

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA POLITÉCNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

HENRIQUE KYUNG HO SON

**MEDIDAS DE DESORIENTAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS
RETROESPALHADOS: OBTENÇÃO E INTERPRETAÇÃO**

SÃO PAULO

2020

HENRIQUE KYUNG HO SON

**MEDIDAS DE DESORIENTAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE
ELÉTRONS RETROESPALHADOS:OBTENÇÃO E
INTERPRETAÇÃO**

Trabalho de formatura apresentado à
Escola Politécnica da Universidade de
São Paulo para obtenção do Título de
Engenheiro.

Departamento de Engenharia Metalúrgica
e de Materiais

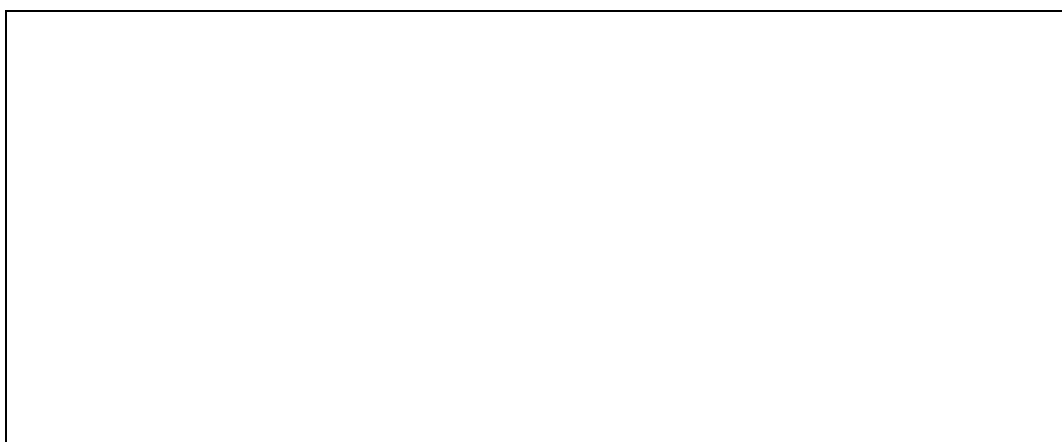
Orientador: Professor Doutor Eduardo
Franco de Monlevade

SÃO PAULO

2020

Autorizo a reprodução total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Catálogo na publicação



Agradecimentos

Agradeço primeiramente à minha família, em especial à minha mãe, He Jeng, meu pai, Seong Gi, meu irmão, Augusto e minha irmã, Priscila, por todo o apoio que me foi dado ao longo da minha jornada na Escola Politécnica. Também agradeço a minha namorada e companheira, Karina, que me incentivou e me motivou para a redação desse trabalho.

Agradeço a todos os colegas e amigos em que eu encontrei na graduação, que me ajudaram a crescer e me incentivaram a persistir e que contribuíram para a minha vida acadêmica e nesse trabalho de conclusão de curso.

Um agradecimento especial à Marcelli Suzuki Dias por permitir o uso dos dados da dissertação de mestrado dela. Deixo registrado um agradecimento especial ao Professor Doutor Eduardo Franco de Monlevade, por toda a paciência, dedicação, orientação, ajuda e apoio ao longo desse ano de pandemia.

RESUMO

Este trabalho visou analisar dados obtidos por meio da técnica EBSD (difração de elétrons retroespalhados). Para isso, foram analisados diversos artigos sobre o assunto com o objetivo de entender como obter, interpretar e analisar dados provenientes do EBSD. Além de analisar os artigos, dados da dissertação de mestrado de Marcelli Suzuki Dias (2020) foram utilizados como base para a análise do software OIM Analysis para obtenção de dados para discussão. Analisando a explicação fornecida pelo software e analisando as imagens do software nas imagens do tubo de cobre sem costura de liga 12200 (Dias, 2020), podem ser analisadas as diversas interpretações disponíveis no software. O software disponibiliza diversas análises. Elas são: o perfil de desorientação, o mapa de orientações simples da amostra, a análise da desorientação média usando como base os grãos da amostra e a análise da desorientação média com base de Kernel (KAM – Kernel Average Misorientation). Nesse trabalho, foi feito o estudo e a interpretação de cada ferramenta disponível. As imagens do mapa de orientações simples mostram que os grãos da região analisada em sua maioria tem orientação {111}. Também foram analisadas os perfis de desorientação que podem ser obtidos de duas formas: comparando ponto a ponto e comparando ao ponto inicial. Analisando as duas formas juntas, pode se concluir o tamanho de grão é variado. As imagens da análise das desorientação média com base nos grãos têm três diferentes tipos de análises: i) comparação da desorientação no ponto com a desorientação média da amostra toda; ii) comparação entre grãos vizinhos; iii) comparação dentro do grão analisado. Conclui-se com essas imagens que os grãos não possuem grande desorientação em relação aos seus vizinhos, que poucos grãos possuem desorientação dentro do grão. Observando as análises de desorientação média com base de Kernel pode se concluir que para que a análise da desorientação seja mais precisa é necessário escolher pontos mais distantes para análise e que a análise seja feito utilizando todos os pontos de Kernel.

Palavras-chave: EBSD, KAM, desorientação

ABSTRACT

This work aimed to analyze data obtained through EBSD (backscattered electron diffraction). To do so, several articles on the subject were analyzed in order to understand how to obtain, interpret and analyze data from the EBSD. In addition to analyzing the articles, data from the Marcelli Suzuki Dias master's thesis were used as a basis for the analysis of the OIM Analysis software to obtain data for discussion. Analyzing the explanation provided by the software and analyzing the images of the software in the images of the seamless copper tube of alloy 12200 (Dias, 2020), the various analyzes can be made. The software provides several analyzes. They are: the profile of disorientation, the map of simple orientations of the sample, the analysis of the average disorientation based on the grains of the sample and the analysis of the average disorientation based on Kernel (KAM). In this paper, the study and interpretation of each one of the tools was made. The images on the simple orientation map show that the grains of the analyzed region are mostly oriented $\{111\}$. The misorientation profiles that can be obtained in two ways were also analyzed: comparing point to point and comparing to the starting point. Analyzing the two shapes together, it can be concluded that the grain size is varied. The images of the analysis of the average disorientation based on grains have three different types of analysis: comparison of the disorientation at the point with the average disorientation of the whole sample, comparison between neighboring grains and the comparison within the analyzed grain. It is concluded with these images that the grains do not have great disorientation in relation to their neighbors, that few grains have disorientation within the grain. Observing the average disorientation analyzes based on Kernel it can be concluded that for the analysis of the disorientation to be more accurate it is necessary to choose more distant points for analysis and that the analysis be done using all the points in Kernel perimeter.

Key-words: Misorientation, KAM, EBSD

Sumário

Agradecimentos	4
RESUMO	5
ABSTRACT	6
Sumário	7
LISTA DE ILUSTRAÇÕES	9
LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS	11
1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 Análise de deformações	15
2.1.1 Deformação elástica	15
2.1.2 Deformação plástica	17
2.2 KAM	19
3 OBJETIVOS	21
4 MATERIAIS E MÉTODOS	22
4.1 Materiais utilizados	22
4.2 Preparação da amostra	22
4.3 Análise da imagem	22
4.3.1 Mapa de orientação	22
4.3.2 Perfil de desorientação	23
4.3.3 Desorientação média	23
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	24
5.1 Mapa de orientação	24
5.2 Perfil de desorientação	27
5.3 Desorientação baseado no Grão	29

5.4	Desorientação Média de Kernel (KAM).....	32
6	CONCLUSÕES.....	40
7	Referências.....	41

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Padrões do EBSD de uma amostra de aço ferro-níquel com 36% de Fe e estrutura FCC, EBSD ajustado à 15 kV. (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012)	13
Figura 2 - Esquema geométrico dos padrões do EBSD. (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012)	13
Figura 3 - Um retículo cristalino deformado 11% uniaxialmente na direção horizontal e esquematizado em cinza, com deformação, e em preto, sem deformação. (Stuart I. Wright, 2011)	15
Figura 4 - Um reticulo cristalino sem deformação e um com deformação e o resultado dos padrões de difração. (Stuart I. Wright, 2011)	16
Figura 5 - Linhas escaneadas de um componente do tensor da deformação elástica (e11) numa austenita ao redor de uma martensita lamelar. (Stuart I. Wright, 2011) ...	17
Figura 6 - Diagrama mostrando a distorção no retículo cristalino causada por duas discordâncias opostas degradando o padrão EBSD. (Stuart I. Wright, 2011).....	18
Figura 7 - Microestrutura de um aço de baixa liga depois de 15% de deformação mostrando o mapa do próximo ponto adjacente do KAM. (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012)	19
Figura 8 - Distribuição dos valores da frequência KAM das fases constituintes do aço da Figura 7 (ferrita, austenita martensita). (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012)	20
Figura 9 - Mapa da superfície do tubo com contorno dos grãos	25
Figura 10 – Mapa da superfície do tubo sem contorno dos grãos	25
Figura 11 - Mapa da superfície do tubo com o aumento da qualidade	26
Figura 12 - Mapa da região transversal	26
Figura 13 - Legenda dos mapas	27
Figura 14 - Perfil de desorientação acumulada: Gráfico da distância do ponto definido em microns por desorientação em graus	28
Figura 15 - Perfil de desorientação acumulada e ponto a ponto: Gráfico da distância do ponto definido em microns por desorientação em graus.....	28
Figura 17 - Desorientação em relação a média da região total.....	30
Figura 18 - Desorientação em relação aos Grãos Vizinhos.....	30
Figura 19 - Desorientação dentro do grão	31
Figura 20 - Legenda desorientação	31

Figura 21 - KAM analisando apenas o perímetro. (Manual do programa)	33
Figura 22 - KAM analisando todos os pontos. (Manual do programa)	33
Figura 23 - Analise com base de Kernel com o primeiro vizinho analisando o perímetro	33
Figura 24 - Analise com base de Kernel com o primeiro vizinho com aumento de qualidade analisando o perímetro	34
Figura 25 - Analise com base de Kernel com o segundo vizinho analisando o perímetro	34
Figura 26 - Analise com base de Kernel com o segundo vizinho com aumento de qualidade analisando o perímetro	35
Figura 27 - Analise com base de Kernel com o terceiro vizinho analisando o perímetro	35
Figura 28 - Analise com base de Kernel com o terceiro vizinho com aumento de qualidade analisando o perímetro	36
Figura 29- Analise com base de Kernel considerando o perímetro do quinto vizinho..	36
Figura 30- Analise com base de Kernel considerando o perímetro do quinto vizinho com a definição do contorno de grão.....	37
Figura 31- Analise com base de Kernel considerando o perímetro do quinto vizinho com o aumento da qualidade da imagem do software	37
Figura 32- Analise com base de Kernel considerando todos os pontos do quinto vizinho	38
Figura 33- Analise com base de Kernel considerando todos os pontos do quinto vizinho com o aumento da qualidade da imagem do software.....	38
Figura 34 - Analise com base de Kernel considerando o perímetro do décimo vizinho com a definição do contorno de grão	39
Figura 35- Analise com base de Kernel considerando todos os pontos do décimo vizinho com a definição do contorno de grão.....	39

LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

EBSD – Electron Backscatter Diffraction

KAM – Kernel Average Misorientation

GND – Geometrically Necessary Dislocations

OIM – Orientation Imaging Microscopy

IQ – Image Quality

SSD – Statistically Stored Dislocations

1 INTRODUÇÃO

Para que o estudo dos grãos dos materiais fosse possível, muitos métodos de análise de imagem foram desenvolvidos como a difração de raios X, a difração de nêutrons, a microscopia óptica e eletrônica, a microanálise química, a extração de precipitados entre outros. Nesse trabalho o foco principal é o EBSD ou difração de elétrons retroespalhados.

