

Análisis de perfiles de difracción de rayos X de una aleación Cu-8% en peso de Cr obtenida por medio de aleado mecánico

AGUILAR, C.^I; ROJAS, P.A.^{II}; ORDOÑEZ, S.^{III}; GUZMAN, D.^{IV}

^IInstituto de Materiales y Procesos Termomecánicos - Facultad de Ciencias de la Ingeniería - Universidad Austral de Chile – Av. General Lagos 2086 – casilla 567, Valdivia, Chile.

e-mail: ceagUILAR@uach.cl

^{II}Escuela de Ingeniería Mecánica - Facultad de Ingeniería - Pontificia Universidad Católica de Valparaíso - Av. Los Carrera 01567- Casilla 4059, Quilpué, Chile.

e-mail: paula.rojas.s@ucv.cl

^{III}Departamento de Ingeniería Metalúrgica - Facultad de Ingeniería - Universidad de Santiago de Chile - Av. L. Bernardo O'Higgins 3363 – Casilla 1033, Santiago, Chile

e-mail: stella.ordonez@usach.cl

^{IV}Departamento de Metalurgia, Facultad de Ingeniería - Universidad de Atacama - Av. Copayapu 485 – Casilla 240, Copiapó, Chile

e-mail: danny.guzman@uda.cl

RESUMEN

El presente trabajo estudia la evolución de la estructura de una mezcla de polvos Cu-8% peso de Cr, aleada mecánicamente, por medio del análisis de perfiles de difracción de rayos X. Se encontró que al aumentar el tiempo de molienda, el tamaño de cristalitas y la energía de falla de apilamiento disminuyeron, y los valores de microdeformación y probabilidad de falla de apilamiento aumentaron. La distribución de cristalitas se desplazó hacia valores menores de tamaño de cristalitas al incrementar el tiempo de molienda. Después de 50 horas de molienda, los datos indicaron que se ha producido una solución sólida de cromo en cobre.

Palabras claves: aleado mecánico, Cu-Cr, tamaño cristallita, falla apilamiento.

X-Ray profile analysis of Cu-8wt.%Cr processed by mechanical alloying

ABSTRACT

This work studies the evolution of the microstructure of a mechanically alloyed Cu-8 wt. % Cr powder mixture by X-Ray profiles analysis. The process was carried out using a SPEX8000D upon mix with stainless steels containers and balls, keeping a constant powder to balls weight ratio of 10. Increasing the milling time, crystallite size and stacking fault energy decreased and microstrain and stacking fault probability increased. The crystallite size distribution shifts to lower crystallite size values by increasing the milling time. After a milling time of 50 hours, the data showed that a solid solution of chromium in copper was produced.

Keywords: mechanical alloying, Cu-Cr, crystallite size, stacking fault.

1 INTRODUCCIÓN

Actualmente existe un gran interés en desarrollar nuevos materiales debido a los continuos avances y exigencias tecnológicas. En este contexto, la atención ha sido en parte concentrada en sintetizar materiales de alto rendimiento, tales como, intermetálicos, aleaciones metálicas amorfas y materiales nanocristalinos (MNC) [1]. Los dos últimos materiales mencionados son de gran interés debido a que exhiben una inusual combinación de propiedades como, resistencia, ductilidad, tenacidad a la fractura, resistencia a la corrosión y propiedades magnéticas, en comparación con sus similares con tamaños de granos micrométricos. Los materiales amorfos y nanocristalinos son obtenidos por medio de procesos de no equilibrio, tales como: solidificación rápida [1], deposición física y química de vapor, y aleado mecánico (AM) [2]. Dentro de los

procesos señalados, el AM se ha posesionado como un método sencillo y versátil para desarrollar materiales amorfos y nanocristalinos [2].

El AM se puede definir como una técnica de no equilibrio donde las partículas son sometidas a severas deformaciones, repetidas fracturas y soldaduras en frío debido a las colisiones entre los medios de molienda y/o con las paredes del contenedor. En partículas metálicas la intensa deformación plástica sufrida por las partículas aumenta la densidad de defectos cristalinos, tales como, fallas de apilamiento, maclas, dislocaciones, vacancias y bordes de grano, principalmente [3].

Dentro de las ventajas que presenta el AM se puede mencionar que puede ser empleado para manufacturar aleaciones que son difíciles o imposibles de obtener por medio de los métodos convencionales de fusión y colada, (se obtienen aleaciones por microforja), y también es posible extender los límites de solubilidad al estado sólido en sistemas con entalpía de mezcla positiva [4, 5].

La estructura de los materiales procesados por AM puede ser adecuadamente estudiada y caracterizada por medio del análisis de perfiles de difracción de rayos X, debido a que, posición y forma de los perfiles de difracción están relacionados con los diferentes defectos cristalinos presentes en el material [6, 7]. Una completa información puede ser obtenida de la estructura de los materiales, tal como, tamaño de cristalitas, microdeformación, probabilidad de falla de apilamiento, distribución de tamaño de cristalitas y cambio de parámetro de red [6].

Por tanto, el objetivo del presente trabajo es caracterizar la estructura de la aleación Cu-8% en peso de Cr obtenida a través de aleado mecánico de polvos elementales de Cu y Cr por medio del análisis de perfiles de difracción de rayos X.

