5.

faixas de composição através de leis de aparência simples. Os gráficos das equações VIII.1, VIII.2 e VIII.3 são apresentados nas figuras (22), (23), (24) juntamente com os resultados do presente trabalho.

Para representar a dependência da E.D.E. dos elementos de liga de uma maneira mais realista e flexível, Rhodes e Thompson (89) sugeriram o uso de contornos Iso-EDE graficados em um diagrama ternário Fe-Cr-Ni, proposto originalmente por Neff e colaboradores (76). A figura (24) é um diagrama ternário Fe-Cr-Ni baseado naquele de Neff e colaboradores e atualizado por Rhodes e Thompson com dados das referências (70), (113), (21), (73), (69). Os pontos representados por (O e ◐) correspondem aos nossos resultados.

As ligas usadas neste trabalho estão todas na região de aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis, isto é, embora as ligas



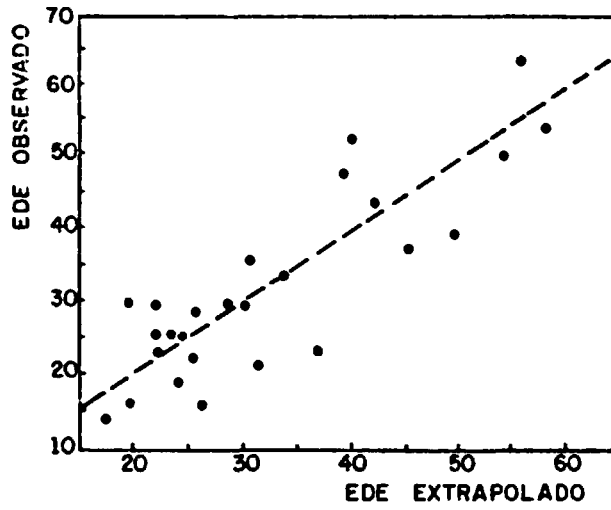


Figura 22. Comparação entre EDE observadas e calculadas pela Eq. VIII-1 para  $Cr \leq 20\%$ , segundo (89).

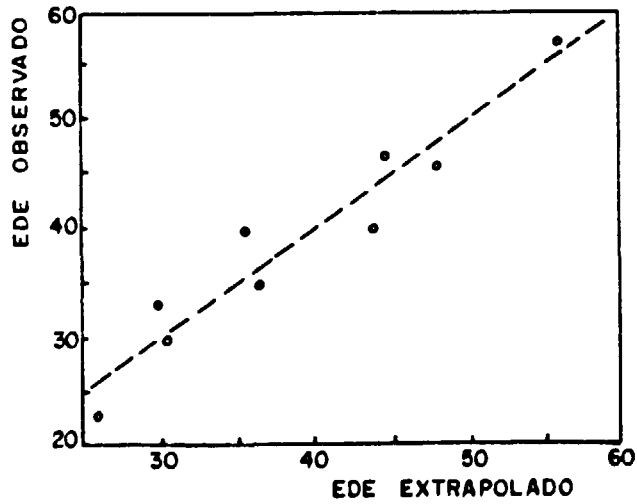


Figura 23. Comparação entre EDE observadas e calculadas pela Eq. VIII-2 para  $Cr > 20\%$ , segundo (89).

recozidas sejam todas cfc à temperatura ambiente, a fase termodinamicamente estável é ccc . A martensita c.c.c. se forma entre regiões defeituosas da austenita. As regiões defeituosas foram identificadas como conjuntos de defeitos de empilhamento superpostas às laminulas de martensita  $\epsilon$  de estrutura hexagonal compacta.

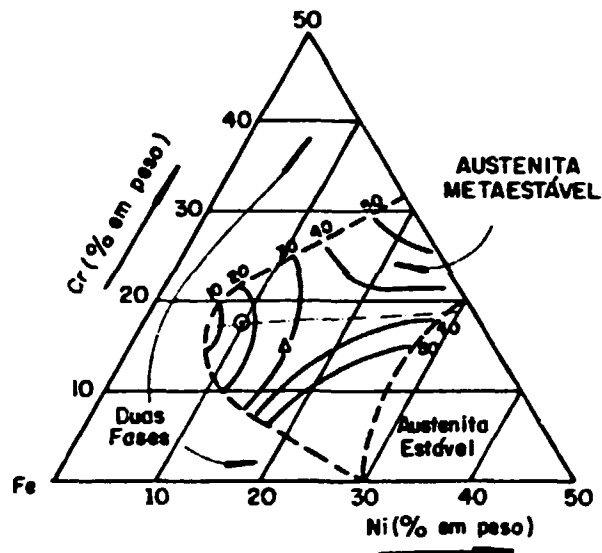


Figura 24. O canto do diagrama ternário Fe - Cr - Ni rico em Fe, mostrando contorno ISO-EDE, baseado em (89). ◻ Aços 304, 316 e 347 e Δ aço 1.4970 correspondem aos resultados deste trabalho.

Vários autores (12), (99) sugeriram que a martensita  $\alpha'$  de estrutura c.c.c. se forma via martensita  $\epsilon$ . Como a formação da fase  $\epsilon$  depende fortemente da E.D.E., é claro que este parâmetro está relacionado com a taxa de transformação martensítica. Para discutir a dependência compositiva da E.D.E. e da estabilidade de fases, recorreu-se à teoria de lacunas eletrônicas.

Em ligas para as quais as valências de átomos do soluto e do solvente são conhecidas, é usual recorrer ao conceito de concentração de elétrons para prever o comportamento da E.D.E. e estabilidade de fases. A concentração de elétrons é definida como o número de elétrons de valência por célula unitária (desde que todas as posições sejam ocupadas), ou como a razão de todos os elétrons de valência para o número de átomos,  $e/a$ . Entretanto, a dificuldade de estabelecer as valências dos elementos de transição, no caso das nossas ligas, impossibilitou a utilização desse enfoque. Uma proposta alternativa consiste em empregar o número médio de lacunas eletrônicas para uma previsão do comportamento da E.D.E. em relação à composição. O conceito de número de lacunas eletrônicas N.L.E., foi introduzido por Pauling (84) para explicar a natureza das forças interatômicas em metais. No modelo de Pauling para a estrutura eletrônica dos elementos de transição, as tendências dos valores de saturação de magnetização atômica no zero absoluto, que são os números médios de spins desemparelhados de elétrons nos metais, foram atribuídos à alguns elétrons "d" entrando em orbitais atômicos d localizados (ou não ligados) descritos por funções de onda localizadas.

