



## ANÁLISE IN SITU DO COMPORTAMENTO MECÂNICO E EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE UMA LIGA CU-0,7Cr-0,1Zr UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON

Pedro H. F. Oliveira<sup>1,2\*</sup>, Danielle C. C. Magalhães<sup>2</sup>, Marcel T. Izumi<sup>3</sup>, Osvaldo M. Cintho<sup>3</sup>, Andrea M. Kliauga<sup>2</sup>, Vitor L. Sordi<sup>2</sup>

1 – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). Rodovia Washington Luís, km 235, São Carlos, CEP 13565-905, SP.

2 - Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). Rodovia Washington Luís, km 235, São Carlos, CEP 13565-905, SP.

3 - Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG). Avenida General Carlos Cavalcanti, 4748, Ponta Grossa, CEP 84030-900, PR.

[Pedro.oliveira@ufscar.br](mailto:Pedro.oliveira@ufscar.br)

### RESUMO

O PRESENTE TRABALHO VISA A AVALIAÇÃO IN SITU DO COMPORTAMENTO MECÂNICO DA LIGA CU-0,7Cr-0,1Zr EM TEMPERATURA CRIOGÊNICA (T.C = -150 °C) E AMBIENTE (T.A = 25°C), UTILIZANDO MEDIDAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX). A LIGA FOI SOLUBILIZADA, ENVELHECIDA À 450°C DURANTE 120 MINUTOS E À 500°C DURANTE 90 MINUTOS. POSTERIORMENTE O MATERIAL FOI SUBMETIDO A ANÁLISES SIMULTÂNEAS DE ENSAIOS DE TRAÇÃO UNIAXIAL E ANÁLISE DE DRX. OS ENSAIOS FORAM REALIZADOS EM UMA ESTAÇÃO TERMOMECÂNICA GLEEBLE®3550, COM TAXA DE DEFORMAÇÃO INICIAL DE  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , E AQUISIÇÃO SIMULTÂNEA DE DADOS DE DRX UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON. OS RESULTADOS MOSTRARAM UMA TENDÊNCIA GERAL DE AUMENTO DA DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS, DENSIDADE DE FALHA DE EMPILHAMENTO E REDUÇÃO DO TAMANHO MÉDIO DE CRISTALITO, COM O AUMENTO DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, SENDO ESTE AUMENTO MAIS SIGNIFICATIVO NOS ENSAIOS EM T.C. ALÉM DO MAIS, OS ENSAIOS REALIZADOS EM T.A APRESENTAM UMA TAXA DE RECUPERAÇÃO DINÂMICA MAIOR DO QUE PARA OS ENSAIOS REALIZADOS EM T.C. ASSIM, FOI POSSÍVEL ESTABELECEER UMA CORRELAÇÃO ENTRE PROPRIEDADES MECÂNICAS MACROSCÓPICAS E AS INFORMAÇÕES ESTRUTURAIS OBTIDAS POR MEIO DE DRX IN SITU USANDO RADIAÇÃO SINCROTRON NA LIGA CU-0,7CR-0,1ZR.

**Palavras-chave:** Temperatura criogênica, Ensaio de tração in-situ, Difração de raios X, Densidade de discordância, Mecanismo de deformação. Inserir aqui no mínimo 3 e no máximo 5 palavras-chave.

### INTRODUÇÃO

O processamento em temperaturas criogênicas é uma das formas de melhorar as propriedades mecânicas das ligas [1]. Até o momento, várias investigações foram realizadas envolvendo mudanças na temperatura e taxa de deformação, mas poucas delas se preocuparam com os

efeitos sobre o comportamento mecânico em temperaturas criogênicas [2-4]. Assim, o efeito das temperaturas criogênicas sobre os mecanismos de deformação que operam durante o processamento não foi totalmente compreendido. Portanto, o objetivo desta investigação foi avaliar *in situ* a evolução da microestrutura e o comportamento à tração de uma liga Cu-0,7Cr-0,07Zr aplicando testes de tração a 298 K e 123 K e coletando simultaneamente padrões de difração de raios-X (DRX) usando um *set-up* integrado em uma linha de luz de radiação síncrotron. A abordagem proposta neste trabalho é útil para correlacionar o comportamento mecânico com a evolução da microestrutura em termos de discordâncias e densidades de falhas de empilhamento durante os ensaios, que tem sido pouco explorada.

## MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado nesse trabalho foi uma liga de Cu-Cr-Zr, com designação UNS-C18150, cuja composição química é mostrada na tabela 1.

**Tabela 1** -Composição química da liga comercial Cu-Cr-Zr em % em peso.

Cu	Cr	Zr	Zn	Si	Fe	Al
Balanço	0,77	0,1	0,03	<0,05	<0,05	<0,05

Corpos de prova da liga Cu-0,7Cr-0,1Zr foram submetidos ao tratamento térmico de solubilização a 1000°C por 1 h (condição SOL). Após este tratamento, alguns corpos de prova foram submetidos aos tratamentos térmicos de envelhecimento: 450 °C K durante 120 min (condição 450/120) ou 500 °C durante 90 min (condição 500/90). Os ensaios de tração *in situ* foram realizados em um simulador termomecânico Gleeble® 3S50 integrado em uma linha de radiação síncrotron (localizada no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS, CNPEM, Campinas, Brasil), a 298 K e 123 K. A taxa de deformação utilizada na Gleeble® foi de  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Durante os ensaios de tração, os padrões de DRX foram coletados em um intervalo de tempo de 4 a 10 s, em uma faixa de  $2\theta$  de 60°-105°, usando radiação síncrotron ( $\lambda = 1,0332 \text{ \AA}$ ) e a temperatura de teste foi mantida constante. Com os dados obtidos no ensaio de tração, o modelo matemático de Kocks-Mecking (eq. A) [5] foi utilizado para analisar de forma mais detalhada o comportamento durante o encruamento do material utilizado.

$$\theta = \theta_0 \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_s}\right) \quad (\text{A})$$

Onde  $\theta$  é a taxa de encruamento ( $d\sigma/d\epsilon_{pl}$ ) em qualquer tensão  $\sigma$ ,  $\theta_0$  é a taxa de endurecimento por deformação inicial extrapolada no estágio III e  $\sigma_s$  é a tensão de saturação em altas deformações correspondentes à condição em que a deformação instantânea - taxa de endurecimento é igual a zero, ou seja,  $\theta = 0$ . Além disso, os dados de DRX foram utilizados para obter densidade média de discordâncias ( $\rho$ ), tamanho médio de cristalito ( $D$ ) e densidade de falhas de empilhamento (DFE), usando o método Williamson-Hall modificado (eq.B) [6].

$$\Delta K - \beta'W(g) = \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi M' b^2}{2}\right)^{\frac{1}{2}} \rho^{\frac{1}{2}} \left(K \bar{C}^{\frac{1}{2}}\right) + \left(\frac{\pi M' b^2}{2}\right)^{\frac{1}{2}} O^{\frac{1}{2}} (K^2 \bar{C}) \quad (2)$$

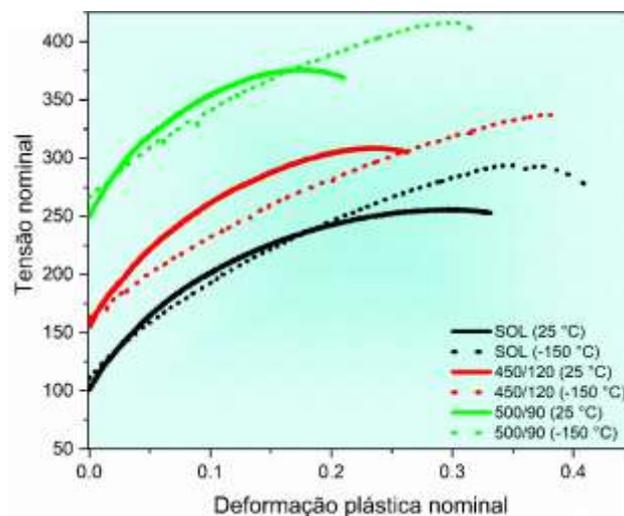
Onde  $\Delta K$  é calculado por  $\cos\theta(\Delta\theta)/\lambda$ , em que  $\Delta\theta$  é a largura total do pico na metade do máximo,  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação,  $K$  é igual a  $2\text{sen}\theta/\lambda$ ,  $\bar{C}$  representa o fator de contraste de discordâncias médio para uma reflexão de Bragg particular,  $M'$  está relacionado ao raio de corte externo efetivo das discordâncias (neste trabalho,  $M' = 2,8$ ),  $b$  é o vetor de Burgers igual a 0,256 nm para cobre,  $\beta'$  é a densidade de falha de empilhamento (DFE) e  $W(g)$  é a constante