O EBSD é uma técnica que consiste em colocar uma amostra com superfície plana inclinada a 70° com o feixe de elétrons incidente. Os elétrons retroespalhados geram um padrão de difração, que aparece na forma de bandas (raias de Kikuchi), que pode ser visualizado em um monitor de vídeo (Gonçalves, 2010).

As imagens são obtidas por contraste de orientação, técnica em que as regiões que estão direcionadas para o detector aparecem mais claras do que aquelas que se encontram escondidas. As imagens apresentam tons de cinza, que variam de acordo com os planos cristalográficos. Os programas que podem ser utilizados são o da Oxford-HKL e o da EDAX-TSL (Gonçalves, 2010).

A preparação das amostras para EBSD geralmente envolve as etapas de corte, resina, desbaste (retirar o excesso de resina), polimento fino (à base de diamante, no máximo 30 minutos) e polimento final (com sílica, pode durar de uma hora até 24 horas). A cobertura de carbono não deve ser espessa, o ideal é que não seja utilizada, pois afeta a visibilidade (Gonçalves, 2010).

A Figura 1 mostra um padrão de difração típico gerado durante a análise pela técnica. Para entender o padrão do EBSD, deve-se pensar na formação do padrão em duas etapas. A primeira etapa, consiste em um processo de espalhamento com alto ângulo, incoerente e quase elástico de elétrons nos átomos do cristal, assim, produzindo uma fonte de elétrons pontiaguda dentro o cristal. Esse espalhamento incoerente determina a resolução espacial da técnica, ou seja, a interação com o volume leva à uma formação de padrão (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012).

O segundo passo consiste na criação de cones de Kikuchi que são criados pelo espalhamento incoerente que é espalhado coerentemente em um ângulo muito baixo. A segunda etapa é responsável pelo padrão geométrico e a intensidade da distribuição do padrão do EBSD. A geometria do padrão de EBSD, esquematizado na Figura 2, a princípio, é simples. O centro da linha dentro de cada secção da região clara pode ser interpretado como uma projeção gnômica de um dos planos do retículo cristalino, ou

seja, é como se o plano do retículo cristalino se estendesse do ponto de formação de padrão até o plano de detecção. O comprimento da região clara é proporcional ao dobro do ângulo de Bragg. A determinação da orientação do grão é facilitada pela simplicidade dos padrões, se a fase cristalina for conhecida.

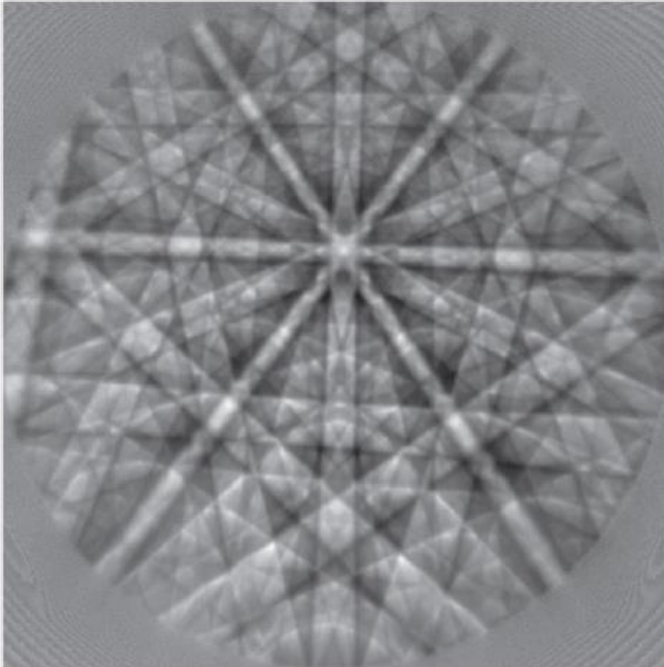


Figura 1 - Padrões do EBSD de uma amostra de aço ferro-níquel com 36% de Fe e estrutura FCC, EBSD ajustado à 15 kV. (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012)

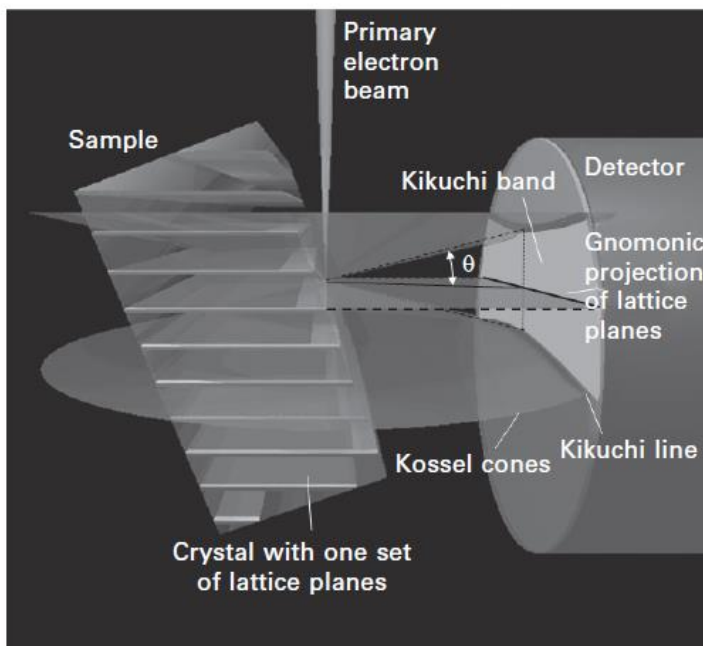


Figura 2 - Esquema geométrico dos padrões do EBSD. (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012)

Assim, os resultados de microtextura gerados por EBSD fornecem informação relativas à morfologia e tamanho dos grãos, distribuição de contornos, percentuais de contornos, tipo de rede cristalina, sítios coincidentes, entre outras informações (Catorceno, 2013).

Assim, para melhor entender quais informações extrair do EBSD, deve -se definir como os resultados de EBSD devem ser interpretado os dados obtidos para calcular e esquematizar a deformação elástica e plástica.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Análise de deformações

Uma informação muito útil que o EBSD pode fornecer a análise de deformação em que um grão e seus vizinhos estão submetidos. Entretanto, para que o entendimento dos dados fornecidos seja possível, deve-se definir a diferença na imagem do EBSD da deformação plástica e da deformação elástica.

2.1.1 Deformação elástica

Analisando apenas uma célula unitária, tem-se esquematicamente a Figura 3. Essa figura é resultado de uma deformação uniaxial e em uma das direções principais da célula unitária que resultou em uma deformação em um dos parâmetros (Stuart I. Wright, 2011).

A Figura 3 é uma representação um pouco exagerada, pois a deformação elástica no material é muito menor e possui o tamanho de um pixel ou dois no sistema EBSD. Entretanto, se aproximarmos a câmera ou aumentarmos a resolução, o sinal emitido pelo aparelho é enfraquecido. Desse modo, a imagem obtida é de qualidade muito ruim pois não terá o foco, ou seja, terá um padrão difuso adequado como mostrado esquematicamente na Figura 4 (Stuart I. Wright, 2011).

Assim, conclui-se que para visualizar uma deformação elástica significativa na célula unitária a análise da imagem deve ser feita cuidadosamente (Stuart I. Wright, 2011).

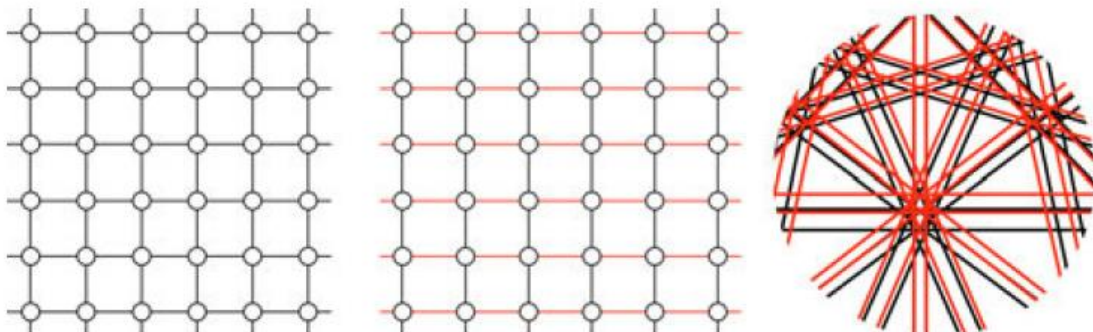


Figura 3 - Um retículo cristalino deformado 11% uniaxialmente na direção horizontal e esquematizado em cinza, com deformação, e em preto, sem deformação. (Stuart I. Wright, 2011)

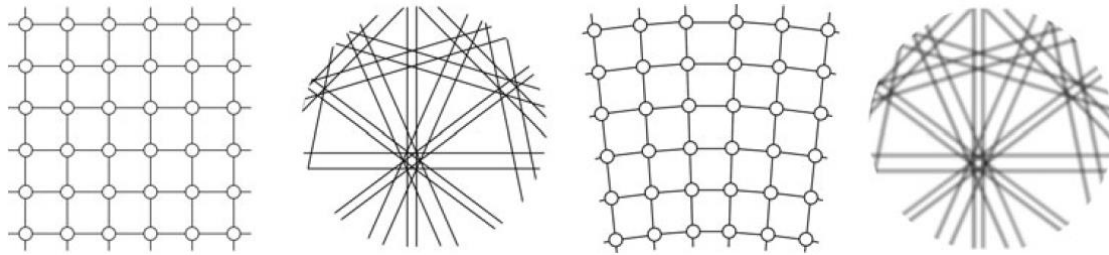


Figura 4 - Um reticulado cristalino sem deformação e um com deformação e o resultado dos padrões de difração. (Stuart I. Wright, 2011)

Para observar a deformação de uma forma intragranular, deve-se utilizar uma forma mais automatizada do EBSD muitas vezes chamada de OIM. Com os mapas feitos pela OIM pode-se ter uma visualização cristalográfica intergranular dos grãos.

Entretanto, as deformações elásticas nas imagens são difíceis ou às vezes impossíveis de observar em imagens de OIM, pois as mudanças na rede cristalina são pequenas e mesmo com a velocidade máxima. Assim, um modo de obter um mapa das deformações elásticas é o IQ. Entretanto, os resultados são apenas qualitativos fornecendo apenas uma indicação relativa das deformações elásticas. Qualquer deformação plástica dominará a imagem do mapa gerado pelo IQ mascarando os resultados. Contudo, resultados quantitativos foram obtidos pelo Wilkinson et al. (2006) que sugerem que é possível obter mapas de tensores de deformação elástica como sugere a Figura 5, obtida pelo Miyamoto et al. (2009).

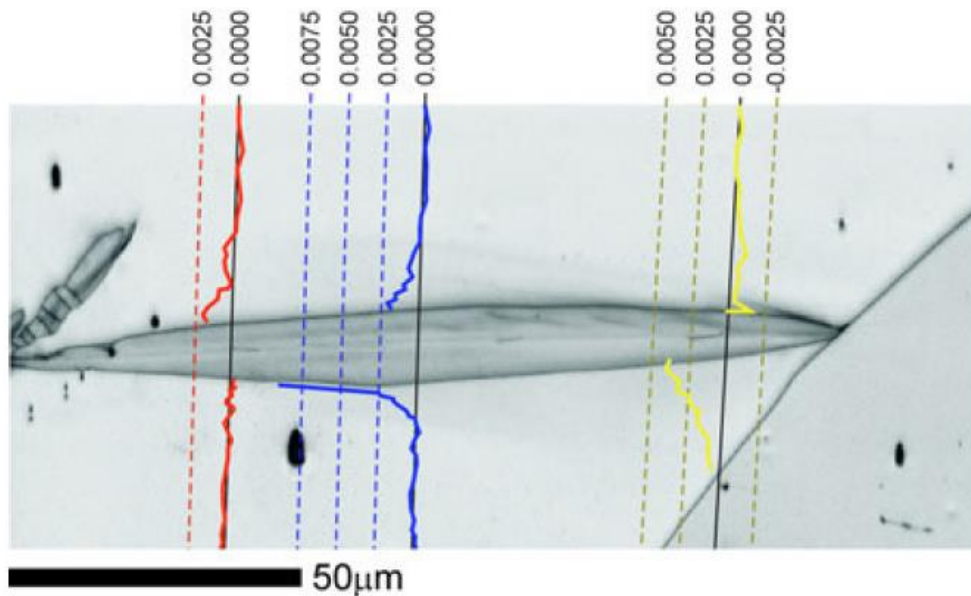


Figura 5 - Linhas escaneadas de um componente do tensor da deformação elástica (e_{11}) numa austenita ao redor de uma martensita lamelar. (Stuart I. Wright, 2011)

2.1.2 Deformação plástica

A análise da deformação plástica é muito importante, pois as tensões residuais no material são consequências desse tipo de deformação. Assim, as distorções no retículo cristalino são formadas. Como consequência dessa distorção, são criadas discordâncias para contrapor a mudança no retículo cristalino.

