

## Determinação da microtextura de um compósito nanoestruturado de Nb-Cu via EBSD

(Evaluation of microtexture in Nb-Cu nanostructured composite via EBSD)

Jefferson Fabrício Cardoso Lins

*Professor Visitante, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica  
EEIMVR/UFF, Volta Redonda - RJ. E-mail: jfclins@metal.eeimvr.uff.br*

Carlos Alberto Rodrigues

*Doutor, Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR), EEL/USP, Lorena - SP  
E-mail: carlosar@ppgem.eel.usp.br*

Durval Rodrigues Jr.

*Professor Doutor, Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR), EEL/USP, Lorena - SP  
E-mail: durval@demar.eel.usp.br*

### Resumo

O presente trabalho visa a investigar o efeito da deformação plástica severa introduzida pelo processo de embutimentos sucessivos, seguidos de forjamento rotativo, trefilação e do subsequente recozimento a 950°C por 1 hora na microtextura de um compósito nanoestruturado de Nb-30%Cu em volume. A caracterização microestrutural foi realizada com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Após o recozimento, a matriz de cobre exibiu uma microestrutura totalmente recristalizada com uma textura do tipo fibra- $\gamma$ . Os filamentos de Nb, após o processamento termomecânico empregado, exibiram uma fraca textura do tipo fibra- $\alpha$ . Os resultados mostraram que ocorreu um processo de recristalização parcial em várias áreas dos filamentos de Nb, em virtude de uma competição microestrutural.

**Palavras-chave:** Compósito Nb-Cu, deformação plástica severa, recristalização, textura, EBSD.

### Abstract

*The effect of severe plastic deformation introduced by the bundling-and-drawing process and the subsequent annealing in vacuum at 950°C for 1 hour on the microtexture of Nb-30%Cu (in vol%) nanostructured composite has been investigated. The microstructural characterization was carried out using light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM), and electron backscatter diffraction (EBSD). The microstructure of the Cu matrix was completely recrystallized, displaying a  $\gamma$ -fiber texture after annealing. A weak  $\alpha$ -fiber texture arises in the Nb filaments after the employed thermomechanical process. Results showed that in several areas of the multifilamentary niobium, a partial recrystallization developed, indicating microstructural competition.*

**Keywords:** Nb-Cu composite, severe plastic deformation, recrystallization, texture, EBSD.

## 1. Introdução

As aplicações de materiais supercondutores em altos campos magnéticos demandam que suas propriedades de transporte de corrente elétrica apresentem uma eficiência bastante elevada. A capacidade do material supercondutor de transportar altas densidades de corrente crítica ( $J_c$ ) pode ser alcançada a partir de um processamento termomecânico controlado (Dew-Hughes, 1987). Esse controle se baseia na adoção de tratamentos térmicos de otimização, dopagem do material e, principalmente, no aprisionamento das linhas de fluxo pelo controle do tamanho médio de grãos e/ou geração adicional de centros de aprisionamento artificiais. Esses centros podem ser definidos como regiões que contêm uma alta densidade de defeitos microestruturais introduzidos na fase supercondutora. Do ponto de vista metalúrgico, torna-se importante caracterizar, em detalhes, os elementos da subestrutura que são formados após cada etapa do processamento desses materiais.

A fabricação de fios supercondutores capazes de conduzir altas correntes em altos campos magnéticos deve ser considerada tanto como um desafio científico quanto de cunho tecnológico. As aplicações desses supercondutores são voltadas à física de altas energias, ressonância magnética nuclear, trens levitados, armazenamento de energia, separação magnética de minérios e fusão por confinamento magnético. Atualmente são produzidas e comercializadas grandes quantidades de fios supercondutores metálicos baseados nas ligas NbTi e Nb<sub>3</sub>Sn. Para aplicações desses fios em campos magnéticos de até 9 T, utiliza-se a liga NbTi, sendo que sua principal aplicação tem sido em sistemas de imagens por ressonância magnética nuclear. Já o fio baseado na liga Nb<sub>3</sub>Sn tem sido empregado em campos acima de 9 T a 4,2 K.