de Warren dependendo dos índices (hkl) de Miller. O produto  $\beta'W(g)$  está diretamente relacionado aos contornos gêmeos, conforme proposto em [7]. Por fim,  $\rho$  pode ser estimada usando a inclinação (m) das curvas ajustadas no  $\Delta K$  vs  $KC^{-1/2}$ . Para análise microestrutural, as amostras antes e após os ensaios de tração foram submetidas ao procedimento de preparação metalográfica convencional. Com o objetivo de revelar a microestrutura, as amostras foram atacadas quimicamente utilizando um reagente composto por 5 g de FeCl<sub>3</sub>, 13 mL de HCl e 60 mL de C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH. As imagens de microscopia óptica (M.O) foram obtidas em um microscópio Olympus BX41M. A M.O também foi utilizada para auxiliar nas medidas de tamanho de grão, quando possível, conforme descrito na norma ASTM E112. Análises de microscopia eletrônica de transmissão (MET) foram realizadas para identificação dos precipitados formados após a etapa de tratamento térmico de envelhecimento, na liga CuCrZr. A MET também foi utilizada para acompanhamento da configuração do arranjo de discordâncias no interior dos grãos dos materiais processados, bem como a alteração dessa configuração ao longo do tempo. O equipamento utilizado foi um microscópio FEI TECNAI G<sup>2</sup> F20 HRTEM.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta a curva tensão-deformação nominal dos ensaios realizados para a liga CuCrZr nas três diferentes condições de tratamento térmico, e em ambas as temperaturas de ensaio.

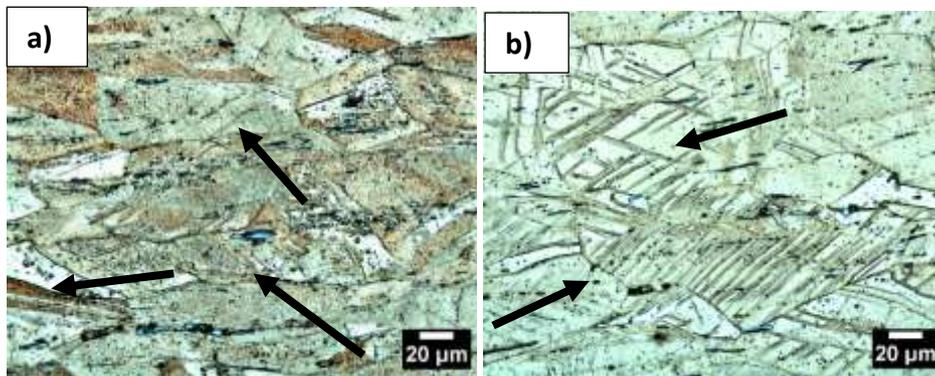
Figura 1- Curvas tensão-deformação nominal para as condições 0X, 450/120 e 500/90. Taxa de deformação inicial de  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .



Conforme mostrado na Figura 1, a tensão de escoamento ( $\sigma_y$ ) aumentou perto de 55% para 450/120 e 150% para amostras 500/90 em comparação com a amostra na condição 0X, conforme esperado devido ao efeito de endurecimento por precipitação. Para os ensaios de tração realizados a  $-150 \text{ }^\circ\text{C}$ , foi observado um pequeno aumento de  $\sigma_y$ , porém também foi observado um notável aumento no limite de resistência a tração ( $\sigma_u$ ), para a liga CuCrZr nas três condições, quando comparado aos ensaios realizados a  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ . Dessa forma, foi possível observar que a presença dos precipitados ricos em Cr, formados durante o tratamento térmico de envelhecimento, exerceu uma influência mais significativa no  $\sigma_y$  do que a redução da temperatura de ensaio. Também foi observado um aumento no alongamento uniforme a  $-150 \text{ }^\circ\text{C}$ , quando comparado com as respectivas condições testadas a  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , o que foi atribuído à

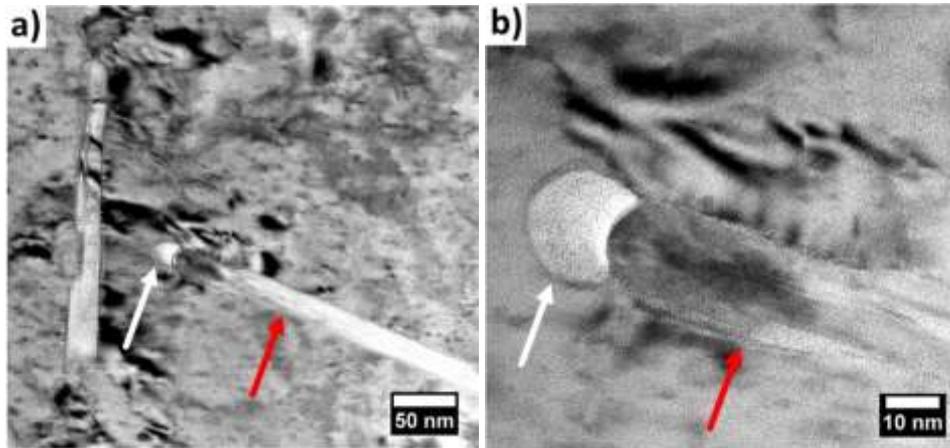
ativação da maclação mecânica como mecanismo de deformação atuante. A Figura 2 mostra uma imagem de M.O, extraída da região de empescoçamento do corpo de prova de tração, condição 500/90, ensaiadas a 25°C e -150°C, onde nota-se a presença significativa de maclas de deformação.

Figura 2- Microestrutura da liga CuCrZr, na condição 500/90, após ensaio de tração realizado a (a) 25°C e (b) -150°C.



A partir da Figura 2a é possível observar grãos com a presença de maclas de deformação (indicados por setas escuras), cuja ocorrência se deu de forma mais pronunciada nas amostras dos ensaios realizados a -150 °C (Figura 2b). Os resultados mostraram não somente que a fração de grãos maclados aumenta da condição 0X para condição 500/90, mas também que para todas as condições, essa fração foi maior nos ensaios realizados a -150 °C. Dessa forma, a amostra na condição 500/90, ensaiada a -150 °C foi a que apresentou uma maior quantidade de grãos maclados. Com relação ao tamanho de partículas, na condição 0X, foi detectado apenas as zonas GP com um diâmetro médio de ~ 2 nm. Após o envelhecimento, a condição 500/90 apresentou tanto tamanho maior quanto uma maior fração de precipitados com diâmetro na faixa de 6-8 nm, em comparação com a condição 450/120, que por sua vez apresentou precipitados com diâmetro médio entre 3-5 nm. A partir da análise de K-M, observou-se que, para os ensaios realizados a -150 °C, a taxa de recuperação dinâmica foi significativamente reduzida, em comparação com as mesmas taxas apresentadas nos ensaios realizados a 25 °C. Nesse sentido, a redução da temperatura foi responsável pela redução da taxa de recuperação dinâmica. Como mostrado anteriormente, para os ensaios realizados a -150 °C, a condição 500/90 foi a que apresentou a maior quantidade de maclas de deformação. Nesse sentido, as maiores taxas de encruamento observadas nos ensaios a -150 °C foram associadas à maclação mecânica. Assim, fica claro que tanto temperatura de ensaio quanto o tratamento térmico de precipitação influenciam no mecanismo de deformação predominante. Tais resultados são um indicativo de que a 25 °C, o mecanismo de deformação predominante foi o escorregamento de discordâncias, enquanto que a -150 °C o mecanismo predominante foi a maclação mecânica. Ainda mais, uma vez que foi notado um aumento simultâneo, da condição 0X para a condição 500/90, de quantidade de maclas de deformação e da fração de precipitados, é razoável esperar que os precipitados atuem como sítios preferenciais para nucleação de falhas de empilhamento, que por sua vez crescem durante a deformação plástica, dando lugar às maclas de deformação. De fato, tal interação entre precipitados e maclas foi observada em análises de MET, realizadas próximo à superfície de fratura dos corpos de prova da liga CuCrZr na condição 500/90 submetidos aos ensaios de tração, como mostrado na Figura 3, onde uma partícula rica em Cr (apontada pelas setas brancas) serve de nucleação para uma macla (apontada por setas vermelhas).