Essa mudança no retículo cristalino pode resultar em dois padrões de difração. A primeira delas são os SSDs são regiões do material com densidade de discordância, mas que tem como módulo de Burgers igual a zero. O segundo padrão de difração são os GNDs diferente do SSDs o módulo de Burgers é diferente de zero. Assim, a densidade de discordância distorce a orientação cristalográfica ou a curvatura do retículo. A Figura 6 mostra que uma discordância pode causar uma alteração no retroespalhamento. Essa alteração é resultado de uma região de alta concentração de densidade de discordância, mas com o módulo do vetor de Burgers igual a zero fazendo com que haja uma distorção nas difrações resultantes dos planos do retículo (Stuart I. Wright, 2011).

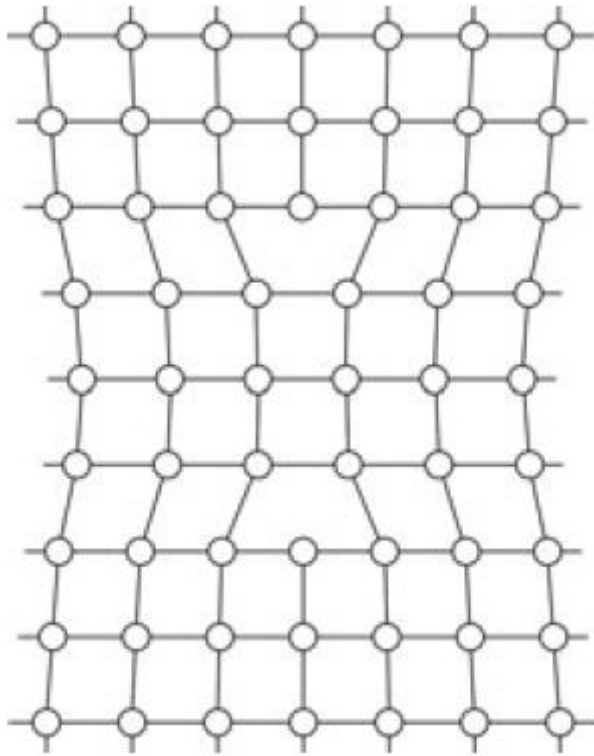


Figura 6 - Diagrama mostrando a distorção no retículo cristalino causada por duas discordâncias opostas degradando o padrão EBSD. (Stuart I. Wright, 2011)

Entretanto, diferenciar a contribuição dos SSDs e dos GNDs em uma única célula do reticulado é praticamente impossível pois o contraste das deformações nos dados é baixo.

Por isso, para analisar melhor a deformação plástica deve se analisar o padrão de uma rede cristalina toda. Entretanto, para obter uma imagem nítida do EBSD muitos fatores influenciam como a preparação da superfície da amostra. Além desse fator, os dados obtidos através das imagens não são quantitativos o suficiente para se chegar em uma conclusão. Desse modo, diversas medidas foram teorizadas e testadas para que dados mais quantitativos possam ser obtidas pelo EBSD.

2.2 KAM

Como os dados obtidos por EBSD através das imagens não são quantitativos o suficiente para se chegar em uma conclusão, medidas mais quantitativas são utilizadas e uma delas é o KAM. KAM é a média dos ângulos das discordâncias calculada entre o centro do pixel de Kernel e o seu adjacente ou o seu n-ésimo adjacente. O valor dessa medida indica, aproximadamente, o grau de mudança de orientação de cada ponto, ou seja, é uma forma de gradiente do grão. A Figura 7 é um exemplo de como o gradiente pode ser observado em um mapa de KAM. Pode-se notar que na Figura 7 a região com maior desorientação é a região próxima aos grãos de ferrita. Entretanto, dados mais quantitativos da distribuição de tensão podem ser obtidos através do gráfico valor do KAM em graus versus frequência relativa dos diferentes constituintes da mesma liga da Figura 8. Esse gráfico é a Figura 8. Dessa figura, pode-se concluir que a martensita tem os gradientes locais e, por isso, tem o maior número de discordâncias. A ferrita diferente da martensita e austenita possui, em média, menos discordâncias (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012).

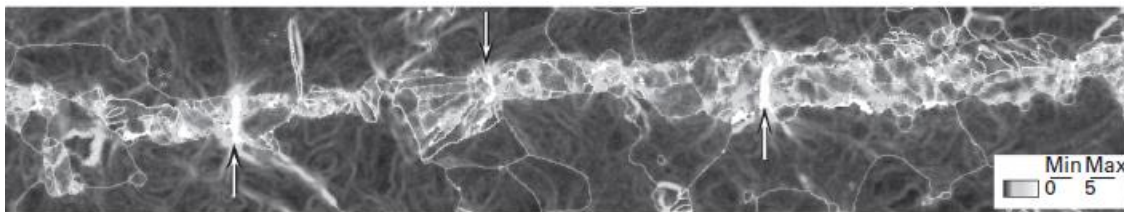


Figura 7 - Microestrutura de um aço de baixa liga depois de 15% de deformação mostrando o mapa do próximo ponto adjacente do KAM. (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012)

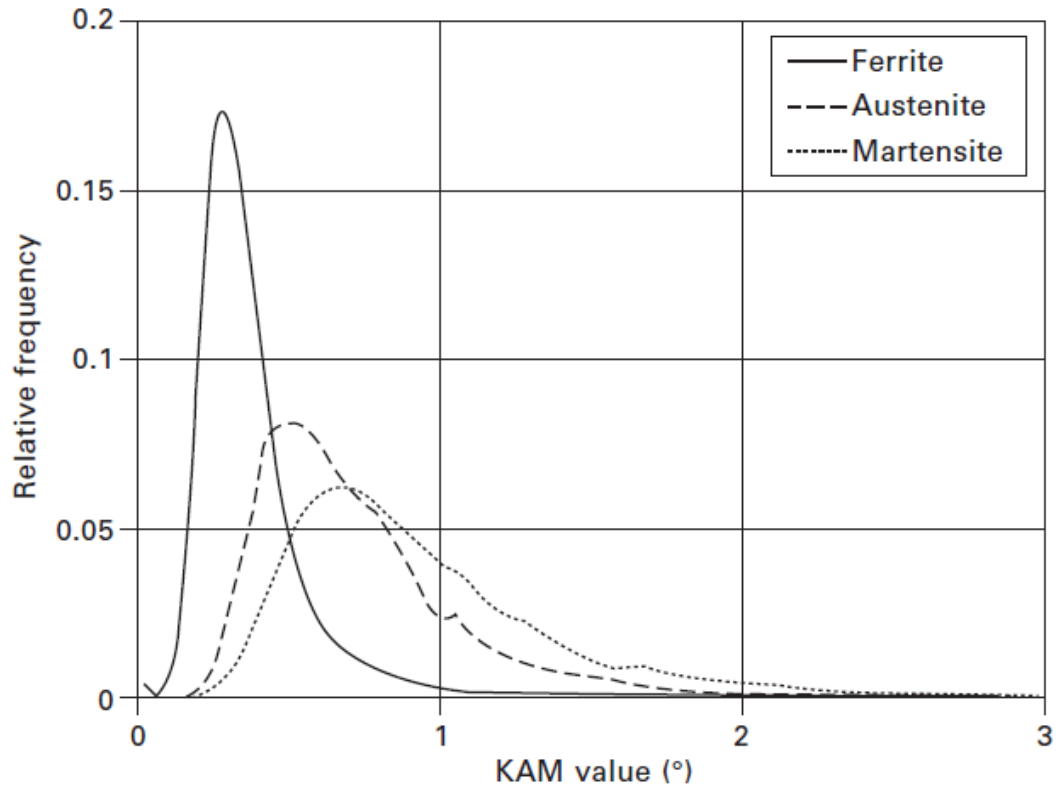


Figura 8 - Distribuição dos valores da frequência KAM das fases constituintes do aço da Figura 7 (ferrita, austenita martensita). (Zaefferer., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, 2012)

Mesmo o KAM indicando e comparando os gradientes de tensões, ele é apenas uma medida angular e não tem nenhuma informação sobre o número de discordâncias que causam esse gradiente de orientação.

3 OBJETIVOS

Esse trabalho tem como objetivo analisar imagens obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta de um tubo de cobre sem costura de liga 12200 (Dias, 2020) visando entender melhor as análises de desorientação feitas por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) utilizando o software OIM analysis.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais utilizados

Os materiais de estudo utilizados foram tubos de cobre sem costura de liga 12200 com composição segundo a Tabela 1, e cobre obtido de fusão e extrusão. As amostras foram obtidas dos extremos do tubo cujo comprimento chega a 23 metros, o diâmetro interno é de 50 mm e a espessura de parede em toro de 3,5 mm para tubos laminados. Os tarugos possuem diâmetro externo de 100mm interno de 50 mm e espessura de parede em torno de 25 mm, o que indica uma redução de 86% da espessura. (Dias, 2020)

Mínimo %Cu	Mínimo %P	Máximo %P
99,90	0,015	0,040

Tabela 1 - Composição da liga 12200, segundo a norma ASTM B-280. (Dias, 2020)

4.2 Preparação da amostra

O preparo para análise de EBSD foi realizado na politriz semiautomática MiniMet® da Buehler, cedida pelo Laboratório de Transformações de Fase. Os parâmetros utilizados foram: tempo por 90 minutos em solução de sílica coloidal da Psydragon de 0,4 micrômetro e com velocidade de 15 rpm e força de 1 N. (Dias, 2020)

4.3 Análise da imagem

Utilizando o microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta do Departamento de Engenharia de Metalúrgica e Materiais, foram obtidas imagens de um tubo de cobre sem costura de liga 12200 (Dias, 2020) utilizando o EBSD (Electron Backscatter Diffraction). Para a análise dessas imagens foi utilizado o software OIM Analysis fornecidos pela empresa EDAX-TSL. O software utilizado possui diversas funcionalidades e nesse trabalho foram utilizadas algumas dessas funcionalidades como o mapa de orientação, perfil de desorientação, entre outras.

4.3.1 Mapa de orientação

O mapa de orientação foi realizado na superfície transversal e na superfície paralela para melhor visualização das orientações dos grãos do cobre. Para análise do mapa, foram observadas as orientações em duas diferentes perspectivas e observado

a prevalência das cores em cada mapa para que fosse possível observar as orientações presentes em cada perspectiva.

4.3.2 Perfil de desorientação

A análise do perfil de desorientação foi feita observando uma certa região da superfície do material. Ele mostra a desorientação ao longo da reta definida comparando com o ponto inicial com os pontos analisados ou a diferença da desorientação comparando ponto a ponto. Interpretando os dados fornecidos pelo software, pode-se estimar o tamanho médio do grão ao longo da região analisada. A estimativa é feita comparando os dois perfis resultantes e observando as regiões em que a desorientação é mais linear.