Os elétrons "d" remanescentes foram considerados como integrantes de orbitais híbridos de ligação em associação com s e p. Nestas orbitais, os elétrons trocam continuamente de posições e são responsáveis pela ligação metálica. Neste esquema os 5 orbitais "d" de cada spin são divididos em 2,56 orbitais de ligação e 2,44 orbitais não ligados. Os 2,56 orbitais "d" combinam com os orbitais s e p para formar orbitais híbridos de ligação.

Pauling assumiu que o cromo utiliza 5,78 elétrons de

orbitais híbridos nas ligações. Como os orbitais 3d e 4s fornecem 6 elétrons, sobram 0,22 elétrons de spins desemparelhados.

Existem 4,88 lacunas (2 x 2,44) na camada d. O número de lacunas eletrônicas de cromo é portanto,  $NLE = 4,88 - 0,22 = 4,66$ . Com base em hipóteses similares, foram calculados os NLE de outros elementos de transição, apresentado na tabela ( L-1 ).

Metal	Cr	Mn	Fe	Co	Ni
Configuração no átomo livre	(2)(2,6)(2,4,5)1	(2)(2,6)(2,6,5)2	(2)(2,6)(2,7,6)2	(2)(2,6)(2,7)2	(2)(2,6)(2,8)2
Elétrons em orbitais de ligação	5,76	5,78	5,76	5,76	5,78
Elétrons desemparelhados em orbitais atômicos	0,22	1,22	2,22	1,21	0,61
Elétrons emparelhados em orbitais atômicos	-	-	-	1,51	3,61
Total de Elétrons	6	7	8	9	10,00
NLE	4,66	3,66	2,66	1,71	0,6

Tabela L-1 - Número médio de lacunas eletrônicas ;

Para estender os N.L.E. aos outros elementos é assumido que esse número é constante entre um grupo da tabela periódica.

Esse modelo simples tem sido contestado por vários autores (57). Segundo esses autores o esquema de Pauling está em desacordo com as diferenças nas propriedades físicas dos elementos, desde que ele assume um número constante de elétrons de ligação por átomos do grupo VI ao grupo VIIIC da tabela periódica.

O número médio de lacunas eletrônicas <N.L.E.> para a matriz de uma solução sólida pode ser calculado através dos seus componentes pela equação:

$$\langle N.L.E. \rangle = 0,61 Ni + 4,66 (Cr+Mo) + 2,66 Fe + 3,66 Mn + 5,66 Nb + 6,66 (Si+Ti)$$

onde os teores dos componentes são expressos em porcentagem atômica e os coeficientes são os N.L.E. de cada elemento.

Para fazer uma previsão da E.D.E. em função de composição foi calculado o <N.L.E.> para várias matrizes austeníticas com teores de Cr ≤ 20% cujas energias de defeito de empilhamento foram reportadas na literatura. As E.D.Es. e os N.L.Es. estão dispostos na tabela (D-5) a partir da qual as E.D.Es. e os N.L.Es. foram colocadas na figura (25). A distribuição dos pontos no gráfico sugere uma tendência da E.D.E. decrescer quando aumenta o <N.L.E.>. As curvas desenhadas no gráfico indicam essa tendência.

O espalhamento dos dados é maior na região de energias mais altas, o que é esperado pois nesta faixa da E.D.E. a precisão dos métodos de observação direta é menor. Esse espalhamento prejudica a avaliação quantitativa da variação da E.D.E. com o <N.L.E.>. Entretanto, a equação (VIII.4.1) permite individualizar a contribuição de cada elemento para o <N.L.E.> e as curvas desenhadas no gráfico delimitam uma faixa da E.D.E. correspondente aos <N.L.E.> dos aços. Os coeficientes da equação (VIII.4.1) indicam que o conteúdo de níquel pouco contribui para o <N.L.E.> enquanto que o Si, Ti, Nb e Cr são bastante efetivos para o aumento do <N.L.E.>.

Isto está em acordo com a tendência observada da E.D.E. diminuir com o aumento de Cr até teores de 20%, ou generalizando, com o aumento do Cr equivalente:

$$(\text{Cr equiv.} = \text{Cr} + 0,31 \text{ Mn} + 1,76 \text{ Mo} + 0,97 \text{ W} + 2,02 \text{ V} + 1,58 \text{ Si} + 2,44 \text{ Ti} + 1,70 \text{ Nb} + 1,22 \text{ Ta} - 0,226 \text{ Ni} - 0,177 \text{ Co})$$

As variações observadas da E.D.E. com o cromo equivalente ou com o <N.L.E.> também estão de acordo com a previsão da estabilidade das fases em faixas particulares de composição. A estabilidade