O compósito Nb-Cu pode ser considerado como um material intermediário para se obter um fio supercondutor de Nb<sub>3</sub>Sn. Vale lembrar que o Sn deve ser adicionado somente na última etapa (embutimento) do processo visando à for-

mação da fase supercondutora Nb<sub>3</sub>Sn. Na etapa final, também são aplicadas grandes deformações plásticas. Dessa maneira, um estudo sistemático de suas propriedades e de sua microestrutura apresenta um grande interesse em razão das elevadas propriedades mecânicas que o conjunto deve exibir ao longo do processo.

O presente trabalho apresenta a caracterização microestrutural do compósito Nb-30%Cu em volume que se destina à fabricação de um fio supercondutor de Nb<sub>3</sub>Sn. A caracterização foi realizada com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

## 2. Materiais e métodos

Foram utilizados uma barra de nióbio de elevada pureza (ASTM-B-391-89) produzida via fusão de feixe de elétrons e um tubo de cobre OFHC (da língua inglesa, *Oxygen-Free High-Conductivity*) com pureza de cerca de 99,99% para a fabricação do compósito. Os filamentos de Nb foram preparados a partir de 2 embutimentos dos monofilamentos. O monofilamento foi preparado a partir do embutimento de uma barra de Nb de 15,80 mm de diâmetro dentro de um tubo de Cu OFHC de 19,05 mm de diâmetro externo e 15,88 mm de diâmetro interno. Antes do embutimento, o Nb foi recozido a 1200°C por 1 hora. Em seguida, a barra foi decapada utilizando-se uma solução ácida com composição 2HNO<sub>3</sub>:2HF:1H<sub>2</sub>O (em volume). Uma etapa de limpeza superficial do tubo de Cu também foi realizada usando ácido nítrico. Na seqüência, o conjunto foi montado e deformado via forjamento rotativo a frio até 13,5 mm de diâmetro por meio de 3 passes, perfazendo uma redução em área da seção transversal da ordem de 44,64%. Após o forjamento, o material foi trefilado a frio em diversos passes até 1,11 mm de diâmetro externo. Após essa etapa de deformação, o conjunto foi submetido ao primeiro recozimento a 950°C por 1 hora. Os monofilamentos de Nb-Cu foram endireitados, cortados em

comprimentos de 200 mm e embutidos num outro tubo de Cu OFHC de 19,05 mm de diâmetro externo para formar o primeiro embutimento. O conjunto foi forjado rotativamente até 13,50 mm de diâmetro. Após a deformação, o compósito foi tratado termicamente a 950°C por 1 hora, visando à interdifusão entre o Cu de cada monofilamento e o tubo de Cu externo para ser, então, trefilado até 1,11 mm de diâmetro. Em seguida, foram cortados 127 elementos desse fio trefilado também com comprimentos de 200 mm para a montagem do segundo embutimento, que foi novamente submetido ao ciclo de processamento termomecânico aplicado no primeiro embutimento. Ao final dessa etapa, cada filamento de Nb estava com uma redução total em área de cerca de  $8,6 \times 10^4$ . Após esta última etapa de deformação, o fio também foi recozido a 950°C por 1 hora.