Figura 3- Imagem de MET, em campo claro da liga CuCrZr na condição 500/90 na região de empescoçamento do corpo de prova submetido à tração, mostrando (a) a interação entre precipitados ricos em Cr (setas brancas) maclas de deformação (setas vermelhas)



Os dados extraídos da análise de DRX mostraram que, na condição SOL,  $\rho$  em  $\sigma_u$ , foi de  $1,95 \times 10^{15}/m^2$  e  $6,81 \times 10^{15}/m^2$ , nos testes realizados em T.A e T.C, respectivamente, o que representa uma diferença de 249%. Para a liga na condição 450/120, tais valores foram de  $9,73 \times 10^{14}/m^2$  e  $4,86 \times 10^{15}/m^2$ , para os testes realizados em T.A e T.C, respectivamente. E para a liga na condição 500/90, os valores de  $\rho$ , até  $\sigma_u$ , foram de  $3,78 \times 10^{14}/m^2$  e  $5,84 \times 10^{15}/m^2$ , para os testes realizados em T.A e T.C, respectivamente. Com relação ao valor de  $D$ , houve a redução com o aumento da deformação e, em média, os valores foram menores para os ensaios em T.C, do que para T.A, o que concorda com o observado para os valores de  $\rho$ . A DFE também foi estimada e os resultados mostraram que em  $25^\circ C$  esse valor tem a mesma ordem de grandeza para todas as condições e diminui à medida que a deformação aumenta. No entanto, a  $-150^\circ C$ , um aumento do DFE foi observado com o aumento da deformação plástica e comprova que a maclação desempenha um papel importante como mecanismo de deformação a  $-150^\circ C$

## CONCLUSÕES

O comportamento de tração no regime de deformação plástica foi fortemente dependente do escorregamento de discordâncias e da maclação mecânica, que foram afetados tanto pela temperatura de ensaio quanto pelos precipitados. A análise K-M indicou que a taxa de recuperação dinâmica foi significativamente reduzida a  $-150^\circ C$  em comparação com  $25^\circ C$ , e as maiores taxas de encruamento a  $-150^\circ C$  para condições envelhecidas, especialmente 500/90, foram principalmente associadas à maclação mecânica. Por fim, a maclação mecânica retardou o empescoçamento e contribuiu para aumentar simultaneamente a resistência e a plasticidade, como observado para as ligas que apresentam o efeito TWIP (twinning induced plasticity).