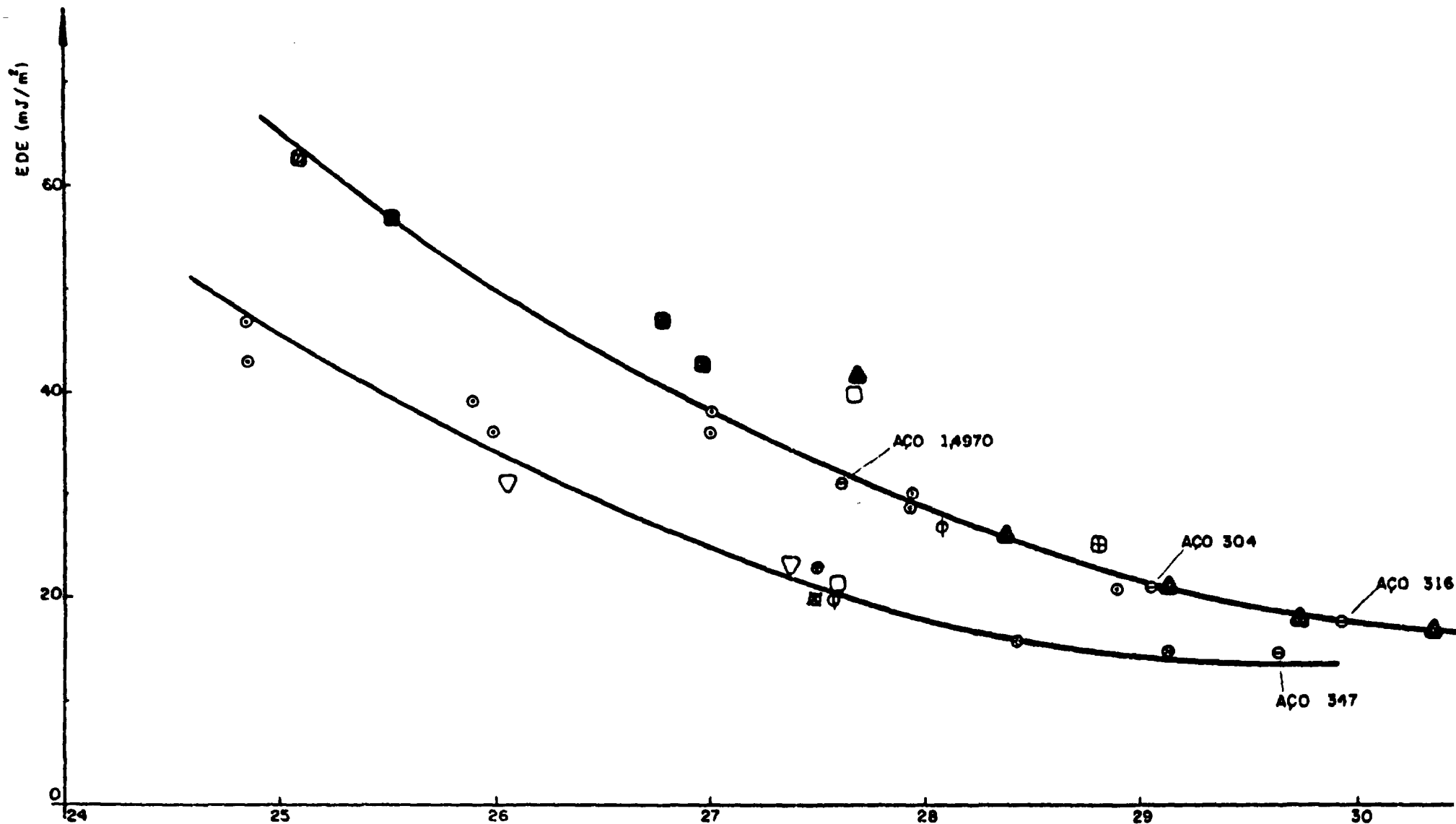


Figura 25. Curvas EDE versus <NIE> com dados da Tabela AI-2 e Tabela D-5.

dade destas fases é determinada principalmente por fatores eletrônicos desde que ela é consequência de interações da superfície de Fermi com as zonas de Brillouin destas estruturas. Um aumento no conteúdo de Ni para uma porcentagem fixa de Cr diminui o cromo equivalente, diminui o valor de  $M_s$  ( a máxima temperatura na qual a transformação para martensita ocorre espontaneamente ) e aumenta a E.D.E. como esperado, desde que o Ni estabiliza a estrutura cfc em aços inoxidáveis. Ligas com alto teor de Ni apresentam estrutura celular de discordâncias na fase austenítica, isto é, escorregamento com desvio é fácil. Um aumento do conteúdo de Cr aumenta o <N.L.E.> e estabiliza a fase C.C.C.. Se a transformação martensítica ocorre segundo a sequência  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$  podemos relacionar diretamente o aumento da <N.L.E.> e a diminuição da E.D.E. com a ocorrência de transformação para martensita C.C.C.. Adições de Cr (  $\leq 20$  pct ) e o Ni mudam os arranjos de discordâncias de emaranhados e células ( níquel puro ) para redes coplanares.

Os aços 304, 347 e 316 estudados no presente trabalho apresentaram números médios de lacunas eletrônicas 2.907, 2.965 e 2.990 que os coloca na faixa de baixas E.D.E. (21, 15 e 18 mJ/m<sup>2</sup>). Esses aços sofreram transformações parciais de austenita c.f.c. para martensita c.c.c.. O procedimento de dobrar o perfil da austenita adotado nestes aços para separar o perfil c.c.c. superposto forçou uma simetrização do perfil, eliminando qualquer assimetria causada pela presença de maclas. Como os perfis da austenita não eram marcadamente assimétricos, assumiu-se que o erro introduzido é pequeno. No entanto, essa pode ser uma causa da E.D.E. do aço 347 se apresentar menor que a do aço 316 quando seu <N.L.E.> é menor. Apesar dessa discrepância, esses aços estão coerentes com os resultados da literatura dispostos na figura (25).

Os aços 304 com adições de nióbio maiores que a do aço 347

sofreram transformações totais de austenita para martensita c.c.c. sob as condições severas de deformação impostas pela lamagem. A impossibilidade de controlar a taxa de deformação por lamagem e de medir a E.D.E. destes aços impediu qualquer avaliação quantitativa dos efeitos das adições de Nióbio na E.D.E.. No entanto, um cálculo do <N.L.E.> pode indicar a faixa de E.D.E. destes aços e justificar a ocorrência de transformação da fase. O nióbio é bastante efetivo para aumentar o cromo equivalente e o número de lacunas eletrônicas. Para calcular o número de lacunas eletrônicas foram utilizados os teores de nióbio em solução determinados no item VI.2. Os números médios de lacunas eletrônicas desses aços, seguindo a mesma ordem da tabela (M.1) são: 2.918, 3.009, 3.034, 3.000. Estes números os colocam na região da figura (25) de <N.L.E.> correspondentes a uma faixa de baixas E.D.E. (o limite superior é aproximadamente  $\gamma = 20 \text{ mJ/m}^2$ ). A alta taxa de transformação martensítica sugere novamente a relação entre o aumento do <N.L.E.> (ou do Cr equivalente), a diminuição da E.D.E. e o aumento da taxa de transformação martensítica.