2 MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales

Para la preparación de las aleaciones de Cu-8% peso Cr se utilizaron polvos de Cu con un tamaño de partícula entre $-88 +33 \mu\text{m}$ con una pureza de 99,9% y polvos de Cr con una granulometría de $-43 \mu\text{m}$ con pureza 99,0%. Las pruebas se realizaron en un molino de alta energía SPEX 8000D con una velocidad de rotación de 1725 r.p.m. Las mezclas de polvos fueron cargadas en contenedores de acero inoxidable (volumen de 25 ml), al interior de una cámara de guantes, Nitrogen Dry Box 850-NB con atmósfera controlada de argón. Se utilizaron medios de molienda de acero inoxidable de 6.35 mm de diámetro. Se uso 8 ml de alcohol para evitar la soldadura en frío. La razón de carga en peso bola/polvos utilizada fue 10. Los tiempos de molienda a que se sometieron los polvos estuvieron entre 0,5 y 50 horas. Las difracciones de rayos X se llevaron a cabo en un equipo Siemens D5000, con radiación $\text{CuK}\alpha$, $\lambda=0,15406 \text{ nm}$ y con paso de $0,02^\circ/\text{s}$. El rango de barrido de (2θ) fue entre 40 y 100° . Los perfiles de difracción se ajustaron a una curva tipo Lorentz.

2.2 Métodos

Los perfiles de difracción pueden ser representados en el espacio de Fourier según la expresión 1 [8].

$$f(s) = K \sum_{-\infty}^{+\infty} \left\{ A(n) \cos\left(2\pi L \left(\frac{s-s_0}{\lambda}\right)\right) + B(n) \text{sen}\left(2\pi L \left(\frac{s-s_0}{\lambda}\right)\right) \right\} \quad (1)$$

Donde, s_0 y s son el haz incidente y refractado de rayos X, respectivamente, $L=na_3$ (distancia normal a los planos reflectantes hkl), $a_3=\lambda/2(\text{sen}(\theta_2)-\text{sen}(\theta_1))$, $(\theta_2-\theta_1)$ el rango angular del perfil de difracción medido, n el número armónico, λ longitud de onda utilizada, $A(n)$, $B(n)$ los coeficientes de Fourier y K una constante propia de la difracción. Si el perfil de difracción es simétrico $B(n)=0$ [9]. $A(n)$ es igual al producto de $A(n)^S A(n)^D$, donde $A(n)^S$ esta relacionado con el tamaño de cristalitas y $A(n)^D$ con el valor de microdeformación. Warren y Averbach [10] propusieron un método eficiente de separación de ambos efectos en la segunda mitad del siglo pasado.

Ungár y Bórbely [11] propusieron una modificación al clásico método de Warren-Averbach que considera la influencia de los factores de contraste $\langle C \rangle$ y la presencia de deformación anisotrópica para separar ambos efectos. La ecuación propuesta por ellos se entrega en la ecuación 2.

$$\ln A(L) \cong -(L/d) - \rho B L^2 \ln\left(\frac{Re}{L}\right) (g^2 < C >) + Q B^2 L^4 \ln(R_1/L) \ln(R_2/L) (g^2 < C >)^2 \quad (2)$$

Donde; d es el tamaño de cristalita, $B = \pi b^2/2$ (b vector de Burger), ρ la densidad de dislocaciones, Re el radio de acción de dislocaciones, g el vector de difracción ($g = 2 \sin \theta / \lambda$), R_1 y R_2 parámetros auxiliares, Q una constante, $< C >$ el factor de contraste promedio. Los factores de contraste toman en cuenta la deformación anisotrópica sufrida por los materiales y que es causada por la presencia de dislocaciones y pueden ser encontrados en varios trabajos [12, 13]. La ecuación anterior se resuelve gráficamente presentando $\ln A(L)$ versus $g^2 < C >$ [11] y ajustando los datos a una curva parabólica.

Ungár y Bórbely [11] también propusieron una nueva metodología para la ecuación de Williamson-Hall, denominada Williamson-Hall modificada que toma en cuenta los efectos de deformación anisotrópica por medio de los factores de contraste de dislocaciones, ecuación 3.

$$\Delta g = \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi A^2 b^2}{2} \right)^{1/2} \rho^{1/2} (g < C >^{1/2}) + \left(\frac{\pi A' b^2}{2} \right) Q^{1/2} (g^2 < C >) \quad (3)$$

Donde; $\Delta g = \cos(\theta)(\Delta\theta)/\lambda$, D es el tamaño de cristalita y A, A' son parámetros determinados por Re. Las metodologías de Warren-Averbach y Williamson-Hall modificadas deben ser usadas en forma complementaria para obtener toda la información para caracterizar la estructura de un material.