4.3.3 Desorientação média

E por último, foi feita a análise de desorientação média. O software tem dois tipos de análises de desorientações médias: baseado no grão e baseado em Kernel. As funções baseadas no grão são muito úteis para identificar grãos que possuem variação de orientação local dentro do grão, grãos que possuem variações locais de desorientações em comparação com a média da região analisada ou variações de desorientação em relação ao grão vizinho. Entretanto, essa função tem uma grande dependência da definição de grão que é utilizada.

As funções de base de Kernel, tem bases que são definidas pelo usuário. Essas bases são o método de cálculo e o perímetro de Kernel analisado, eles têm grande influência nos resultados.

Assim, foram observados a influência dessas bases na obtenção dos dados. Analisando os métodos de cálculo, têm-se dois métodos de cálculo: a média da desorientação apenas utilizando os pontos do perímetro e a média calculada utilizando todos os pontos. Foram retiradas diversas imagens para comparar a diferença dos métodos de cálculo. Para analisar a influência do perímetro, foram retiradas diversas imagens para análise comparativa dos diferentes perímetros selecionáveis.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Mapa de orientação

O mapa mostra as orientações das superfícies da amostra em relação ao corte perpendicular dela sendo que ela pode ser estudada por um corte transversal ou longitudinal. Observando a Figura 13, podem-se observar as cores que indicam a orientação do grão. A Figura 9, a Figura 10 e a Figura 11, são cortes longitudinais do material analisado no MEV com o software OIM Analysis. A Figura 9, não possui o destaque do contorno de grão feito pelo software, mas mesmo sem a ferramenta, é possível identificar os contornos. Entretanto, a Figura 9 possui essa ferramenta.

Observando as imagens, pode ser concluído que os grãos das amostras possuem diferentes orientações. Entretanto, a maioria delas tem orientação {111}, pois a amostra possui muitos grãos em tons de azul.

A Figura 12 possui o corte transversal da mesma amostra. Observando-a pode se perceber que observando em uma outra perspectiva as orientações são diferentes, fato que é evidenciado pela diferença das cores das Figura 12 e Figura 10.

A Figura 11, possui o aumento da qualidade, essa ferramenta tem como objetivo observar riscos provenientes da preparação da amostra ou de outro motivo, ou seja, serve como parâmetro para saber se a amostra analisada está própria para análise. Assim, observando essa figura, têm-se que a amostra está com ótimas condições de análise.

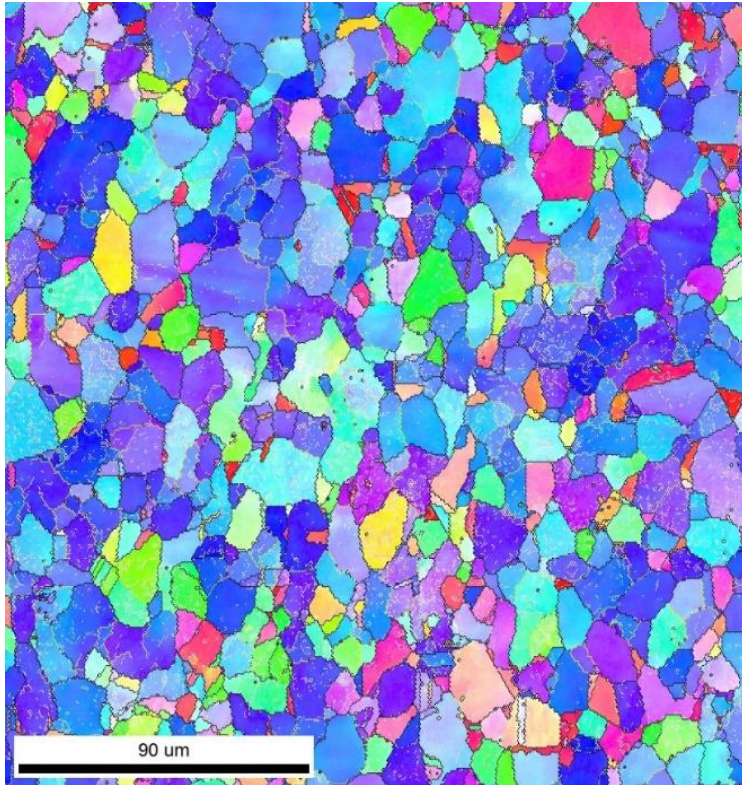


Figura 9 - Mapa da superfície do tubo com contorno dos grãos

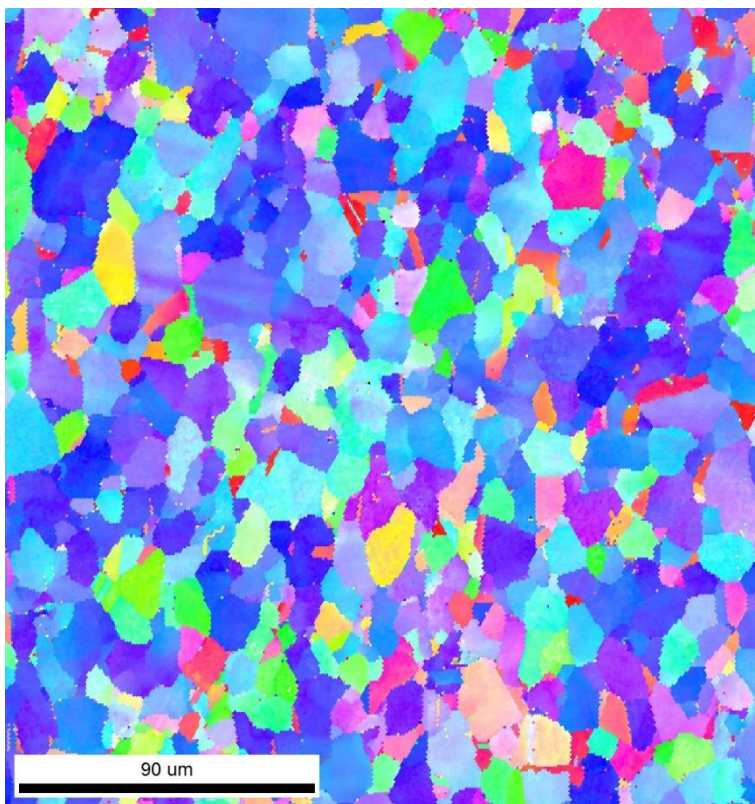


Figura 10 – Mapa da superfície do tubo sem contorno dos grãos

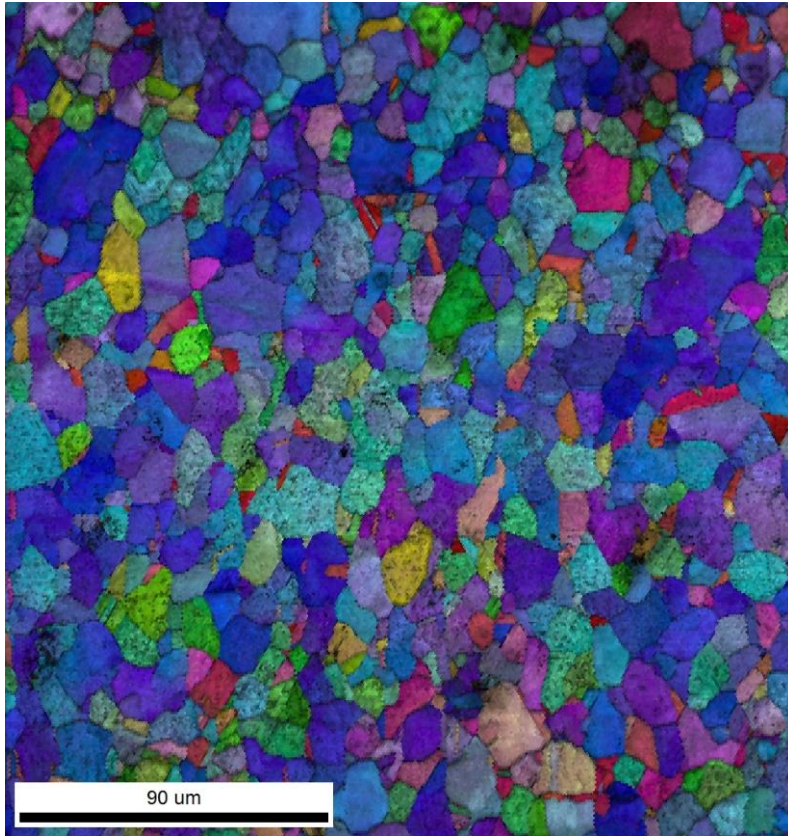


Figura 11 - Mapa da superfície do tubo com o aumento da qualidade

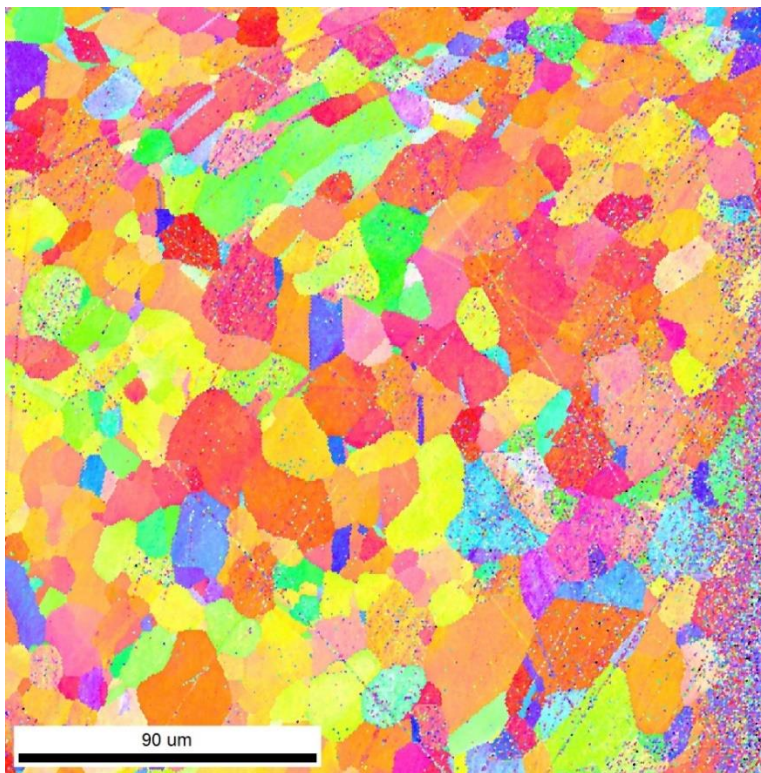


Figura 12 - Mapa da região transversal

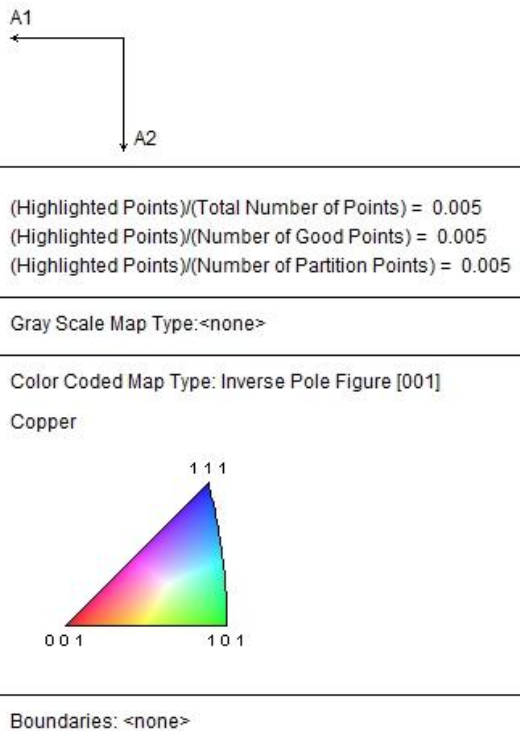


Figura 13 - Legenda dos mapas

5.2 Perfil de desorientação

Para estudar os perfis de desorientações, foi definido a região de estudo como a diagonal principal na superfície da microscopia. Após definir a região de estudo, foi gerado pelo software dois perfis a Figura 14 e a **Erro! Fonte de referência não encontrada.** A Figura 14 é o perfil de desorientação acumulada desde o ponto zero, ou seja, o início da análise. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.** é a comparação da desorientação acumulada (azul) e da desorientação ponto a ponto (vermelho), ou seja, a desorientação analisada de grão em grão.