Os detalhes da microestrutura foram observados utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura LEO modelo 1450VP com filamento de tungstênio. O microscópio foi operado no modo de elétrons retroespalhados e com tensão de aceleração de 10 kV com um detector de estado-sólido de quatro quadrantes. As medidas de EBSD foram conduzidas no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP). O sistema consiste de uma câmera CCD de alta resolução com uma tela fosforescente acoplada por meio de uma interface mecânica a um microscópio eletrônico de varredura PHILIPS modelo XL-30 com filamento de tungstênio. A câmera encontrava-se conectada com um sistema da TSL (*TexSEM Laboratories Inc.*) de controle e de aquisição de dados gerados a partir da interação da superfície da amostra com o feixe de elétrons incidente. O microscópio foi operado com corrente do feixe de elétrons da ordem de 5 nA e tensão de aceleração de 30 kV. As amostras foram montadas com uma distância de trabalho de 20 mm e inclinadas a 75° em relação ao feixe incidente. A análise de todos os dados foi realizada com o auxílio do

software OIM 3.03 da TSL. As figuras de pólo, a distribuição de diferenças de orientação ( $\Psi$ ) e os mapas de orientação foram obtidos a partir das medidas de EBSD.

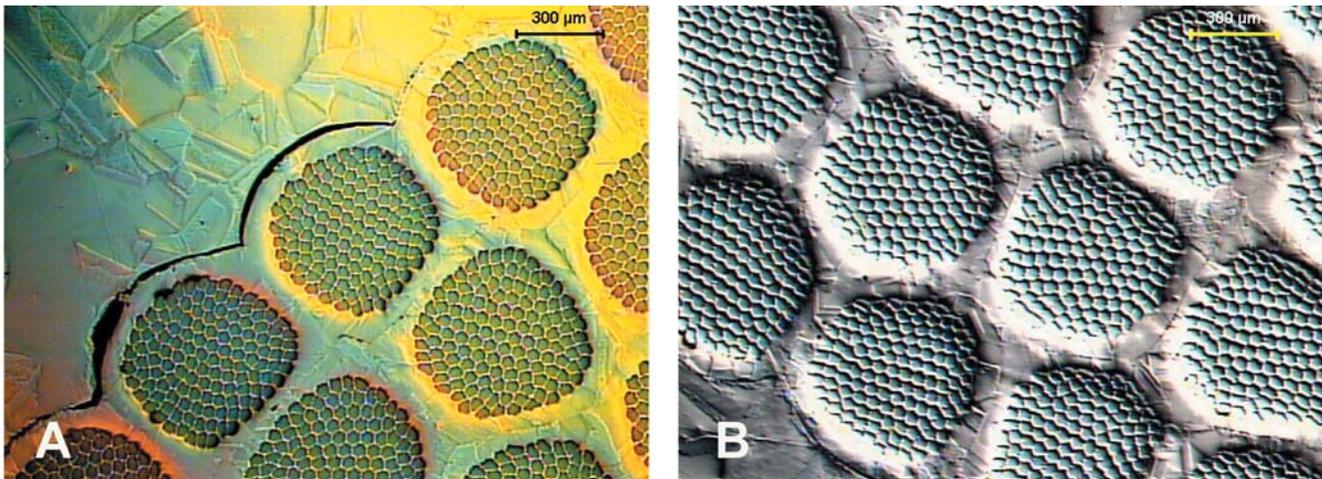
### 3. Resultados e discussão

A Figura 1 mostra duas regiões da seção transversal do compósito Nb-30%Cu em volume após o tratamento térmico a 950°C por 1 hora. Nas micrografias, percebe-se de forma bastante nítida, que o cobre apresenta uma microestrutura grosseira (tamanho de grão superior a 30  $\mu\text{m}$ ) e totalmente recristaliza-