O aço inoxidável austenítico estabilizado com titânio DIN-WERKSTOFF 1.4970 apresenta maior teor de níquel e menor teor de cromo que os outros aços analisados neste trabalho. Nestes aços não foram observadas martensitas induzidas por deformação. Também não foram observadas a ferrita  $\delta$  e fases intermetálicas. Esses resultados, assim como a E.D.E. mais elevada ( $\gamma = 31 \text{ mJ/m}^2$ ) decorrem do aumento do teor de níquel, que estabiliza a austenita e do menor teor de cromo que tem como consequência um menor número médio de lacunas eletrônicas, <N.L.E.> = 2,761.



## IX - CONCLUSÕES

Um método foi desenvolvido para determinar a energia de defeito de empilhamento, microtensão quadrática média e probabilidade de defeitos de empilhamento de metais e ligas c.f.c. 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 austeníticos AISI 304, AISI 316, AISI 347 e DIN-WERKSTOFF 1.4970, que são respectivamente 21, 18, 15 e 31 mJ/m<sup>2</sup>. Estes resultados apresentam conformidade com as medidas de raios de nós de discordâncias por microscopia eletrônica de transmissão. Entretanto, o método de difração de Raios-X se aplica potencialmente a uma faixa maior da E.D.E..

Uma revisão dos resultados da literatura foi feita e um método para estimar a E.D.E. 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 do número de lacunas eletrônicas (ou com o aumento do cromo equivalente).

A adição de Nióbio aumenta o número de lacunas eletrônicas e diminui a energia de defeito de empilhamento.

A observação de maior taxa de transformação martensítica nos aços examinados contendo maior número de lacunas eletrônicas sugere que aços com menor energia de defeito de empilhamento são menos estáveis contra a transformação para martensitas  $\epsilon$  ou  $\alpha'$ .

TRANSFORMAÇÃO DE FOURIER E CONVOLUÇÃO

Sejam  $f$  e  $g$  duas integráveis sobre toda a reta numérica. A função:

$$h(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(y) \cdot g(x-y) dy$$

chama-se convolução de  $f$  e  $g$ . A função  $h$  é notada  $f * g$ .

Proposição seja  $Z: \mathbb{R} \times \mathbb{R} \rightarrow \mathbb{R}$  uma função contínua, tal que as integrais iteradas abaixo converjam:

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} |Z(x, y)| dx dy \quad \text{e} \quad \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} |f(x, y)| dy dx \quad (23)$$

Então as integrais iteradas de  $Z$  convergem e:

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} Z(x, y) dy dx = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} Z(x, y) dx dy$$

No caso da integral de Lebesgue, o resultado acima é chamado de Teorema de Fubini. Observa-se que, se  $Z$  for integrável à Lebesgue, e se as transformadas de Fourier forem entendidas como integrais de Lebesgue, os coeficientes de Fourier estão bem definidos.

Aplicando o Teorema de Fubini, obtêm-se a transformada de Fourier da convolução de duas funções de  $L_1$  (espaço das funções somáveis).

$$\begin{aligned} F(f * g) &= H = \int_{-\infty}^{+\infty} h(x) \exp(i \lambda x) dx = \int_{-\infty}^{+\infty} \left\{ \int_{-\infty}^{+\infty} f(y) g(x-y) dy \right\} \exp(i \lambda x) dx \\ &= \int_{-\infty}^{+\infty} \exp(i \lambda y) f(y) \int_{-\infty}^{+\infty} \exp(i \lambda (x-y)) g(x-y) dx dy = F(f) \times F(g) = F \times G \end{aligned}$$

pois:

$$\int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} |Z(x, y)| dy dx < \infty \text{ e } \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{\infty} |Z(x, y)| dx dy < \infty$$

onde:

$$Z(x, y) = e^{i\lambda x} f(y) g(x-y)$$

portanto:

$$H = F \times G \text{ e } F = \frac{H}{G}$$

## APÊNDICE B

### EFEITOS DA ANISOTROPIA ELÁSTICA

Schramm e Reed reexaminaram a correlação dos dados do ponto de vista que  $\kappa_{111}\omega_0$  deve depender da anisotropia elástica.

O coeficiente de rigidez clástica  $c_{44}$  pode ser interpretado diretamente. Ele mede a resistência à deformação quando se aplica um cisalhamento na direção [ 010 ] do plano (100). A combinação linear  $(c_{11} - c_{12})/2$  representa a resistência à deformação para um cisalhamento através do plano (110) na direção [  $\bar{1}\bar{1}0$  ]. Como para corpos isotrópicos  $A = c_{44} \div [(c_{11} - c_{12})/2] = 1$ , o fator A é uma medida da anisotropia e é conhecido como fator de anisotropia de Zener. Para examinar os dados para a dependência desta variável, Schramm e Reed calcularam  $\kappa_{111}\omega_0$  pela equação a partir dos pares  $\gamma/\mu_{111}bp$ ,  $\frac{\langle \epsilon_{50}^2 \rangle}{\alpha}$  para cada elemento. Os valores de  $\kappa_{111}\omega_0$  graficados em função de A em papel bilogarítmico estabeleceram uma relação linear. A inclinação da reta por eles desenhada é -0,37. Com isso, uma nova equação foi proposta com a inclusão do fator de anisotropia:

$$\gamma = \frac{\kappa_{111}\omega_0 \mu_{111} \alpha_0}{\eta \sqrt{3}} A^{-0,37} \cdot \frac{\langle \epsilon_{50}^2 \rangle}{\alpha} \quad (B-1)$$

A inclusão do fator de correção para a anisotropia melhorou a correlação entre os dados de difração de Raios-X e as energias de defeito de empilhamento reportadas nesta referência e definiu um novo coeficiente  $\kappa_{111}\omega_0 = 6.6 \pm 0.1$ .

Com o mesmo objetivo e seguindo o mesmo procedimento tentamos estabelecer uma relação entre  $\kappa_{111}\omega_0$  e o fator de anisotropia de Zener A. A tabela (A-1) apresenta os fatores de Zener e os valores de  $\kappa_{111}\omega_0$  calculados para cada elemento.