Se ha encontrado que la distribución de tamaño de cristalitas (φ) en materiales nanocristalinos sigue una distribución log-normal [14, 15, 16] dada por la expresión 4, donde m y σ son constantes que describen la media y varianza de la distribución, respectivamente.

$$\varphi(x) = \frac{1}{(2\pi)^{1/2} x \sigma} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln(x/m)}{\sigma} \right)^2} \quad (4)$$

La probabilidad de falla de apilamiento (α), puede ser determinada a partir del desplazamiento que sufren los perfiles de difracción usando la ecuación 5 [10], donde θ_{hkl} es el ángulo de Bragg del plano hkl. Se utilizan los ángulos correspondientes a los planos {111} y {200} porque presentan desplazamientos contrarios en un difractograma de una estructura fcc, así se evitan errores introducidos por otras fuentes que originan desplazamiento en los perfiles de difracción. Los sub índices cw y ann corresponden a los especímenes deformados enfriado (muestra estudiada) y recocido (muestra patrón), respectivamente.

$$(2\theta_{200} - 2\theta_{111})_{cw}^\circ - (2\theta_{200} - 2\theta_{111})_{ann}^\circ = \frac{-45\sqrt{3}\alpha}{\pi^2} (\tan\theta_{200} + 1/2 \tan\theta_{111}) \quad (5)$$

Una dislocación perfecta puede disociarse en dos dislocaciones parciales con un área intrínseca de falla entre ellas. Esta región cambia su secuencia de apilamiento, en el caso de cobre, desde fcc en el plano {111} a hcp. La energía de falla de apilamiento (EFA) es la energía por unidad de área necesaria para producir la falla. Un equilibrio se alcanza cuando las fuerzas repulsivas entre dislocaciones parciales son balanceadas con la fuerza atractiva producto de la energía de EFA. Cuando EFA es baja, la falla ocurrirá frecuentemente y el área fallada será extensa. Caso contrario, sucede cuando el valor de EFA es alto. El valor de EFA puede ser estimado con la expresión propuesta por Reed y Schramm [17], ecuación 6.

$$\gamma = \frac{K_{111} \omega_0 G_{111} a_0}{\pi \sqrt{3}} A^{-0.37} \frac{\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle_{111}}{\alpha} \quad (6)$$

Donde, $K_{111} \omega_0$ ha sido determinado como 6,6 +/- 0,1 [17], G_{111} es el modulo de corte en el plano {111}, $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle_{111}$ es la microdeformación promediada sobre una distancia de 50 Å, en la dirección $\langle 111 \rangle$, α la probabilidad de falla de apilamiento, a_0 de parámetro de red y A la constante de anisotropía de Zener ($A = 2c_{44}/(c_{11} - c_{12})$), donde, c_{ij} son los módulos de elasticidad, (para cobre son $c_{11} = 168.4$ GPa, $c_{12} = 121.4$ GPa y $c_{44} = 75.4$ GPa [18]).

3 RESULTADOS Y DISCUSION

El patrón de difracción de rayos X completo de la aleación estudiada fue medido para un rango angular de 2θ entre 40 y 100° , pero sólo se muestra la parte del patrón de difracción de rayos X con los picos más intensos de Cu y Cr en la Figura 1 (para un rango de 2θ entre 41.5° y 45.5°). Los difractogramas presentan el comportamiento típico de metales procesados mediante AM [2, 19, 20, 21], aumento del ancho medio, desplazamiento de los perfiles de difracción y desaparición de líneas de difracción principales del elemento soluto. Se ha puesto como referencia el patrón de difracción de cobre sin moler a modo de comparación. El pico con la intensidad más fuerte de cromo es {110}, el cual difracta a $2\theta = 44.39^\circ$ [22]. Desde la Figura 1 se observa que el pico más intenso de cromo levemente se puede apreciar hasta 8 horas de molienda, desapareciendo completamente a 50 horas de molienda. Este hecho se puede asumir que átomos de cromo han entrado en solución sólida de cobre.

El tamaño de cristalita de cobre puro inicial se calculó en 440 nm. Desde la Figura 2 se observa que en la medida del aumento del tiempo de molienda, el tamaño de cristalitas disminuye, alcanzando un valor de 7 nm para 50 horas de molienda, indicando que la aleación ha alcanzado una estructura manométrica. Para cobre puro procesado por AM se ha reportado un valor de tamaño de cristalita mínimo de 14 nm [23]. El valor logrado en el presente trabajo se explica debido a que, cuando los átomos de soluto entran en solución sólida, las aleaciones son más duras y resistentes en comparación con el metal puro en que se basan, así hay un aumento en la tendencia a la fragmentación, favoreciendo la disminución en el tamaño de cristalita. Similares resultados obtuvieron Eckert et al. [24], quienes reportaron para la molienda de polvos de Cu y Fe que el tamaño de cristalita mínimo decrece en función del contenido de Fe.

La evolución de la microdeformación cuadrática media a una distancia de 50 \AA $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$, se entrega en la Figura 3. Se observa que los valores de $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$ aumentan cuando se incrementa el tiempo de molienda, lo que está en acuerdo con lo reportado en otros trabajos de aleado mecánico [2, 25]. A 50 horas de molienda los valores de $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$ presentan una leve disminución, lo cual se explica por el hecho que el tamaño de cristalita ha alcanzado un valor de saturación. Un mayor tiempo de molienda no produce más dislocaciones, debido a la dificultad de generar más dislocaciones en tamaños de granos muy pequeños (en materiales nanoestructurados el tamaño de cristalita coincide con el tamaño de grano [26]). En este estado, un aumento del tiempo de molienda no generará más dislocaciones, sino que las dislocaciones presentes serán arregladas y algunas de ellas serán aniquiladas, decreciendo el valor de la microdeformación, como fue reportado de igual forma por Lucks et al. [27].