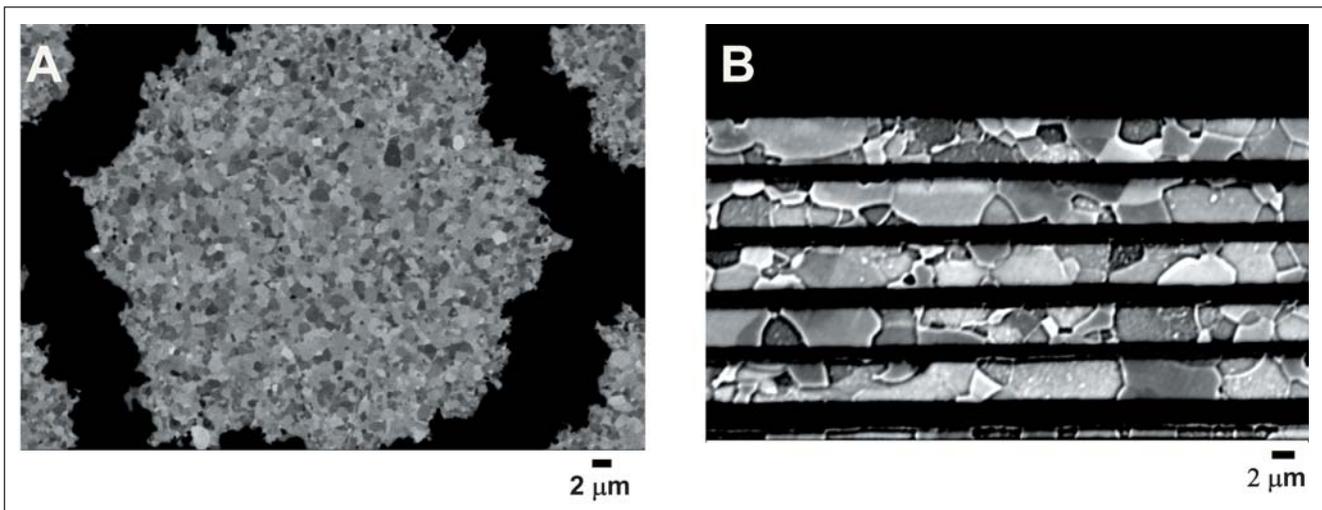
da, tanto nos filamentos internos (Figura 1b), quanto na área referente ao tubo externo (Figura 1a). Em relação à interface entre o Cu externo e os multifilamentos, também deve-se notar que o acoplamento, nessa região, apresenta algumas descontinuidades. Além disso, nota-se, também, a presença de várias maclas de recozimento em todas as regiões de Cu. O cobre, na condição inicial (recozido), exibiu uma dureza da ordem de  $50 \pm 3$  Vickers e, mesmo após o processamento, manteve-se bastante próxima do valor inicial ( $60 \pm 7$  Vickers). Esses resultados sugerem fortemente que a densidade de discordâncias era baixa. A microtextura encontrada para a matriz de cobre totalmente recristalizada era do tipo

fibra- $\gamma$ , ou seja, a sua orientação se encontrava em direção a  $\langle 111 \rangle // DT$ , onde DT representa a direção de trefilação (figura de pólo não apresentada nesse trabalho). Esses resultados estão de acordo com as observações feitas anteriormente por *Leprince-Wang* (Leprince-Wang, 2003), para um compósito com Nb-19% vol Cu.

A Figura 2 mostra, em detalhes, a seção longitudinal e, também, a transversal dos filamentos de nióbio com o auxílio da técnica de MEV com contraste de orientação (*channeling contrast*). Nas micrografias obtidas por essa técnica, o efeito da diferença de orientação presen-



**Figura 1** - Micrografia da seção transversal do compósito Nb-30%Cu em volume mostrando: a) região de interface entre o tubo de Cu externo e os conjuntos multifilamentares; b) a região central do material (Cu interno e filamentos de Nb). MO – contraste interferencial.



**Figura 2** - Micrografia do compósito Nb-30%Cu em volume recozido a 950°C por 1 hora mostrando a microestrutura do Nb na seção: a) transversal; b) longitudinal. MEV - imagem no modo de elétrons retroespalhados, 10 kV.

te nas microestruturas aparece em função dos diferentes tons de cinza obtidos (do branco ao preto) e pode ser avaliado de forma qualitativa dentro de uma resolução angular estimada no intervalo  $1-1,5^\circ$ . Dessa maneira, percebe-se que a microestrutura do material encontrava-se parcialmente recristalizada em função da existência de várias áreas com contornos de baixo ângulo ( $\Psi < 15^\circ$ ), indicando, nitidamente, que um processo de recuperação também ocorreu.