Metal	A	$\kappa_{111}\omega_0$	$\kappa_{111}\omega_0$
Ag	3,0	4,4	4,0
Au	2,9	6,7	4,7
Cu	3,2	4,9	3,6
Al	1,2	5,6	4,7

Tabela A-1 - Anisotropias de Zener  $\kappa_{111}\omega_0$  calculados a partir das referências 34, 54 e nossas medidas.

O ajuste entre os dados da segunda e terceira coluna da tabela não resultou em uma boa correlação entre  $\kappa_{111}\omega_0$  e A. No caso de segunda e quarta coluna, uma correlação melhor, mas ainda insatisfatória. O coeficiente da reta desenhada no último caso é - 0,17. Incluindo o fator de correlação para a anisotropia  $A^{-0.17}$  podemos reescrever a equação V.12 na forma:

$$\gamma = \frac{\kappa_{111}\omega_0 \mu_{111} \alpha_0 A^{-0.17}}{\eta \sqrt{3}} \frac{\langle \epsilon_{30}^2 \rangle_{111}}{\alpha} \quad (B-2)$$

Regraficando os dados da tabela (MP-1) usando equação (B-2), o espalhamento dos dados foi um pouco reduzido como mostra a figura (26). O novo coeficiente angular forneceu  $\kappa_{111}\omega_0 = 2,1$ .

A má qualidade dos ajustes aos dados da tabela (A-1) não permitiu estabelecer a dependência entre  $\kappa_{111}\omega_0$  e A. Seria desejável que para estabelecer uma relação entre  $\kappa_{111}\omega_0$  e A, outros materiais fossem estudados. Essas considerações nos levaram a adotar a equação (V.12) que não inclui o fator de correção para a anisotropia, para determinar as energias de defeito de empilhamento a partir de parâmetros experimentais.

R E F E R E N C I A S

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. Met. Trans., 1 (9): 2375 - 2382, 1970.
2. ADRIAN ROBERTS, J.T. Structural Materials in Nuclear Systems, Plenum Press, 1981.
3. AHLERS, M; HAASEN, P.Z. Metallkde, 53: 302, 1962 apud REED, R.P.; SCHRAMM, R.E. Relationship Between Stacking-Fault Energy and X-Ray Measurements of Stacking-Fault and Microstrain. J Appl. Phys., 45 (11): 4705 - 4711, 1974.
4. AHLERS, M. Z. Metallkde, 56: 741, 1965 apud 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 - 4711, 1974.
5. AHLERS, M. Stacking Fault Energy and Mechanical Properties. Met. trans, 1 (9): 2415 - 2428, 1970.
6. AHLERS, M; HAASEN, P. Die Stapelfehlerenergie von Gold Nach der III - Methode Phys. Stat. Sol., 10: 485 - 491, 1965.
7. BAMPTON, C.C.; JONES, I.P.; LORETO, M.H. Stacking Fault Energy Measurements in Some Austenitic Stainless Steels. Acta Met, 26: 39 - 51, 1978.
8. BARRETT, C.R.; SHERBY, O.D. Influence of Stacking - Fault Energy on High-Temperature Creep of Pure Metals. Trans. TMS - AIME, 233: 1116 - 1119, 1965.
9. BARRETT, C.S.; MASSALSKI, T.B. Structure of Metals. 3 ed., Oxford, Pergamon, 447, 1980 (International Series on Materials Science and Technology, 35).

10. BERNER, R.Z. Naturforsch, A15:689, 1960 apud 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 - 4711, 1974.
  11. BORCHERS, H.; DROPMANN, P. Geschwindigkeitsabhängigkeit des Plastischen Verhaltens und Stapelfehlerenergie von Aluminium - Einkristallen bei 77°K. Z. Metallkde, 62 (7): 525 - 526, 1971.
  12. BOWKETT, M.W.; HARRIES, D.R. Martensitic Transformations in Cold Rolled En 58B (type 321) Austenitic Stainless Steel. Metallurgy Division, AERE, Harwell, abr. 1978 (AERE - R - 9093).
  13. BROWN, L.M. Tholen: Disc. Faraday soc. vol. 38, 1964, pag.35.
  14. BROWN, L.M. The Self-Stress of Dislocations and the shape of extended Nodes, Phil. Mag. 10: 441-466, 1964.
  15. BUHLERS, S.E.; LUCKE, K. Plastische Verformung' von Silberginkristallen bei hoher Temperatur. Z. Metallkde, 55: 331 - 342, 1964.
  16. BUHLERS, S.E.; LUCKE, K.; ROSENBAUM, F. W. Die durch Plastizitätsuntersuchungen bestimmte Stapelfehlerenergie von Silber in Temperaturbereich 172°K bis 873°K. Phys. Status Solidi 2, 886, 1963.
  17. BURTON, E. The influence of Stacking Fault Energy on Creep. Acta Metall, 30: 905 - 910, 1982.
  18. 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): 213-215, 1973.
  19. CLAREBROUGH, L.M. Stacking - Fault Tetrahedra in Annealed f.c.c. Metals and alloys. Phil Mag., 30: 1295 - 1312, 1974.
  20. CLAREBROUGH, L.M.; HUMBLE, P.; LORETTO, M.H. Faulted Defects and Stacking-Fault Energy. Can.J.Phys., 45: 1135 - 1146.
-