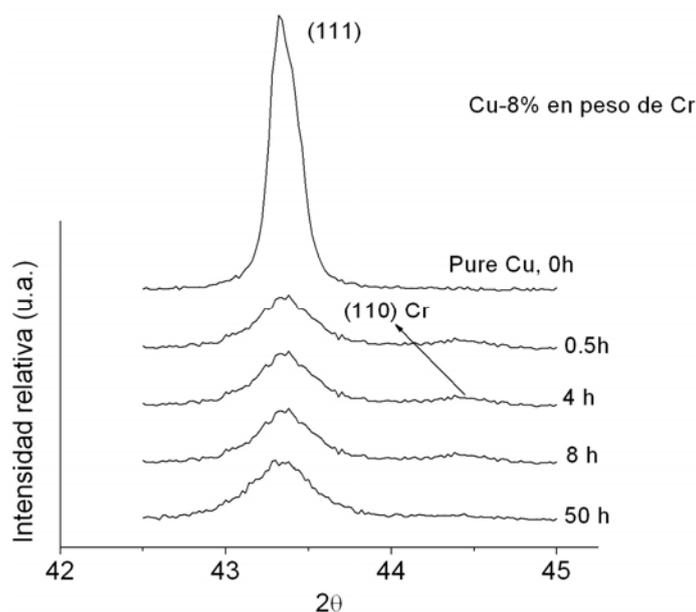


Figura 1: Patrón de difracción de rayos X aleación Cu-8% en peso de Cr en función del tiempo de molienda.

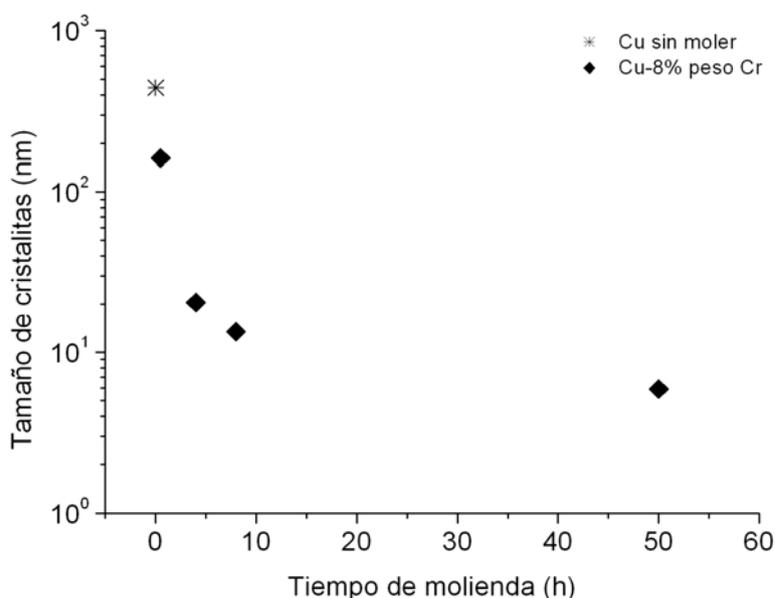


Figura 2: Evolución del tamaño de cristalitas en función del tiempo de molienda.

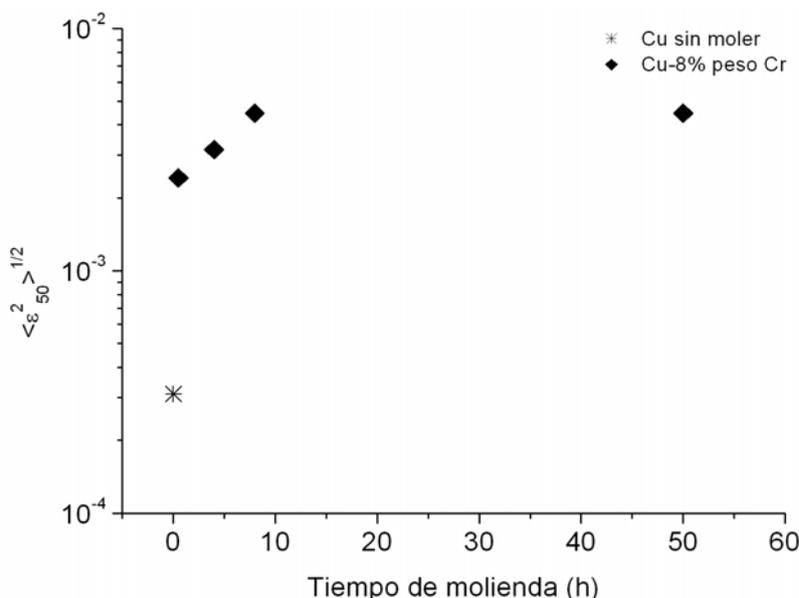


Figura 3: Evolución de la microdeformación en función del tiempo de molienda.