Observando a Figura 14, pode-se perceber os tamanhos dos grãos analisando as regiões retas do gráfico, pois não há diferença de desorientação porque dentro do mesmo grão a desorientação é nula. Além do tamanho de grão, pode-se perceber os contornos de grãos observando os picos de desorientação. Entretanto, como a amostra foi lixada e atacada quimicamente como preparação, os contornos e os tamanhos dos grãos não estão bem definidos, pois possuem pequenas variações e picos que não necessariamente tem uma interpretação.

Para obter dados mais definidos, deve-se analisar o perfil de desorientação acumulada com o de ponto a ponto, ou seja, a Figura 15. Nessa figura, pode ser

observado que analisando os dois gráficos juntos, tem-se o tamanho e o contorno de grão mais definido. Portanto, essa ferramenta pode ser utilizada para obter o tamanho médio de grão.

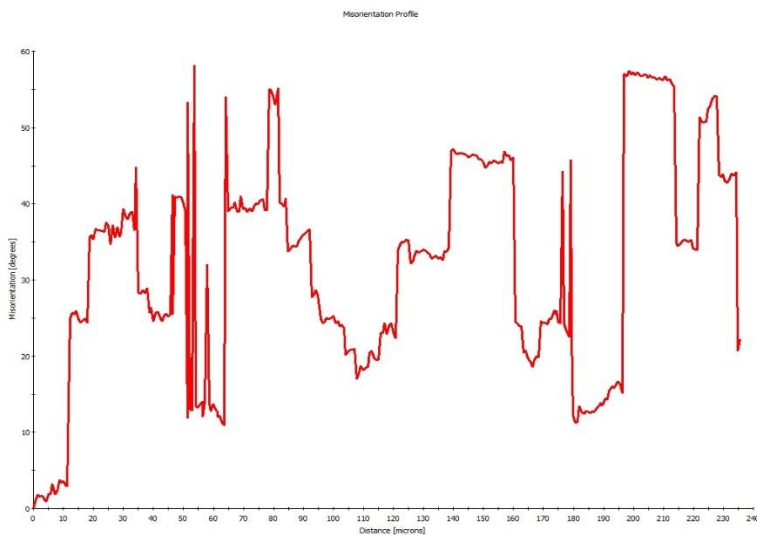


Figura 14 - Perfil de desorientação acumulada: Gráfico da distância do ponto definido em microns por desorientação em graus

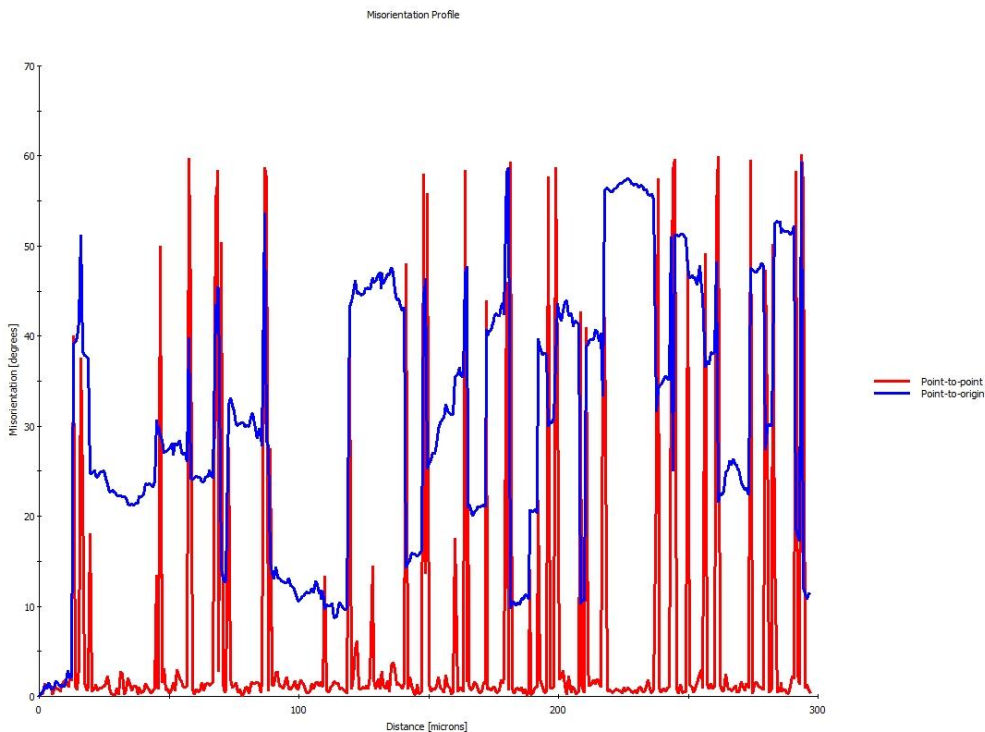


Figura 15 - Perfil de desorientação acumulada e ponto a ponto: Gráfico da distância do ponto definido em microns por desorientação em graus

5.3 Desorientação baseado no Grão

A desorientação calculada pelo software baseado na definição de grão possui três tipos de análises. A primeira análise é a comparação da desorientação do ponto com a média da amostra. Observa-se na Figura 16 que a segunda análise é a comparação da desorientação média do grão com os grãos vizinhos, visível na Figura 17. E por último é a análise da desorientação dentro do próprio grão em estudo, Figura 18.

Observando as diferentes análises, diferentes interpretações podem ser feitas. A Figura 16 mostra que as regiões com maiores desorientações ficam nas regiões com cores vermelhas e que essas regiões não ultrapassam os contornos de grãos. Além disso, é possível observar a existência de transição de cores, ou seja, regiões vermelhas não entram em contato com regiões azuis ou verdes apenas com regiões amarelas.

Interpretando a Figura 17, é perceptível que não há grande desorientação dos grãos com seus vizinhos. Isso evidencia que em relação às regiões próximas, não há grandes desorientações. Entretanto, comparando a Figura 16 e a Figura 17, percebe-se que as regiões em vermelho na Figura 16 possuem maior desorientação em relação aos vizinhos, pois são regiões mais esverdeadas na Figura 17.

Analisando a Figura 18, pode se perceber que existem grãos que possuem grande desorientação no próprio grão, fato que é evidenciado pela cor vermelha dos grãos. Entretanto, esses grãos não necessariamente possuem pontos que tem uma grande desorientação média em relação à desorientação média total, pois nem todos os grãos vermelhos da Figura 16 estão na região vermelha na Figura 18.