21. CLEMENT, A.; CLEMENT, N.; COULOMB, P. Paires de défauts Intrinsèque et Extrinsèque dans un acier inoxydable et dans un Alliage Cuivre-Silicium. Phys. Status sol., 21: K97 - K98, 1967.
22. COCKAYNE, D.J.H.; JENKINS, M.L.; RAY, I.L.F. The Measurement of Stacking-Fault Energies of Pure Face Centered Cubic Metals. Phil. Mag. 24: 1383 - 1392, 1971.
23. COCKAINE, D.J.H.; VITEK, V. Effect of Core Structure on the Determination of Stacking-Fault Energy in Close - Packed Metals. Phys. Stat. Sol., 65 (6): 751 - 764, 1974.
24. COTTERILL, P.; MOULD, P.R. Recrystallization and Grain Growth in Metals, Surrey University Press, 1976. pag. 18.
25. COULOMB, P. Experimental Estimation of Stacking-Fault and antiphase-boundary Energies - J. Microsc. Spectrosc. Electron, 3 (4): 295 - 306, 1978.
26. CULLITY, B.D. Elements of X-Ray Diffraction. 2 ed. sem local, Addison-Wesley, 1978 (Addison-Wesley Series in Metallurgy and Materials).
27. CZJZEK, G.; SEEGER, A.; MADER, S. Die Stabilität von Stapelfehlertetraedern in Abgeschreckter kubisch - Flächenzentrierten Metallen und Phys, Status Solidi, 2: 558 - 565, 1962.
28. DIETER, E.G. Mechanical Metallurgy. 2 ed. sem local McGraw-Hill, 1976.
29. DILLAMORE, I.L. The Stacking-Fault Energy dependence of the Mechanisms of deformation in F.C.C. Metals. Met. Trans, 1 (9): 2463 - 2470, 1970.
30. DILLAMORE, I.L.; SMALLMAN, R.E. The Stacking Fault Energy of F.C.C. Metals. Phil. Mag, 12: 191 - 193, 1965.



31. DILLAMORE, I.L.; SMALLMAN, R.E.; ROBERTS, W.T. A Determination of the Stacking-Fault Energy of Some Pure F.C.C. Metals, *Phil. Mag.*, 9: 517 - 526, 1964.
32. DOBSON, P.R.; GOODHEW, P.J.; SMALLMAN, R.E. Climb Kinetics of Dislocation Loops in Aluminium. *Phil. Mag.* 16: 9 - 22, 1967.
33. DOUGLASS, D.L.; THOMAS, G.; ROSER, W.R. Ordering, Stacking Faults and Stress Corrosion Cracking in Austenitic Alloys. *Corrosion*, 20: 154 - 284, 1964.
34. DROPMANN, P.; TENSI, H.M.; BORCHERS, H. Kritische Schubspannung und Quergleitspannung von Aluminium - und Aluminium - Magnesium - Einkristallen. *Z. Metallkunde*, 61: 848 - 852, 1970.
35. DULIEU, D.; NUTTING, J. Metallurgical Developments in High - Alloy Steels Influence of Solute Additions on the Stacking Fault Energy of Iron-Nickel-Chromium Austenites, 140 - 145.
36. EDINGTON, J.W.; SMALLMAN, R.E. Faulted Dislocations Loops in Quenched Aluminium. *Phil. Mag.*, 11: 1109 - 1134.
37. FAULKNER, E.A. Calculation of Stored Energy from Broadening of X-Ray Diffraction Lines, *Phil. Mag.* 2: 519 - 521, 1960.
38. 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. TMS-AIME*, 242: 771 - 776, 1968.
39. FISHER, J.C.; DUN, C.G. Imperfections in Nearly Perfect Crystals. Wiley, Nova York, 1952, p. 317 apud REEP, R.E.; SCHRAMM, R.E. Relationship Between Stacking Fault Energy and X-Ray Measurements of Stacking Fault Probability and Microstrain. *J. Appl. Phys.*, 45(11): 4705 - 4711, 1974.
40. FULLMAN, R.L. Interfacial Free Energy of Coherent Twin Boundaries in Copper. *J. Appl. Phys.* 22: 448 - 455.

41. GALLAGER, P.C.J. Stacking-Fault Energy in Dilute Silver Alloys from Extended Node Measurements. J. Appl. Phys. 39 (1): 160-162, 1968.
42. GALLAGER, P.C.J. The Influence of Alloying, Temperature, and Related Effects on the Stacking Fault Energy Metall. Trans., 1: 2429-2461, 1970.
43. GALLAGER, P.C.J.; LIU, Y.C. The Diversity of Stacking Fault Energy Determination and its Significance 17: 127-137, 1975 (ACTA METALL).
44. GALLAGER, P.C.J.; WASHBURN, J. The Stacking-Fault Energy in the AG-In Series. Phil. Mag., 14: 871-978, 1966.
45. GALLAGER, P.C.J. PHD Thesis (Cambridge University England, 1964).
46. GROSSKRENTZ, T.C. Strengthening and Fracture in Fatigue (Approaches for Achieving High Fatigue Strength). Metall. Trans. 3: 1255-1262, 1972.
47. GUINIER, A. X-Ray Diffraction in Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies. W.H. FREEMAN, 1963. (A Series of Books in Physics).
48. HAASEN, P.; KING, A. Verfestigung und Stapelfehlerenergie von Kupfer-Legierungs Kristallen Z. Metallkde, 51: 722 - 736, 1960.
49. HARRIS, I.R., DILLAMORE, I.K.; SMALLMAN, R.E.; EESTON, B.E.P. The Influence of J-Band Structure on Stacking-Fault Energy, Phil. Mag., 14: 325 - 333, 1966.
50. HAUSSERMANN, F.; WILKENS, M. Bestimmung der Stapelfehlerenergie Kubi Schflachenzentrierter Metalle aus der Analyse des Elektrohenmikroskopischen Beugungskontrastes von Stapelfedllderdipolen Phys. Stat. Sol., 18: 609 - 624, 1966.
51. HENDERSON, B. Stacking-Fault Probabilities in Copper-Nickel Alloys J. Inst. Met. 92: 55 - 56, 1963.