Se encontró que la probabilidad de falla (α) de apilamiento incrementa cuando aumenta el tiempo de molienda, Figura 4. Los valores calculados de α son similares a los reportados en la literatura, la Tabla 1 muestra una comparación entre los valores obtenidos y los reportados en literatura. Por ejemplo, Gayle y Biancanello [28] entregaron valores del orden de $\alpha \approx 7.5 \times 10^{-3}$ para una aleación de cobre con 5 % en peso de cobalto procesada por AM. También observaron el incremento de los valores de α en la medida del incremento del porcentaje de cobalto en la aleación. Kapoor et al. [29] verificaron el aumento de α para aleaciones de Cu-1 % en peso de Cr-0.1 % en peso Zr, reportando un valor máximo de $\alpha \approx 5.6 \times 10^{-3}$. Sahu et al. [30] reportaron valores para α de 7.05×10^{-3} para aleaciones de Cu-15 % en peso Ni-5 % en peso Sn. Finalmente se puede mencionar que en los primeros estudios de mediciones de α por medio del análisis de perfiles de difracción, se reportaron valores del orden de 10^{-2} - 10^{-3} en aleaciones de cobre [31]. El valor recíproco de probabilidad de falla de apilamiento, ($1/\alpha$ =número de planos cristalinos), representa una falla de apilamiento sobre n planos cristalinos de átomos en el plano {111} en la dirección <111> en estructuras cristalinas fcc [10]. Por tanto, desde la Figura 4 se puede calcular que para 0.5 y 50 horas de molienda, el número de planos cristalinos son alrededor de 400 y 50, respectivamente. Se puede decir que el aumento de

los valores de $\langle \epsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$ y α (disminución de la distancia de planos entre fallas de apilamiento) muestran que los polvos han sufrido una fuerte deformación plástica producto de las continuas colisiones de las bolas.

Tabla 1: Comparación de valores de probabilidad de falla de apilamiento calculados en este trabajo con valores reportados en literatura.

Valor de α	Autor
7.5×10^{-3} (Cu-5% en peso Co)	Gayle y Biancaniello [28]
5.6×10^{-3} (Cu-1 % en peso de Cr-0.1 % en peso Zr)	Kapoor et al. [29]
7.05×10^{-3} (Cu-15 % en peso Ni-5 % en peso Sn)	Sahu et al. [30]
8×10^{-3} (Cu-2% en peso Cr-6% en peso de Mo)	Aguilar et al. [32]

Con los valores de $\langle \epsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$ y α y usando la expresión 6 se puede calcular la energía de falla de apilamiento (EFA). Los valores encontrados para la aleación en estudio disminuyen en función del tiempo hasta valores cercanos a 20 mJ/m², Figura 5. Similares resultados han sido reportados para aleaciones binarias de Cu-x % en peso de Cr (x=1 y 3) [25] y en aleaciones ternarias de Cu-2% en peso de Cr-6 % en peso de Mo procesadas por AM. La disminución de la EFA en función del tiempo de molienda apoya el hecho que átomos de cromo han entrado en solución sólida en cobre, pues en estructuras cristalinas tipo fcc la EFA disminuye cuando los átomos de soluto entran en solución [33]. Ha sido demostrado que EFA ejerce una importante influencia en la estructura y propiedades mecánicas de metales y aleaciones con estructuras fcc [34]. Para materiales con bajos valores de EFA la separación entre dislocaciones parciales es grande y la fuerza requerida para la recombinación es alta. En forma contraria, cuando γ es alta, la fuerza necesaria para recombinar es pequeña. La disminución de EFA trae consigo dos aspectos importantes: por una parte, el área fallada entre planos compactos es mayor, debido a que las dislocaciones parciales están más separadas y por otra parte, las dislocaciones tienden a disociarse porque el deslizamiento cruzado se ve restringido, producto de los obstáculos al movimiento de las dislocaciones que permanecen con un alto nivel de tensión, de acuerdo a lo esperado [18]. Así, por tanto, el coeficiente de endurecimiento se incrementa.

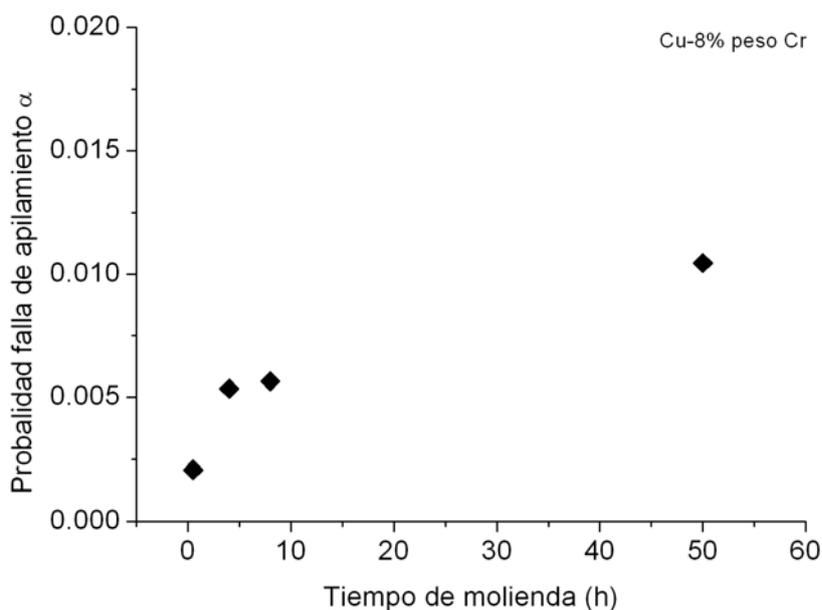


Figura 4: Evolución de los valores de α en función del tiempo de molienda.