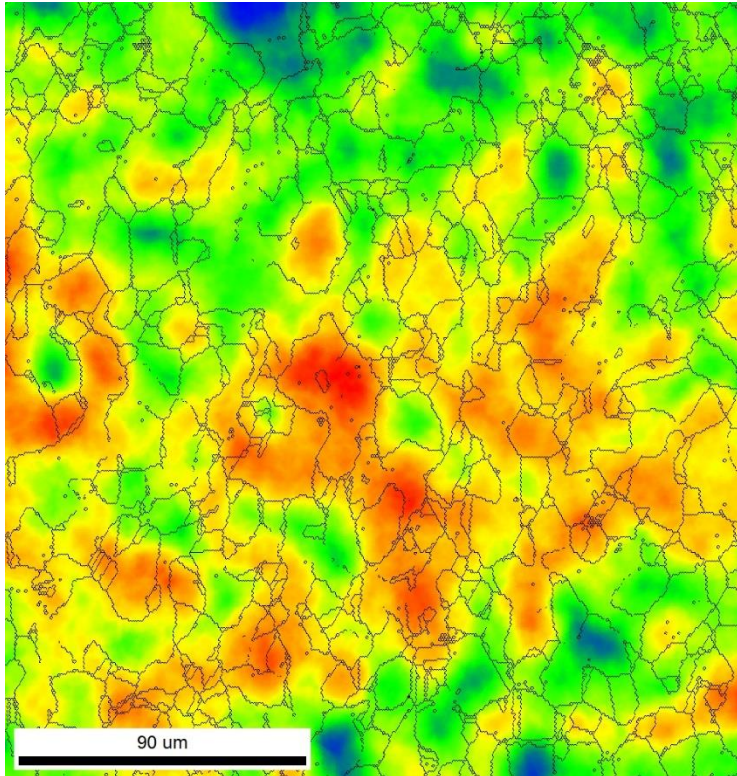


Figura 16 - Desorientação em relação a média da região total

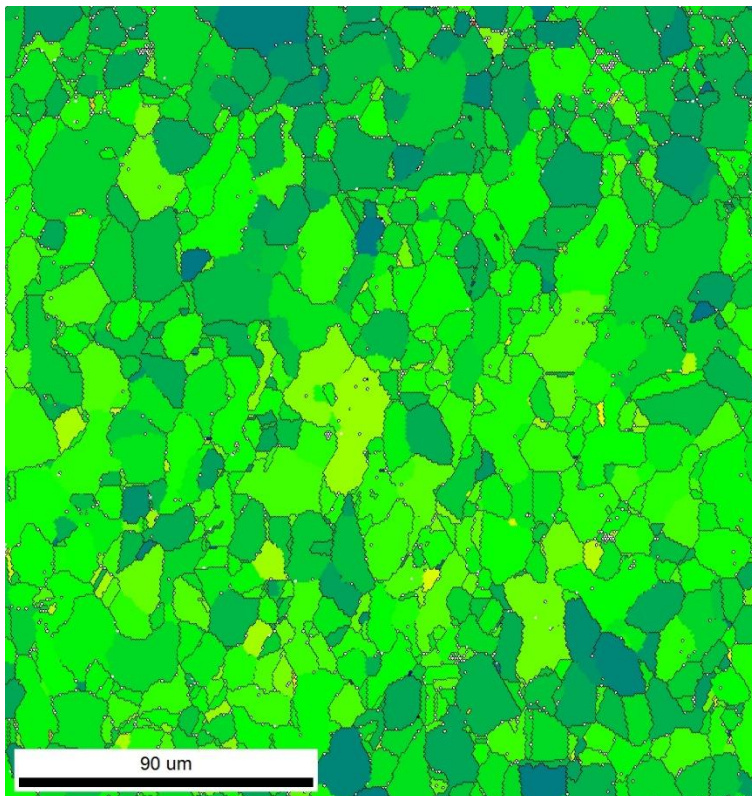


Figura 17 - Desorientação em relação aos Grãos Vizinhos

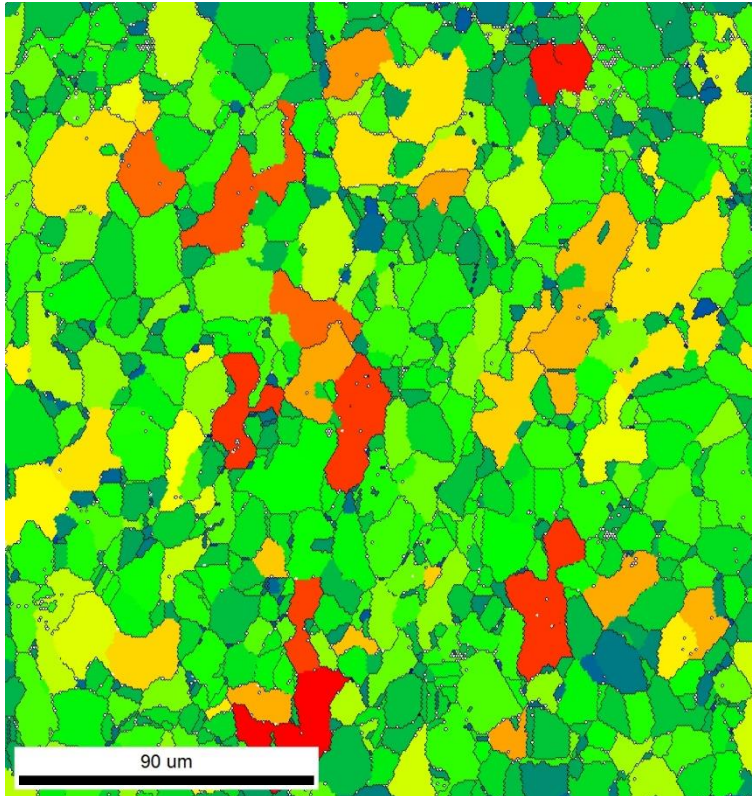


Figura 18 - Desorientação dentro do grão

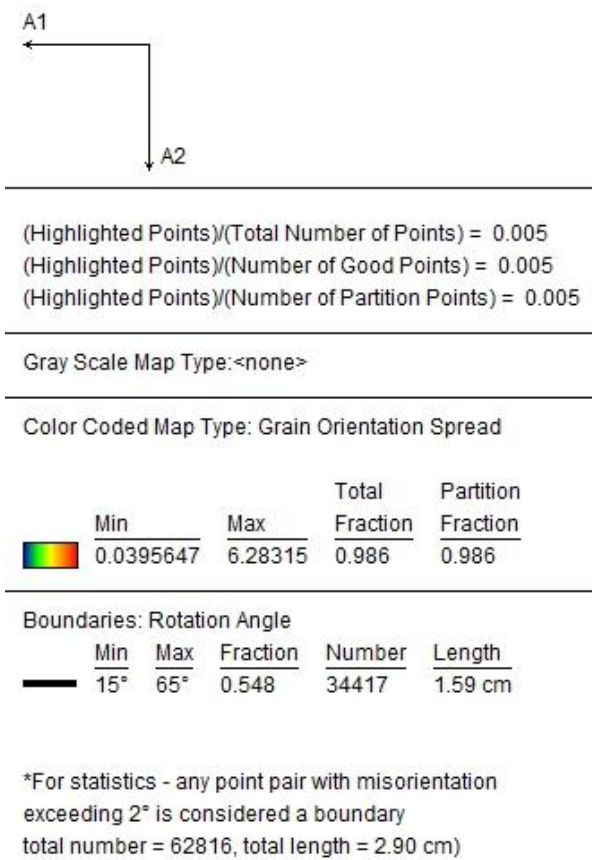


Figura 19 - Legenda desorientação

5.4 Desorientação Média de Kernel (KAM)

Uma das variáveis para observação da desorientação com a base de Kernel é quantos pontos vizinhos são analisados a partir do centro. Para observar esse fenômeno, deve se observar as Figura 22, Figura 24, Figura 26, Figura 28 e Figura 33 que foram calculadas levando em consideração apenas o perímetro. Comparando essas figuras, tem se que quando o perímetro é maior, ou seja, maior distância do centro a incidência de regiões com maiores desorientações (regiões vermelhas) aumenta. Esse aumento é explicado pelo aumento da distância com o ponto central de Kernel, pois quanto mais distante do centro, maior é a probabilidade de ter pontos com desorientações maiores.

Entretanto, a desorientação média de Kernel pode ser calculada de duas formas: analisando apenas a desorientação média do perímetro formado pelos pontos vizinhos (Figura 20) ou de todos os pontos da área formada pelos perímetro determinado pelos pontos vizinhos (Figura 21). A diferença dessas duas bases fica evidente analisando a Figura 28 e a Figura 31, imagens retiradas observando o quinto ponto vizinho. Comparando as duas imagens é perceptível que a imagem considerando apenas o perímetro (Figura 28) possui mais regiões vermelhas, ou seja, com maior média de desorientação. Esse fenômeno pode ser explicado pela forma de calcular do software, como no segundo caso (Figura 31) a média de desorientação é calculada de todos os pontos da área especificada, regiões mais próximas ao ponto de Kernel possuem menor desorientação em relação ao centro, assim a média fica menor. É possível observar esse fato analisando as imagens da análise considerando dez pontos vizinhos (Figura 33 e Figura 34), como a análise é feita com dez pontos da vizinhança, a Figura 33 possui mais regiões vermelhas que a Figura 28. Entretanto, comparando a Figura 31 com a Figura 34, tem-se que as regiões vermelhas são coincidentes apenas as regiões amarelas aumentaram. Portanto, pode ser concluído que as regiões vermelhas em comum na Figura 31 e na Figura 34, são regiões com maiores desorientações.

Além disso, foram retiradas figuras com o aumento de qualidade do software, a Figura 23, a Figura 25, a Figura 27, a Figura 30 e Figura 32. Analisando essas figuras pode ser concluído que não há riscos ou entalhes que prejudicam a interpretação e análise das amostras.

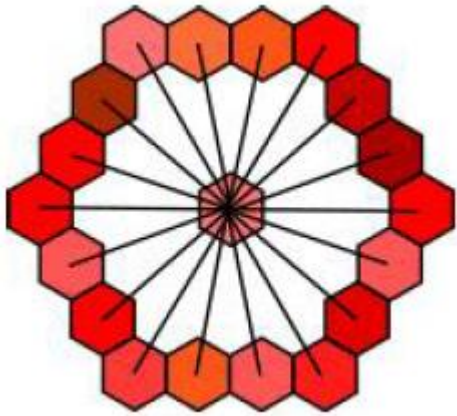


Figura 20 - KAM analisando apenas o perímetro. (Manual do programa)

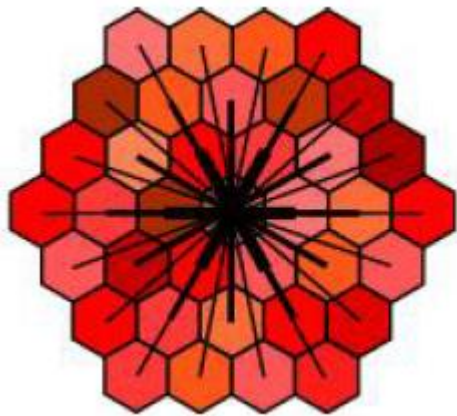


Figura 21 - KAM analisando todos os pontos. (Manual do programa)

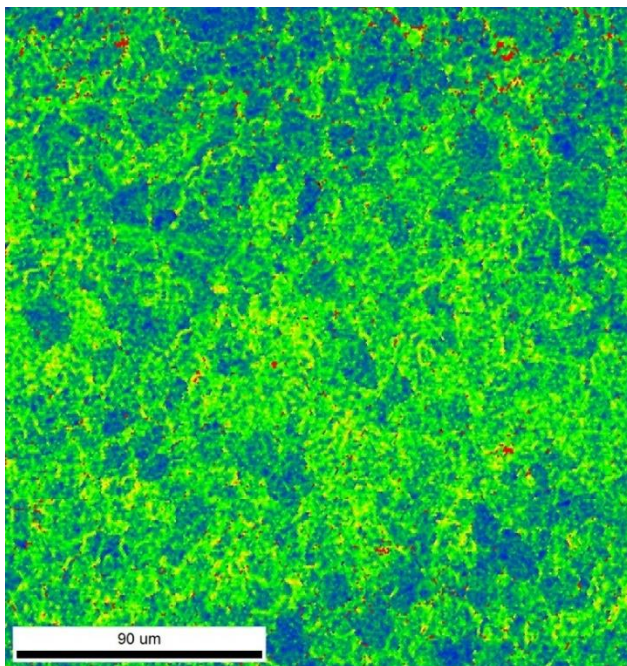


Figura 22 - Análise com base de Kernel com o primeiro vizinho analisando o perímetro

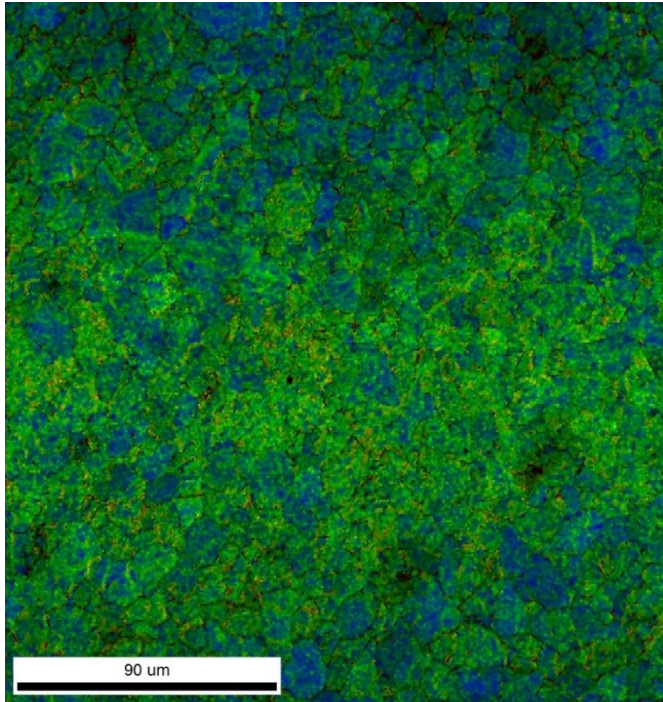


Figura 23 - Analise com base de Kernel com o primeiro vizinho com aumento de qualidade analisando o perímetro

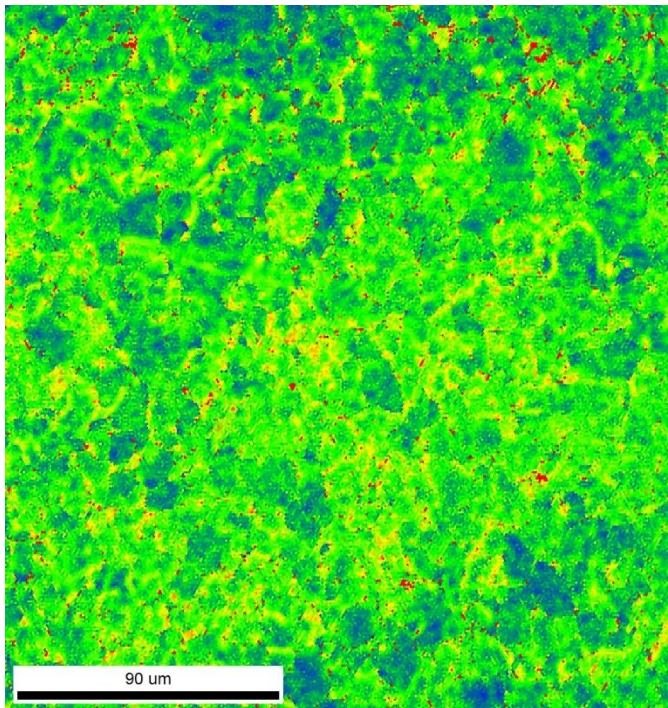


Figura 24 - Analise com base de Kernel com o segundo vizinho analisando o perímetro

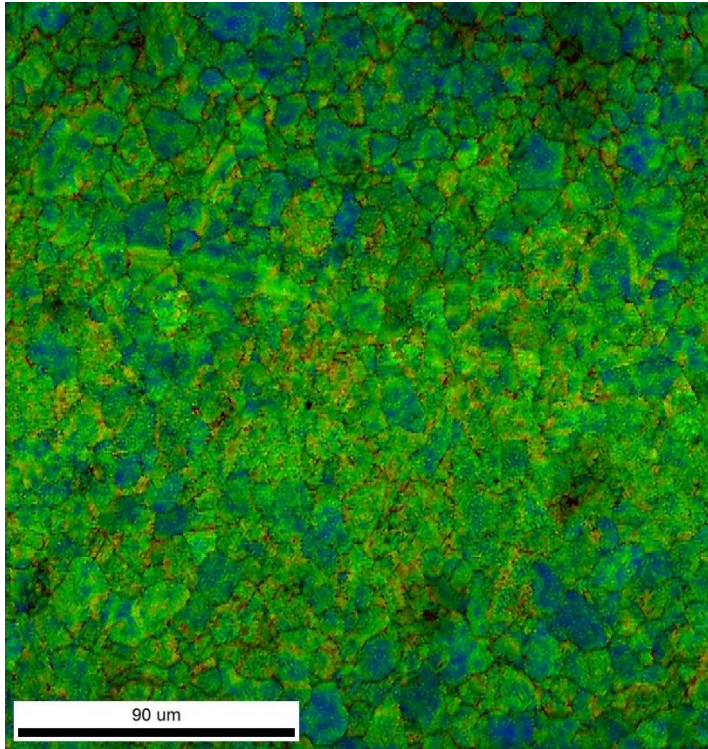


Figura 25 - Análise com base de Kernel com o segundo vizinho com aumento de qualidade analisando o perímetro