52. HIRTH, J.P.; LOTHE, J. Theory of Dislocations, McGraw-Hill, 1968, pág. 291.
53. HOWIE, A.; SWANN, P.R. Direct Measurements of Stacking-Fault Energies from Observation of Dislocation Nodes Phil. Mag. 6: 1226, 1961.
54. HU, H.; CLINE, R.S.; GOODMAN, S.R. Texture Transition in High-Purity Silver and Its Correlation with Stacking Fault Frequency. J. Appl. Phys, 32 (7): 1392 - 1399, 1961.
55. HUL, D. Introduction to Dislocations, Pergamon Press, 1969, pág. 88.
56. HUL, D. Introduction to Dislocations; Pergamon Press, 1969, pág. 90.
57. HUME-ROTHERY, W.F.R.S.; IRVING, H.M.; WILLIAMS, R. J. P. Proc. Royal Society, 208A, 1951.
58. INMAN, M.C.; KHAN, A.R. The Interfacial Energy of Coherent Twin Boundaries in Copper. Phil. Mag., 6: 937 - 938, 1961.
59. JENKINS, M.L. Measurement of the Stacking-Fault Energy of Gold Using the Weak-Beam Technique of Electron Microscopy. Phil. Mag., 26: 747 - 751, 1972.
60. JOSSANG, T.; HIRTH, J.P. The Energies of Stacking Fault Tetrahedra in F.C.C. Metals, 13 (4): 657 - 670, 1966.
61. JOSSANG, T.; STOWELL, M.J.; HIRTH; J.P.; LOTHE, J. On the Determination of Stacking Fault Energies from Extended Dislocation node Measurements. ACTA. Met., 13: 279 - 291, 1965.
62. KANNAN, V.C.; THOMAS, G. Dislocation Climb and Determination of Stacking-Fault Energies in Al and Al - 1% Mg. J. Appl. Phys., 37 (6): 2363 - 2370, 1966.
63. KIDRON, A.; DE ANGELIS, R.J. Old Errors and New Corrections In X-Ray Line Profile Analysis. Advances in X-Ray Analysis, 19: 295 - 306.

64. KITTEL, C. Introduction to Solid State Physics, 3<sup>rd</sup> ed, John Wiley, 1967, pág. 25.
65. KLUG, H.P.; ALEXANDER, L.E. X-Ray Diffraction Procedures, John Wiley, Advances in X-Ray Analysis, 19: 295 - 306.
66. KOMOLGOROV, A.; FOMINE, S. Eléments de la Théorie de Fonctions et de l'analyse Fonctionnelle, Éditions Mir-Moscou.
67. KUMMERER, K. Werkstoffe der Kerntechnik, G. Braun Verlag, Karlsruhe, 1980.
68. LATANISION, R.M.; RUFF JR, A.W. Extrinsic-Intrinsic Stacking -Fault Pairs in an Fe - Cr - Ni Alloy. J. Appl. Phys. 40 (7) : 2716 - 2720, 1969.
69. LATANISION, R.M.; RUFF JR, A.W. The Temperature Dependence of Stacking Fault Energy in Fe-Cr-Ni Alloys. Metall.Trans. 2 (02): 505 - 509, 1971.
70. LECROISEY, F.; PINEAU, A. Martensitic Transformations Induced by Plastic Deformation in the Fe - Ni - Cr - C System. Metall. Trans. 3: 387 - 396, 1972.
71. LORETTO, M.H.; CLAREBROUGH, L.M.; SEGALL, R.L. Stacking - Fault Tetrahedra in Deformed Face-Centred Cubic Metals. Phil. Mag., 11: 459 - 465, 1965.
72. LORETTO, M.H.; CLAREBROUGH, L.M.; SEGALL, R.L. The Stacking - Fault Energy of Silver. Phil. Mag., 10: 731 - 732, 1964.
73. MURR, L.E. Stacking-Fault Anomalies and the Measurement of Stacking-Fault Free Energy in F.C.C. Thin Solid Films, 4 : 389 - 412, 1969.
74. MURR, L.E. Temperature Coefficient of Twin-Boundary Energy: The Determination of Stacking-Fault Energy from the Coherent Twin-Boundary Energy in Pure F.C.C. Metals. Scripta Metall, 6: 203 - 208, 1972.

75. NAKAJIMA, K. Sci. Rep. Res. Inst. Tohoku Univ. 12A, 309  
1960.
76. 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 - 868, 1969.
77. NEWTON, C.J.; RUFF, A.W. X-Ray Diffraction Measurements  
of Stacking Faults in Alpha Silver-Tin Alloys J. Appl.  
Phys., 37 (19): 3860 - 3868, 1966.
78. NORDSTROM, V. BARRET, C.R. The Stacking Fault Energy of  
Some Copper Silicon Alloys. Acta Metall, 17: 139 - 146,  
1969.
79. NOSKOVA, N.I., PAVLOV, V.A.; NEMNUNOV, S.A. Phys. Met.  
Metallog. 20, nº 6, 123 (1965).
80. NOSKOVA, N.I.; PAVLOV, V.A. Phys. Met. Metallog. 17, nº 2,  
186 1962.
81. OTTE, H.M. Measurement of Stacking-Fault Energies by  
X-Ray Diffraction J. Appl. Phys., 38 (1): 217 - 222,  
1967.
82. PADILHA, A.F.; PETOILHO, J.C.; FALHEIROS, I.G.S. Uma Dis-  
cussão sobre os Efeitos de Adições de Zr, Ti, V e Nb na  
Microestrutura de Aços Inoxidáveis Austeníticos, Seminário  
de Física da ABM. Belo Horizonte, outubro, 1983.
83. PATERSON. M.S. X-Ray Diffraction by Face-Centered Cubic  
Crystals with Deformation Faults. J. Appl. Phys., 23(8) :  
805 - 811, 1952.
84. PAULING, L. The Nature of the Interatomic Forces in Metals,  
Phys. Rev., 54: 899 - 904, 1938.
85. PETERSON. L.G.; QUEENEY, R.A. Stacking Fault Free Energy  
in Copper. Trans. AIME, 245: 2098 - 2099, 1969.

86. 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 - 4711, 1974.
87. REED, R.P.; SCHRAMM, R.E. Relationship Between Stacking - Fault Energy and X-Ray Measurements of Stacking Fault Probability and Microstrain. J. Appl. Phys., Vol, 45 n<sup>o</sup> 11, pág. 4707, 1974.
88. RÉMY, L.; PINEAU, A.; THOMAS, B. Temperature Dependence of Stacking Fault Energy in Close-Packed Metal and Alloys. Mater. Sci. Eng., 36: 47 - 63, 1978.
89. RHODES, C.G.; THOMPSON, A.W. The Composition Dependence of Stacking Fault Energy in Austenitic Stainless Steels. Met Trans, 8A: 1901, 1977.
90. ROGAUSCH, K.D. Die Stapelfehlerenergie von Legierungen nach der Knoten-und der IIII - Methode. Z. Metallkde, 58: 50 - 56, 1967.
91. ROSENFELD, A.R.; AVERBACH, B.L. Initial Stages of Plastic Deformation in Copper and Aluminium Acta Metall, 8 : 624 - 6299, 1960.
92. 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 Advances in X-Rays Analysis, 12: 208 - 235, 1969.
93. RUFF JR, A.W. Measurements of Stacking Fault Energy From Dislocations Interactions - Met. Trans., 1 (9): 2391 - 2413. 1970.
94. RUFF JR, A.W.; IVES, L.K. The Stacking Fault Energy in  $\alpha$  - Silver - Tin Alloys. Can. J. Phys. 45: 787 - 795, 1967.
95. SAKA, H.; IWATA, T.; IMURA, T. Temperature Dependence of The Stacking-Fault Energy in Pure Silver. Phil. Mag. 37