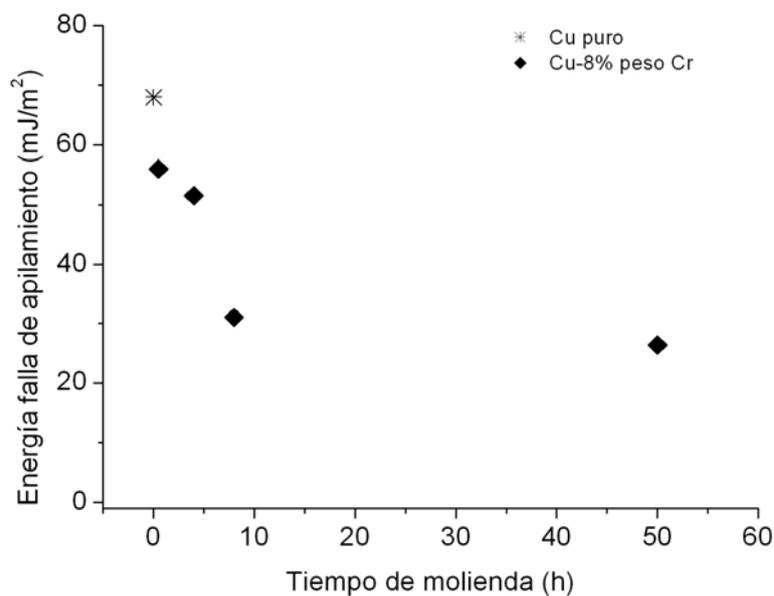


Figura 5: Evolución de la energía de falla de apilamiento.

La tendencia general que se observa en la distribución de tamaño de cristalitas es un desplazamiento de las curvas hacia menores valores de tamaño de cristalitas cuando el tiempo de molienda aumenta, como se observa en la Figura 6. Por tanto, se desprende que en la medida que el tiempo de molienda aumenta, la estructura de la aleación se refina, alcanzando un carácter nanométrico a 50 horas de molienda como fue mencionado anteriormente.

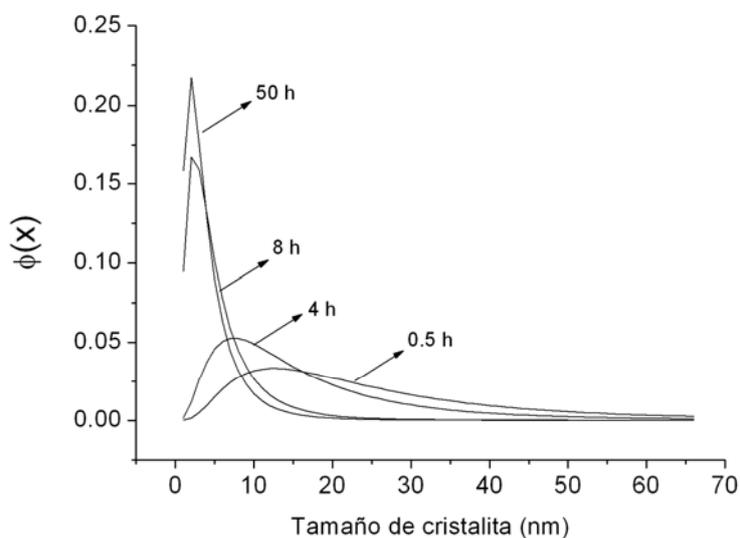


Figura 6: Función distribución de tamaño de cristalitas en función del tiempo de molienda.

El parámetro de red del cobre fue calculado por medio del método propuesto por Cohen [35]. Se ha puesto el eje del tiempo en escala logarítmica y a objeto de lograr una mejor comparación, se ha incluido en la gráfica el valor del parámetro de red de cobre puro sin moler, señalado con un asterisco a un tiempo de 10^{-4} horas. Los resultados muestran una disminución del parámetro de red del cobre en función del tiempo de molienda. En una primera aproximación se podría pensar en usar la ley de Vegard para estimar la cantidad de cromo que ha entrado en solución, pero su uso genera incertidumbres debido a que la ley de Vegard considera sólo una variación lineal del volumen de la celda unitaria con respecto a la composición. En otras

palabras al usar la ley de Vegard se considera un modelo de solución ideal entre los componentes. Los radios atómicos del cobre (0.128 nm) [36] y del cromo (0.127 nm) [36] son similares, por tanto, cuando átomos de cromo entran en solución sólida, lo hacen de forma sustitucional. Por otra parte el radio atómico de cromo es levemente menor con respecto al radio atómico de cobre, por eso, al entrar en solución los átomos de cromo, el parámetro de red de cobre experimenta una disminución, como se observa claramente en la Figura 7.