Para se confirmar as observações feitas anteriormente via MEV, foram realizados dois mapeamentos de orientação no material. O primeiro mapa foi obtido numa área de  $2 \times 6,2 (\mu\text{m})^2$  com um step size de  $0,1 \mu\text{m}$ . A Figura 3a mostra a imagem de orientação por microscopia (da língua inglesa, *Orientation Image Microscopy - OIM*). O triângulo RGB (da

língua inglesa, Red-Green-Blue) de referência que se encontra ao lado da OIM permite notar, de forma bastante clara, a presença de uns poucos grãos alongados que foram mapeados. Os poucos pontos que aparecem marcados na cor preta no interior dos grãos referem-se aos pontos de orientação não-indexados corretamente. Essa incorreta indexação está sempre relacionada à presença de artefatos que foram introduzidos durante a preparação metalográfica e/ou a sítios de discordâncias. Já as grandes áreas pretas que separam as regiões dos grãos indexados referem-se ao Cu. As dimensões desses grãos ultrafinos são da ordem de uns poucos micrometros e, devido à pequena população amostrada, não foi possível se determinar o tamanho de grão de forma quantitativa. Além disso, também são visíveis algumas regiões em

que existem contornos com caráter de baixo ângulo, ou seja, fronteiras em que a diferença de orientação é menor ou igual a  $15^\circ$  e que aparecem subdividindo alguns grãos. Esses contornos estão indicados na Figura 3a por setas na cor branca. A Figura 3b mostra que a região mapeada possui uma intensa orientação do tipo fibra- $\alpha$  com uma baixa intensidade relativa ( $\sim 17,4$ ), ou seja, os elementos da subestrutura estão orientados na direção  $\langle 110 \rangle // \text{DT}$ . Essa baixa intensidade também sugere que o processo de recristalização não ocorreu totalmente. Raabe e Lücke (Raabe, 1992) reportaram que a textura de recristalização do tântalo e, também, do nióbio pode ser caracterizada pela geração de dois tipos de textura. O primeiro tipo é baseado em  $\{001\}\langle 110 \rangle$  e o segundo devido à recristalização contínua, refere-se a uma forte diminuição da orientação do tipo fibra- $\alpha$  entre  $\{001\}\langle 110 \rangle$  e  $\{112\}\langle 110 \rangle$  acompanhado pelo nítido aumento da orientação do tipo fibra- $\gamma$  ( $\{111\}\langle 112 \rangle$  e/ou  $\{554\}\langle 225 \rangle$ ), devido à recristalização descontínua. Assim sendo, parece razoável também afirmar que, além do processo de recuperação, a recristalização contínua também pode explicar a diminuição da intensidade da fibra- $\alpha$  observada.

O segundo mapeamento foi feito com um menor step size ( $0,05 \mu\text{m}$ ) numa área de  $3 \times 10 (\mu\text{m})^2$ . A Figura 4a mostra uma imagem de orientação por microscopia em que um maior número de grãos foram analisados. Nota-se a presença de grãos com dimensões menores que  $1 \mu\text{m}$  e com morfologia próxima a equiaxial e, também, alguns poucos subgrãos. Também se nota que, nas regiões próximas aos contornos de grão, existem vários pontos de orientação, que não foram corretamente indexados. Os referidos pontos constituem fortes indícios da presença de uma elevada densidade de discordâncias nesses locais. O mapa de imagem de qualidade da OIM (Figura 4b) também indica, de forma qualitativa, que, nessas mesmas regiões (níveis de cinza mais escuro), a densidade de defeitos cristalinos é superior à dos outros grãos vizinhos, que exibem uma tonalidade de