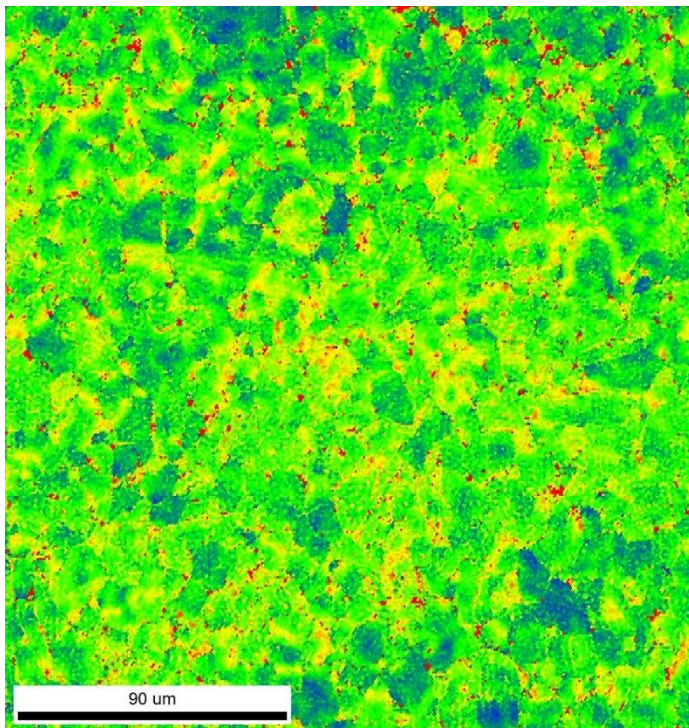


Figura 26 - Análise com base de Kernel com o terceiro vizinho analisando o perímetro

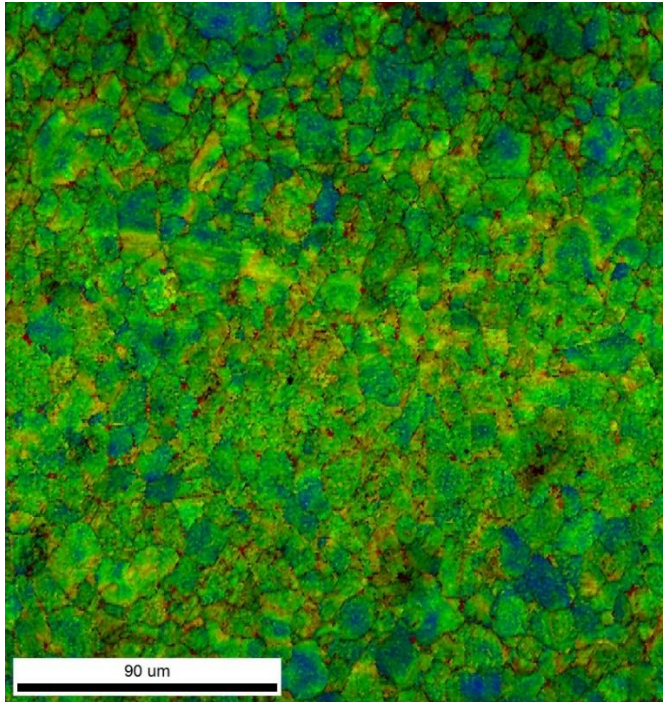


Figura 27 - Análise com base de Kernel com o terceiro vizinho com aumento de qualidade analisando o perímetro

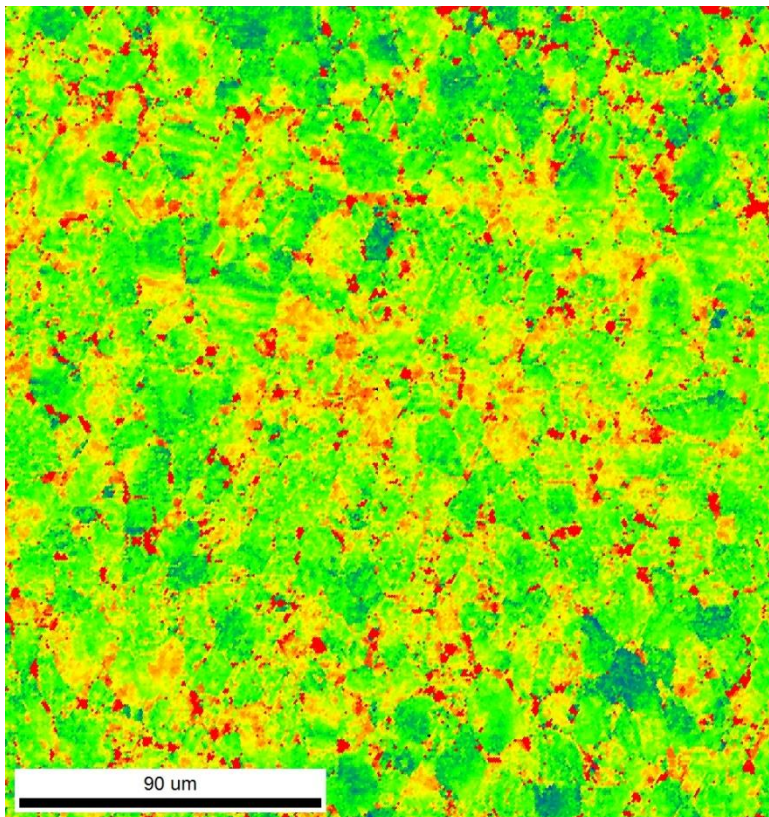


Figura 28- Análise com base de Kernel considerando o perímetro do quinto vizinho

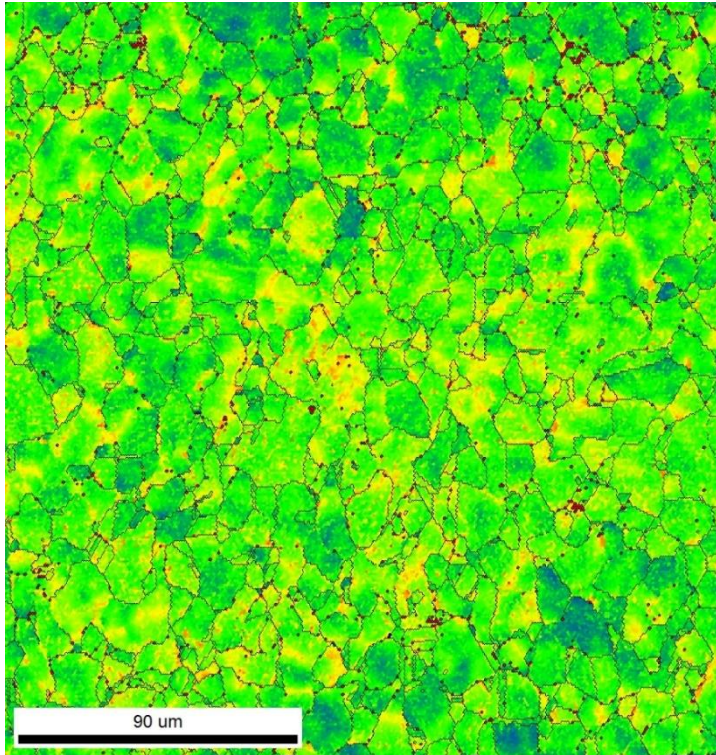


Figura 29- Análise com base de Kernel considerando o perímetro do quinto vizinho com a definição do contorno de grão

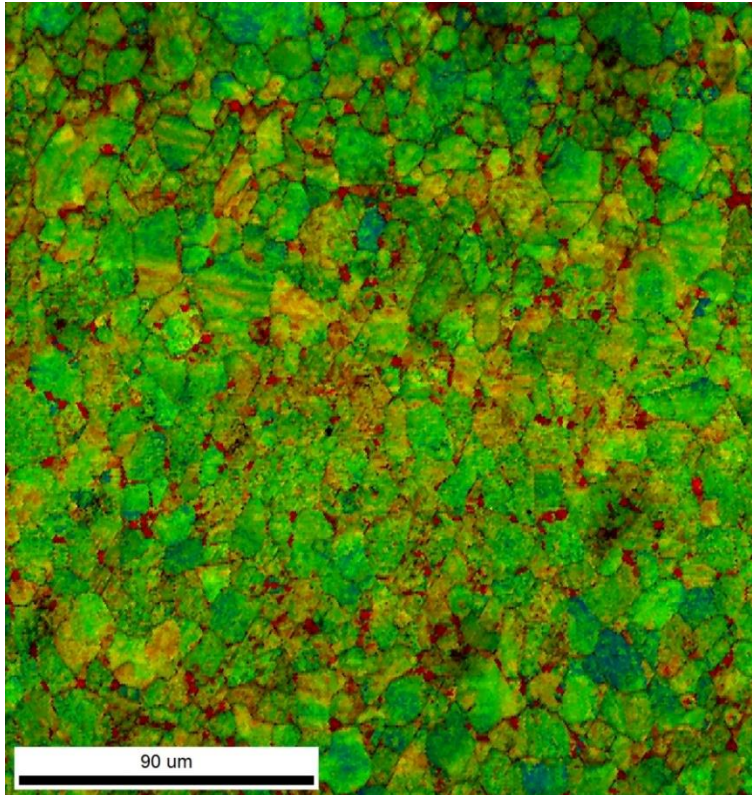


Figura 30- Análise com base de Kernel considerando o perímetro do quinto vizinho com o aumento da qualidade da imagem do software

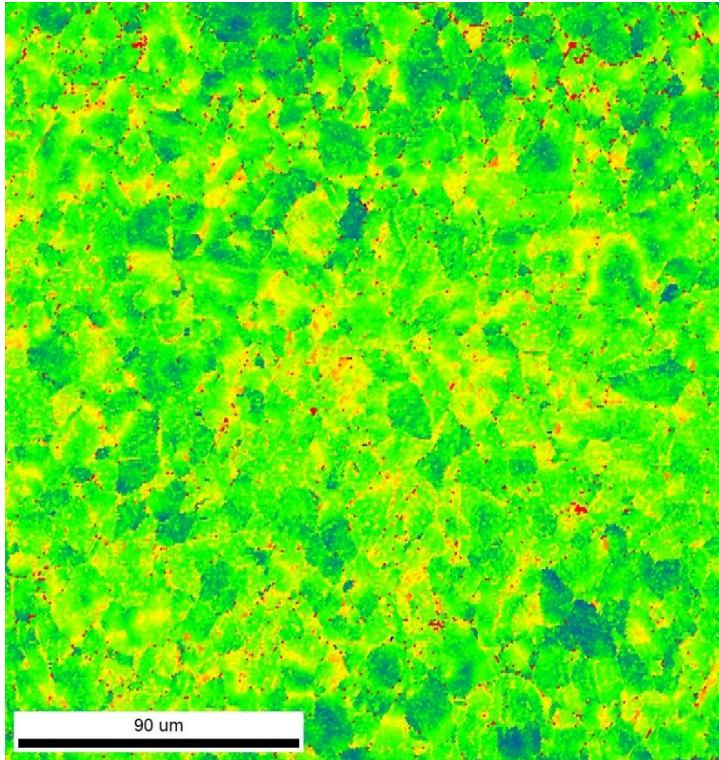


Figura 31- Análise com base de Kernel considerando todos os pontos do quinto vizinho