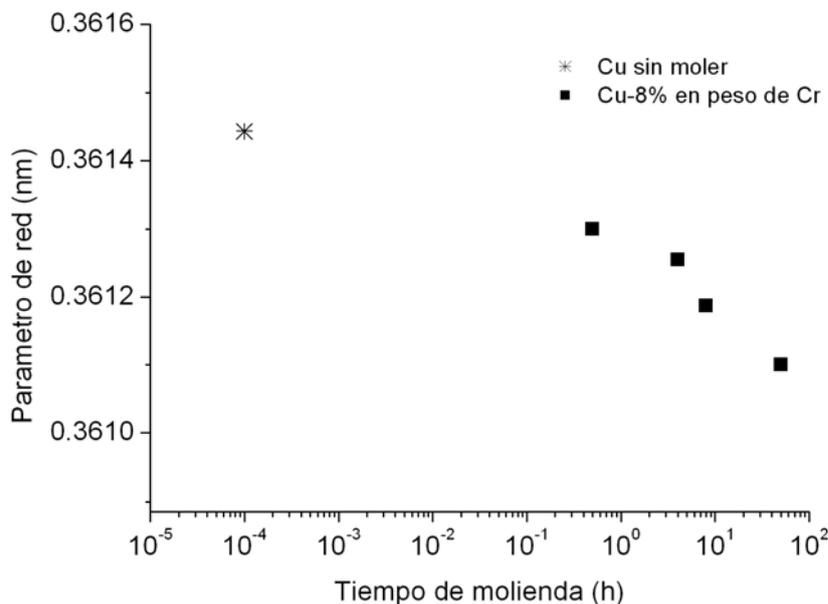


Figura 7: Variación parámetro de red del cobre en función del tiempo de molienda.

4 CONCLUSIONES

Al aumentar el tiempo de molienda aumenta la densidad de defectos cristalinos, tales como, dislocaciones y fallas de apilamiento y microdeformación.

El parámetro de red de cobre y la energía de falla de apilamiento disminuyen cuando se incrementa el tiempo de molienda. Estos hechos pueden ser tomados como una prueba que átomos de cromo han entrado en solución sólida en cobre.

Se verifica un refinamiento de la estructura hasta alcanzar niveles nanométricos a 50 horas de molienda.

5 AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer el apoyo económico a CONICYT, Fondo de Desarrollo Científico y Tecnológico de Chile, FONDECYT, proyecto N° 11070052.

6 BIBLIOGRAFÍA

- [1] SURYANARAYANA, C., *Non-equilibrium processing of materials*, 1 ed., Netherland, Pergamon Materials Series, Elsevier Science Ltda., 1999.
- [2] SURYANARAYANA, C., *Mechanical Alloying and Mill*, 1 ed., USA, CRC, 2004.
- [3] AGUILAR, C., ORDOÑEZ, S., MARÍN, J., CASTRO, F., MARTÍNEZ, V., “Study and methods of analysis of mechanically alloyed Cu-Mo powders”, *Materials Science and Engineering A*, v. 464, n. 1-2, pp. 288-294, August 2007.
- [4] YAVARI, A., DESRÉ, P.J., BENAMEUR, T., “Mechanically driven alloying of immiscible elements”, *Physics Review Letters*, v. 68, n. 14, pp. 2235-2238, April 1992.

- [5] AGUILAR, C., MARTÍNEZ, V., PALACIOS, J.M., ORDOÑEZ, S., PAVEZ, O., “Thermodynamic approach of energy storage on mechanical alloying of Cu-Cr system”, *Scripta Materialia*, v. 57, n. 3 pp. 213-216, August 2007.
- [6] UNGÁR, T., “Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening”, *Scripta Materialia*, v. 51, n. 8, pp. 777-781, October 2004.
- [7] MITTEMEIJER, E.J., SCARDI, P., *Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials*, 1 ed., Berlin, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2004.
- [8] WARREN, B.E, *X-Ray Diffraction*, 1 ed., New York, USA, Dover Publications Inc, 1990.
- [9] TOLSTOV, G. P., *Fourier Series*, 1ed., New York, USA, Prentice-Hall,1962.
- [10] WARREN, B.E., AVERBACH, B.L., “The effect of cold-work distortion on X-ray patterns”, *Journal Applied Physics*, v. 21, n. 6, pp. 595-599, June 1950.
- [11] UNGÁR, T., BORBÉLY, A., “The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: a new approach to line profile analysis”, *Applied Physics Letters*, v. 69, n. 21, pp. 3173-3175, November 1996.
- [12] UNGÁR, T., GUBICZA, J., RIBÁRIK, G., BORBÉLY, A., “Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals”, *Journal of Applied Crystallography*, v. 34, n. 3, pp. 298-310, June 2001.
- [13] DRAGOMIR, I.C., UNGAR, T., “Constrat factors of dislocations in the hexagonal crystal system”, *Journal of Applied Crystallography*, v. 35, n. 5, pp. 556-564, October 2002.
- [14] KRILL, C.E., BIRINGER, R., “Estimating grain-size distributions in nanocrystalline materials from X-ray diffraction profile analysis”, *Philosophical Magazine A*, v. 77, n. 3, pp. 621-640, March 1998.
- [15] UNGÁR, T., GUBICZA, J., HANÁK, P., ALEXANDROV, I., “Densities and character of dislocations and size-distribution of subgrains in deformed metals by X-ray diffraction profile analysis”, *Materials Science and Engineering A*, v. 319-321, n. 12, pp. 274-278, December 2001.
- [16] GUBICZA, J., KASSEM, M., RIBÁRIK, G., UNGÁR, T., “The microstructure of mechanically alloyed Al-Mg determined by X-ray diffraction peak profile analysis”, *Materials Science and Engineering A*, v. 372, n. 1-2, pp. 115-122, May 2004.
- [17] REED, R.P., SCHRAMM, R.E., “Relationship between stacking-fault energy and x-ray measurements of stacking-fault probability and microstrain”, *Journal of Applied Physics*, v. 45, n. 11, pp. 4705-4711, November 1974.
- [18] HERTZBERG, R.W., *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, 3 ed., Canada, John Wiley & Sons, 1989.
- [19] SONI, P.R., *Mechanical alloying. Fundamentals and Applications*, 1 ed, Cambridge, UK, Cambridge International Science Publishing, 2000.
- [20] LU, L., LAI, M.O., Lu, L., *Mechanical alloying*, New York, USA, Kluwer Academic Publishers, Springer, 1998.
- [21] CORNEJO, J., MARTÍNEZ, V., ORDOÑEZ, S., “Cu-Mo alloys obtained by mechanical alloying”, *Key Engineering Materials*, v. 189-191, n.1, pp. 561-566, 2001.
- [22] The Internacional centre for Diffraction Data. Archivos PCPDFWIN. <http://www.icdd.com>. Acessado em Agosto 2009.