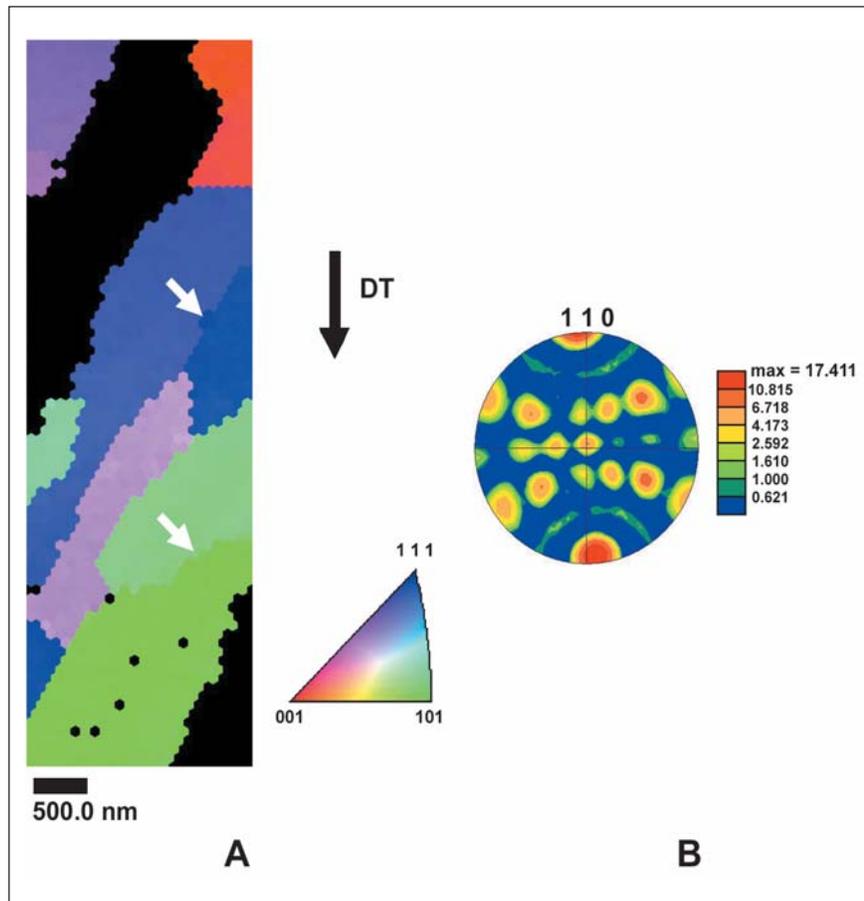


Figura 3. Resultados do mapeamento de orientações da seção longitudinal do compósito Nb-30%Cu em volume recozido a  $950^\circ\text{C}$  por 1 hora mostrando: a) OIM e o triângulo RGB de referências de orientações cristalográficas; b) figura de pólos  $\{110\}$ . DT representa a direção de trefilação final.