96. SCHRAMM, R.E.; REED, R.P. Stacking Fault Energies of Seven Commercial Austenitic Stainless Steels. Metall. Trans. 6 (7): 1345 - 1351, 1975.
97. SEEGER, A. The Stacking-Fault Energy of Gold and Silver. Phil. Mag., 9: 887 - 890, 1964.
98. SEEGER, A.; BERNER, R.; WOLF, H. Die Experimentelle Bestimmung von Stapelfehlerenergien Kubisch - Flächenzentrierter Metalle. Z. Phys., 155: 247 - 262, 1959.
99. SEETHARANAN, V.; KRISHNAN, J. Mat. Sci., 16, 523, 1981.
100. SIEMS, R. Disc Faraday Soc., vol. 38, pág. 42, 1964.
101. SILCOCK, J.M.; ROOKES, R.W., BARFORD, J. Twin Frequency and Stacking Fault Energy in Austenitic Steels. J. Iron and Steel Institute, 204: 623 - 627, 1965.
102. SMALLMAN, R.E. Modern Physical Metallurgy, 3 ed. Butterworths, pág. 213, 1970.
103. SMALLMAN, R.E.; ASHBEE, K.H.G. Modern Metallography, Pergamon Press, pág. 98, 1969.
104. SMALLMAN, R.E.; ASHBEE, K.H.G. Modern Metallography, Pergamon, pág. 178, 1969.
105. SMALLMAN, R.E.; DILLAMORE, I.L.; DOBSON, P.S. The Measurement of Stacking Fault Energy. J. de Phys., 27: C3 - 86, 1966.
106. SMALLMAN, R.E.; DOBSON, P.S. Stacking Fault Energy Measurement from Diffusion Metall. Trans., 1: 2383 - 2389, 1970.
107. SMALLMAN, R.E.; WESTMACOTT, K.H. Stacking Faults in Face-Centred Cubic Metals and Alloys Phil Mag., 2: 669 - 683, 1957, J.I.
108. STEEDS, J.W. Calculations of the Contrast of Faulted Dipoles and the Measurement of the Stacking-Fault Energy, 16: 785 - 803, 1967.

109. STOBBS, W.M.; SWORN, C.H. The Weak Beam Technique as Applied to the Determination of the Stacking-Fault Energy of Copper. *Phil. Mag.*, 24: 1365-1381, 1971.
110. STOKES, A.R. *Proc. R. Soc.*; vol. 61, pág. 382, 1948.
111. SUSUKI, H.; BARRETT, C.S. Deformation Twinning in Silver-Gold Alloys. *Acta Metall*, 6: 156-165, 1952.
112. SWANN, P.R. Proceedings of the First Berkeley International Materials Conference "The Impact of Transmission Electron Microscopy on Theories of the Streemgth of Crystals" held at the University of California, Berkeley, July 5-8, 1961 Edited by THOMAS, G.; WASHBURN, J. Interscience Publishers, Dislocation Arrangements in Face-Centered Cubic Metals and Alloys, pág. 131 - 181.
113. SWANN, P.R. *Corrosion*, 1963, vol. 19, p. 102t - 112t.
114. TARTOUR, J.P.; WASHBURN, J. *Philos mag.* 16 - 9, 1968.
115. TENSI, H.M.; PLESS, W.; BORCHERS, H. *Z. Metallkde.* 63, 14 1972.
116. TEOTONICO, L.J. *Phil. Mag.*, 1964, vol. 10, pág. 401.
117. THOMAS, B.; HENRY, G. *Mem. Sci. Rev. Met*, 1967, vol. 64, pag. 625 - 36.
118. THOMPSON, A.W. *Mater. Sci. Eng.*, 1974, vol. 14, pag. 243-44.
119. THORNTON, P.R.; HIRCH, P.B. The Effect of Stacking Fault Energy on Low Temperature Creep in Pure Metals. *Phil. mag.* 3: 738 - 761, 1958.
120. THORNTON, P.R.; MITCHELL, T.E.; HIRSH, P.B. *Philos. Mag.* 7, 1349, 1962.



122. VASSAMILLET, L.F.; MASSALKI, T.B. Stacking Fault Probabilities of Some Alloys of Copper and Silver with Zinc and cadmium J. Appl. Phys. 34 (11): 3398 - 3404, 1963.
123. YANG, S.W.; SPRUIELL, J.E. Cold-Worked State and annealed Behaviour of Austenitic Stainless Steel. J. of Mat.Science 17: 677 - 690, 1982.
124. WARREN, B.E. X-Ray Diffraction, Addison-Wesley, pag. 351.
125. WARREN, B.E.; AVERBACH, B.L. J. Appl. Phys. vol. 21, 1950; pág. 595.
126. WATKIN, J.S. ASTM STP 611, ASTM, pág. 27, 1976.
127. WEERTMAN, J.; WEERTMAN, J.R. Elementary Dislocation Theory the Mecmillan Company, London, 1971.
128. WESTMACOTT, K.H.; PECK, R.L. Philos. Mac., 23,611-22, 1971 .
129. WILKENS, M.; RAPP, M.; DIFFERT, K. Die Stapelfehlerenergie Von Silber Vershiedener Reinheit, 57 (10): 746-750, 1966.
130. WILLIANSON, G.K.; SMALLMAN, R.E. Philos. Mag. 1, 34, 1956.
131. WHELAN, M.J. Proc. Roy. Soc., vol. 249, pág. 114, 1959.