- [23] AL-HAJRY, A., AL-ASSIRI, M., AL-HENITI, S., ENZO, S., EFNE, J., SHAHRANI, A., SALAMI, A.E., “Structural investigations of CuZr prepared by mechanical alloying”, *Materials Science Forum*, v. 386, pp. 205-210, 2002.
- [24] ECKERT, J., HOLZER, J.C., KRILL, C.E., JOHNSON, W.L., “Reversible grain size changes in ball-milled nanocrystalline Fe–Cu alloys”, *Journal of Materials Research*, v. 7, n. 8, pp. 1980-1983, August 1992.
- [25] AGUILAR, C., MARÍN, J., ORDÓÑEZ, S., CELENTANO, D., CASTRO, F., MARTÍNEZ, V., “Estudio estructural de polvos Cu-Cr aleados mecánicamente”, *Revista Metalurgia Madrid*, v. 42, n. 5, pp.334-344, September-October 2006.
- [26] UNGÁR, T., “Dislocation densities, arrangements and character from X-ray diffraction experiments”, *Materials Science and Engineering A*, v. 309, n.15 , pp. 14-22, July 2001.
- [27] LUCKS, I., LAMAPARTER, P., MITTEMEIJER, E.J., “Uptake of iron, oxygen and nitrogen in molybdenum during ball milling”, *Acta Materialia*, v. 49, n. 13, pp. 2419-2428, August 2001.
- [28] GAYLE, F.W., BIANCANELLO, F.S., “Stacking faults and crystallite size in mechanically alloyed Cu-Co”, *Nanostructured Materials*, v. 6, n. 1-4, pp. 429-432, 1995.
- [29] KAPOOR, K., “X-ray diffraction line profile analysis for defect study in Cu-1 wt.% Cr-0.1 wt.% Zr alloy”, *Materials Characterization*, v. 54, n. 2, pp. 131-140, February 2005.
- [30] SAHU, P., PRADHAN, S.K., DE, M., “X-ray diffraction studies of the decomposition and microstructural characterization of cold-worked powders of Cu–15Ni–Sn alloys by Rietveld analysis”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 377, n.1-2, pp. 103-116, September 2004.
- [31] ADLER, R., OTTE, H., WAGNER, C., “Determination of dislocation density and stacking fault probability from x-ray powder pattern peak profiles”, *Metallurgical Transactions*, v.1, n.9, pp. 2375-2382, September 1970.
- [32] AGUILAR, C., MARTINEZ, V., ORDOÑEZ, S., PÁVEZ, O., VALDERRAMA, L., “Análisis de perfiles de difracción de una aleación Cu-2% en peso de Cr-6 % en peso de Mo, aleada mecánicamente”, *Revista de Metalurgia*, v. 44, n. 3, pp. 243-250, May-June 2008.
- [33] CAHN, R.W., HAASEN, P.(editors), *Physical Metallurgy*, 4 ed., Amsterdam, North Holland, 1996.
- [34] CUITIÑO, A.M., “Effect of temperature and stacking fault energy on the hardening of FCC crystals”, *Materials Science and Engineering A*, v. 216, n. 1-2, pp. 104–116, October 1996.
- [35] CULLITY, B.D., STOCK, S.R., *Elements of X-ray diffraction*, 3 ed., Prentice Hall, New York, USA, 2001.
- [36] LUBARDA, V.A., “On the effective lattice parameter of binary alloys”, *Mechanics of Materials*, v. 35, n. 1-2, pp. 53-68, January-February 2003.