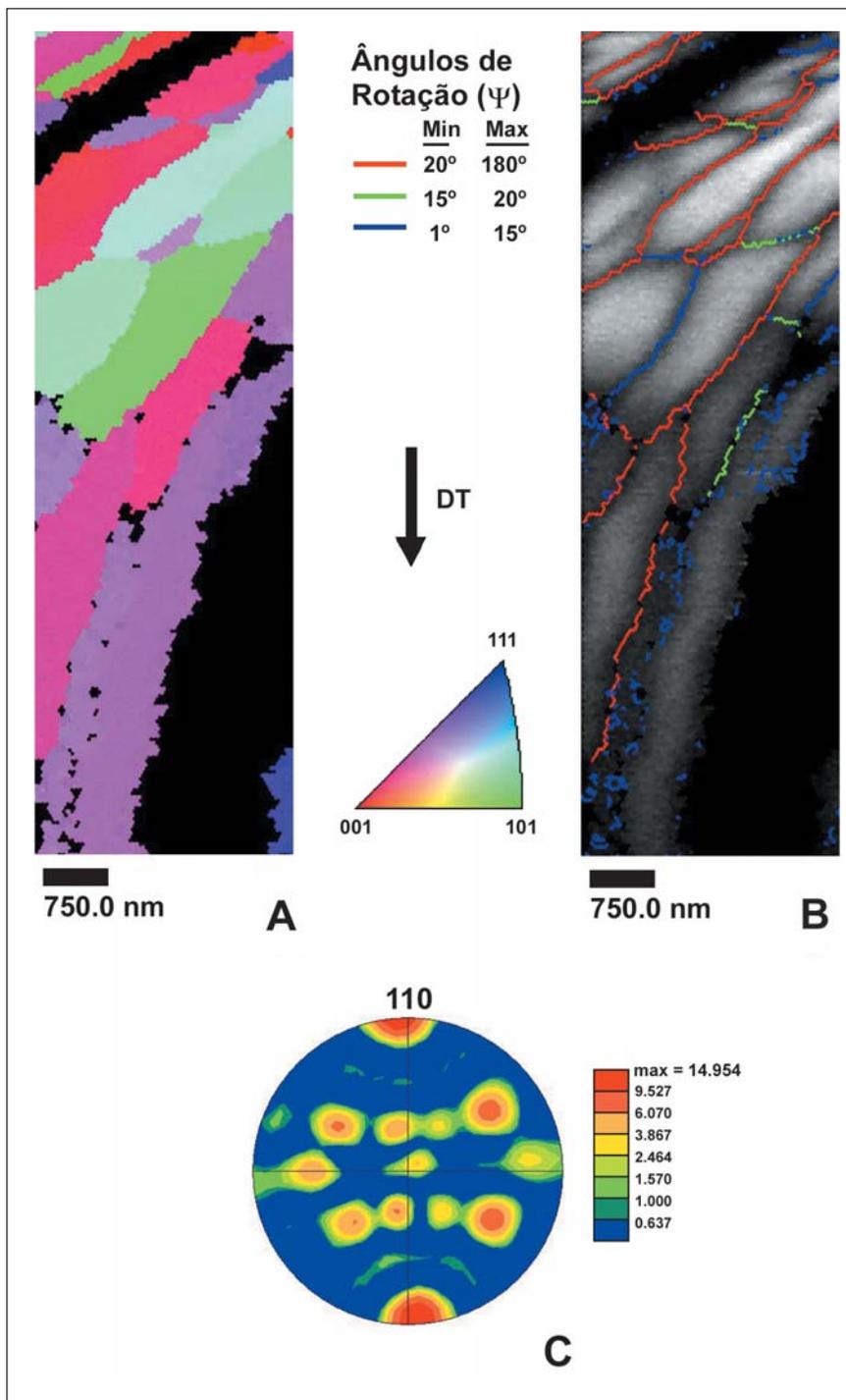


Figura 4: Resultados do segundo mapeamento de orientações da seção longitudinal do Nb-30%Cu em volume recozido a 950°C por 1 hora mostrando: a) OIM e o triângulo de referências de orientações; b) mapa de imagem de qualidade da OIM mostrando os respectivos contornos de ângulos de rotação; c) figura de pólos (110). DT representa a direção de trefilação final.

cinza-claro. Outra informação que esse mapa fornece é a classificação da natureza dos contornos presentes na região analisada. Os contornos de baixo ângulo ( $1^\circ < \Psi < 15^\circ$ ) foram marcados na cor azul e os demais ( $\Psi > 15^\circ$ ) encontram-se marcados nas cores verde e vermelho. A Figura 4c mostra uma figura de pólos bastante