## AGRADECIMENTOS

Este estudo foi financiado pela CAPES (Proc. 88882.332697/2010-01), pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos e pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP- n° processo 2019/07178-6)

## REFERÊNCIAS

- 1 LI, X. B.; JIANG, G. M.; DI, J. P.; YANG, Y.; WANG, C. L. Effect of cryogenic rolling on the microstructural evolution and mechanical properties of pure copper sheet. **Materials Science and Engineering: A**, v. 772, p. 138811, 2020.
- 2 LI, Y. S.; TAO, N. R.; LU, K. Microstructural evolution and nanostructure formation in copper during dynamic plastic deformation at cryogenic temperatures. **Acta Materialia**, v. 56, n. 2, p. 230-241, 2008.
- 3 LONGGANG HOU, M. L., XINDONG WANG, LINZHONG ZHUANG, JISHAN ZHANG. Cryogenic Processing High-Strength 7050 Aluminum Alloy and Controlling of the Microstructures and Mechanical Properties. **Acta Metall Sin**, v. 53, n. 9, p. 1075-1090, 2017.
- 4 OLIVEIRA, P. H. F.; MAGALHÃES, D. C. C.; UNTI, L. F. K.; CINTHO, O. M.; KLIAUGA, A. M.; SORDI, V. L. Tailoring the microstructure of a Cu-0.7Cr-0.07Zr alloy submitted to ECAP at cryogenic temperature for improved thermal stability. **Materials Characterization**, v. 190, p. 112045, 2022.
- 5 KOCKS, U. F.; MECKING, H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. **Progress in Materials Science**, v. 48, n. 3, p. 171-273, 2003.
- 6 UNGÁR, T.; DRAGOMIR, I.; RÉVÉSZ, Á.; BORBÉLY, A. The Contrast Factors of Dislocations in Cubic Crystals The Dislocation Model of Strain Anisotropy in Practice. **Journal of Applied Crystallography**, v. 32, p. 992-1002, 1999.
- 7 UNGÁR, T.; OTT, S.; SANDERS, P. G.; BORBÉLY, A.; WEERTMAN, J. R. Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution X-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis. **Acta Materialia**, v. 46, n. 10, p. 3693-3699, 1998.

**IN SITU ANALYSIS OF THE MECHANICAL BEHAVIOR AND  
MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF A CU-0.7CR-0.1ZR ALLOY USING  
SYNCHROTRON RADIATION**

**ABSTRACT**

*THE PRESENT WORK AIMED TO PERFORM AN IN SITU EVALUATION OF THE MECHANICAL BEHAVIOR OF THE CU-0.7Cr-0.1Zr ALLOY AT CRYOGENIC (C.T = -150 °C) AND ROOM TEMPERATURE (R.T = 25 °C), USING X-RAY DIFFRACTION (DRX) MEASUREMENTS. THE ALLOY HAS BEEN SOLUBILIZED (SOL), AGED AT 450°C FOR 120 MINUTES (450/120) AND AT 500°C FOR 90 MINUTES (500/90). THE MATERIAL WAS SUBMITTED TO SIMULTANEOUS ANALYSIS OF UNIAXIAL TENSILE TESTS AND XRD, THE TESTS WERE PERFORMED IN A GLEEBLE®3550 THERMOMECHANIC STATION, WITH INITIAL DEFORMATION RATE OF  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , AND SIMULTANEOUS ACQUISITION OF DRX DATA USING SYNCHROTRON RADIATION. THE RESULTS SHOWED A GENERAL TREND OF INCREASED DENSITY OF DISCORDANCES, DENSITY OF STACKING FAILURE AND REDUCTION OF THE AVERAGE SIZE OF CRYSTALITE, WITH INCREASED PLASTIC DEFORMATION, BEING THE MOST SIGNIFICANT INCREASE IN C.T. TESTS. FURTHERMORE, TESTS PERFORMED AT R.T SHOW A HIGHER DYNAMIC RECOVERY RATE THAN TESTS PERFORMED AT C.T. THUS, IT WAS POSSIBLE TO ESTABLISH A CORRELATION BETWEEN MACROSCOPIC MECHANICAL PROPERTIES AND THE STRUCTURAL INFORMATION OBTAINED THROUGH IN SITU XRD USING SYNCHROTRON RADIATION IN THE CU-0.7CR-0.1ZR ALLOY.*

**Keywords:** *Cryogenic temperature; X-ray diffraction; In-situ tensile test; Dislocation density; Deformation mechanisms*