similar àquela apresentada na Figura 3b em que também aparecia de forma bastante nítida uma fibra- $\alpha$  com intensidade de orientação bastante reduzida. Dessa forma, os resultados apresentados, nesse segundo mapeamento, comprovaram as observações mencionadas anteriormente e, também, permitem afirmar que o material, após o processamento aplicado, encontrava-se recristalizado parcialmente com uma considerável fração volumétrica de áreas recuperadas ( $\sim 3\%$ ) formadas por subgrãos de cerca de 5  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Vale lembrar que essa microestrutura exibida pelo material é bastante desejável em função da elevada fração de contornos encontrada ( $\sim 74\%$ ) e, também, pela resistência mecânica necessária para uma etapa de deformação plástica subsequente com a inserção de Sn no compósito. Rodrigues et al. em (Rodrigues, 2007) realizaram uma caracterização microestrutural de um fio supercondutor de Nb<sub>3</sub>Sn após a inserção do Sn no compósito. Os resultados demonstraram que a microestrutura e a textura do compósito eram bastante adequadas para se formar a fase supercondutora a partir de um processamento termomecânico adicional.

## 4. Conclusões

O cobre, na região interna e, também, externa no compósito Nb-30%Cu em volume encontrava-se totalmente recristalizado com grãos grosseiros provenientes de um processo de crescimento de grão em que a sua orientação final estava próxima à direção  $\langle 111 \rangle$  (fibra- $\gamma$ )/DT. Já a microestrutura do nióbio multifilamentar, presente no material, se encontrava orientada em direção ao redor de  $\langle 110 \rangle$ //DT (fibra- $\alpha$ ). Pode-se concluir que os filamentos, após a rota de processamento termomecânico (deformação plástica severa e recozimento a 950°C por 1 hora) proposta, exibiam uma microestrutura parcialmente recristalizada com uma elevada fração de contornos de caráter de alto ângulo. Isto se deve a uma provável competição microestrutural (recristalização contínua versus recuperação) ter ocorrido durante o recozimento.

## 5. Agradecimentos

À FAPESP pelo apoio financeiro e ao Prof. Angelo Fernando Padilha (EPUSP) por disponibilizar o equipamento de EBSD.

## 6. Referências bibliográficas

- DEW-HUGHES, D., QUINCEY, P.G., UPADHYAY, P.L. Processing of Nb-Cu metal matrix composites. *Materials Science and Technology*, v. 3, n. 11, p. 936-943, 1987.
- LEPRINCE-WANG, Y., HAN, K., HUANG Y., YU-ZHANG, K. Microstructure in Cu-Nb microcomposites. *Materials Science and Engineering A*, v. A351, p. 214-223, 2003.
- RODRIGUES, C.A., RODRIGUES, D. Flux pinning behavior of Nb<sub>3</sub>Sn superconductors with nanostructured pinning centers. *IEEE Transactions on Applied Super-conductivity*, v. 17, p. 2627-2630, 2007.
- RAABE, D., LÜCKE, K. Annealing textures of bcc metals. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v. 27, p. 1533-1538, 1992.

Artigo recebido em 20/11/2007 e aprovado em 15/01/2008.

# Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais ABM

## 6º Encontro da Cadeia de Ferramentas, Moldes e Matrizes

20 a 22 de agosto 2008  
Sede da ABM – São Paulo-SP

Informações:

Erika Akashi

[erika@abmbrasil.com.br](mailto:erika@abmbrasil.com.br)

Tel: 11 5534-4333 ramal 112

Site: <http://www.abmbrasil.com.br/seminarios/moldes/2008/>

\*\*\*\*\*

## Eventos de Energia e Gases recebem contribuições técnicas

Porto Seguro (BA), de 13 a 15 de agosto 2008

23º Encontro de Produtores e Consumidores de Gases Industriais  
[www.abmbrasil.com.br/seminarios/gases/2008](http://www.abmbrasil.com.br/seminarios/gases/2008)

29º Seminário de Balanços Energéticos Globais e Utilidades  
[www.abmbrasil.com.br/seminarios/energia/2008](http://www.abmbrasil.com.br/seminarios/energia/2008)