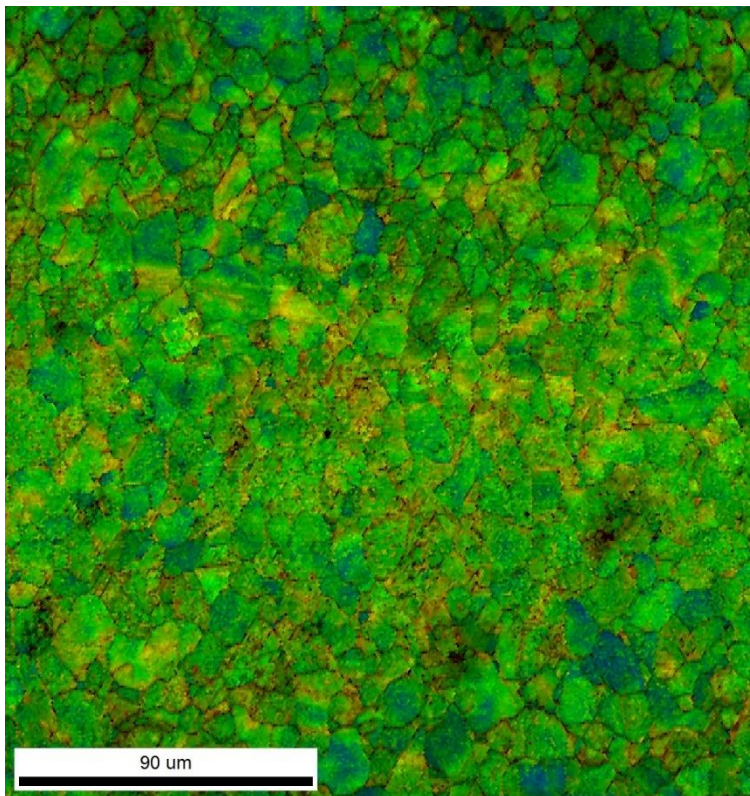


Figura 32- Análise com base de Kernel considerando todos os pontos do quinto vizinho com o aumento da qualidade da imagem do software

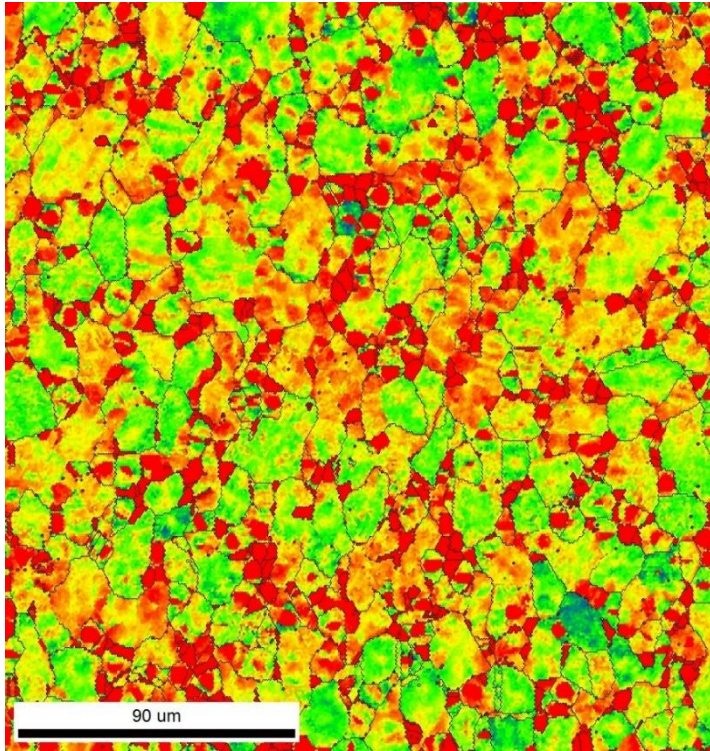


Figura 33 - Análise com base de Kernel considerando o perímetro do décimo vizinho com a definição do contorno de grão

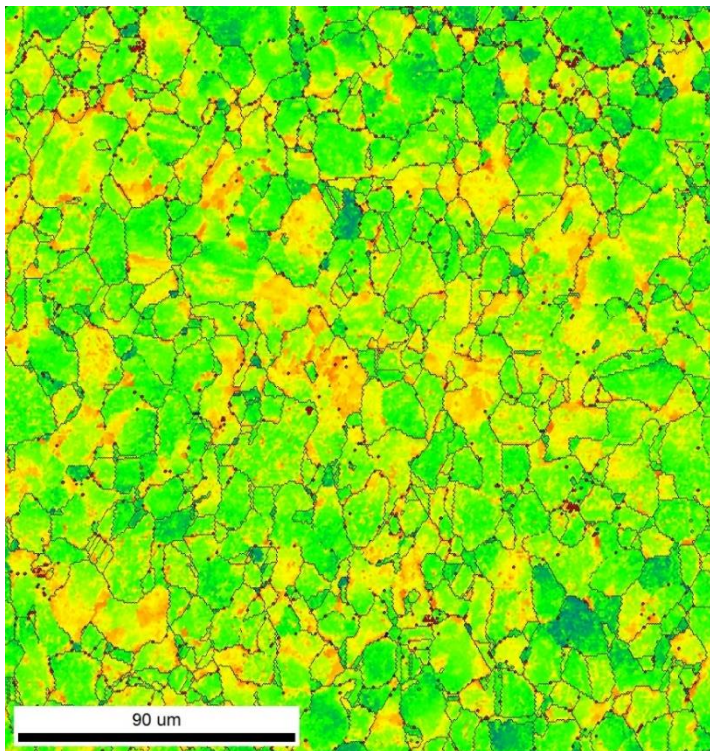


Figura 34- Análise com base de Kernel considerando todos os pontos do décimo vizinho com a definição do contorno de grão

6 CONCLUSÕES

Em suma, diversas conclusões puderam ser feitas através da análise das referências bibliográficas e das imagens obtidas do EBSD. A primeira delas é que analisando o perfil de desorientação, pode ser estimado o tamanho médio de grãos e que analisando os perfis, pode se concluir que os tamanhos dos grãos não são uniformes. A segunda conclusão é de que os mapas fornecem as orientações dos grãos em relação à direção perpendicular da superfície.

A terceira conclusão é de que as análises de desorientação baseadas nos contornos de grãos nos fornecem dados em relação à outros pontos da amostra, dentro do próprio contorno de grão ou em relação a média de todos os pontos. Assim, pode ser analisado discrepâncias na região estudada.

A última conclusão que pode ser feita é de que a análise de desorientação baseada em Kernel deve ser analisada observando todos os pontos da vizinhança, não só o perímetro, pois analisando apenas o perímetro os dados são mais distorcidos e mais regiões com grandes diferenças de desorientação surgem. Além disso, a análise deve ser feita analisando o maior número de pontos vizinhos para que a análise seja mais coesa. Entretanto, quanto mais pontos vizinhos é analisado, maior é o tempo de processamento do sistema.

7 Referências

- ADAMS, B., WRIGHT, S., & KUNZE, K. (abril de 1993). ORIENTATION IMAGING - THE EMERGENCE OF A NEW MICROSCOPY. *METALLURGICAL TRANSACTIONS A-PHYSICAL METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE*, pp. 819-831.
- Callahan, P. G., & De Graef, M. (outubro de 2013). Dynamical Electron Backscatter Diffraction Patterns. Part I: Pattern Simulations. *MICROSCOPY AND MICROANALYSIS*, pp. 1255-1265.
- Catorceno, L. L. (2013). *Estudo do encruamento, recristalização e crescimento de grão em chapa da liga magnésio AZ31B (Mg - 3%Al- 1% Zn - 0,3%Mn)*.
- Demir, E., Raabe, D., Zaafarani, N., & Zaefferer, S. (janeiro de 2009). Investigation of the indentation size effect through the measurement of the geometrically necessary dislocations beneath small indents of different depths using EBSD tomography. *ACTA MATERIALIA*, pp. 559-569.
- Dias, M. S. (2020). Estudo Comparativo de textura cristalográfica de tubos de cobre sem costura obtidos por laminação planetária.
- Gonçalves, M. C. (23 de novembro de 2010). *Técnica avançada permite análise profunda de cristais*. Fonte: USP: <http://www.usp.br/aun/antigo/exibir.php?id=3717>
- Humphreys, F. (agosto de 2001). Review - Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, pp. 3833-3854.
- Kamaya, M., Wilkinson, A., & Titchmarsh, J. (janeiro de 2006). Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy by electron backscatter diffraction. *ACTAMATERIALIA*, 539-548 .
- Lin, Y. C., Wu, X.-Y., Chen, X.-M., & al., e. (15 de agosto de 2015). EBSD study of a hot deformed nickel-based superalloy. *JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS*, pp. 101-113.
- Marion Calcagnotto, D. P. (2009). Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD. *Materials Science and Engineering A*, 2738–2746.
- Miyamoto, G., Shibata, A., Maki, T., & Furuhashi, T. (fevereiro de 2009). Precise measurement of strain accommodation in austenite matrix surrounding

- martensite in ferrous alloys by electron backscatter diffraction analysis. *ACTA MATERIALIA*, pp. 1120-1131.
- Mohtadi-Bonab, M. A., Eskandari, M., & Szpunar, J. A. (3 de janeiro de 2015). Texture, local misorientation, grain boundary and recrystallization fraction in pipeline steels related to hydrogen induced cracking. *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING*, pp. 97-106.
- Monlevade, E. F. (2013). Estudo das transições morfológicas na decomposição da austenita utilizando um par de difusão Fe-5%Ni/Fe-10% Ni.
- Monlevade, E., & Falleiros, I. (março de 2006). Orientation relationships associated with austenite formation from ferrite in a coarse-grained duplex stainless steel . *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A-PHYSICAL METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE*, pp. 939-949.
- Morito, S., Huang, X., Furuhashi, T., Maki, T., & Hansen, N. (novembro de 2006). The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels. *ACTA MATERIALIA*, pp. 5323-5331.
- Nave, M., & Barnett, M. (2004). Microstructures and textures of pure magnesium deformed in plane-strain compression. *SCRIPTA MATERIALIA*, 881-885.
- Ram, F., Wright, S., Singh, S., & De Graef, M. (outubro de 2017). Error analysis of the crystal orientations obtained by the dictionary approach to EBSD indexing. *ULTRAMICROSCOPY*, pp. 17-26.
- Rampton, T. M., Wright, S. I., Miles, M. P., Homer, E. R., Wagoner, R. H., & Fullwood, D. T. (fevereiro de 2018). Improved twin detection via tracking of individual Kikuchi band intensity of EBSD patterns. *ULTRAMICROSCOPY*, pp. 5-14.
- Saraf, L. (agosto de 2011). Kernel Average Misorientation Confidence Index Correlation from FIB Sliced NiFe-Cr alloy Surface. *Microscopy and Microanalysis*, pp. 424-425.
- Shen, Y. F., Qiu, L. N., Sun, X., Zuo, L., Liaw, P. K., & Raabe, D. (11 de junho de 2015). Effects of retained austenite volume fraction, morphology, and carbon content on strength and ductility of nanostructured TRIP-assisted steels. *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING*, pp. 551-564.
- Stuart I. Wright, M. M. (2011). A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, p. 14.

- Wilkinson, A., Meaden, G., & Dingley, D. (Março de 2006). High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity. *ULTRAMICROSCOPY*, pp. 307-313.
- Wright, S. I., Nowell, M. M., Lindeman, S. P., Camus, P. P., De Graef, M., & Jackson, M. A. (dezembro de 2015). Introduction and comparison of new EBSD post-processing methodologies. *ULTRAMICROSCOPY*, pp. 81-94.
- Wright, S. I., Singh, S., & De Graef, M. (junho de 2019). Reflector Selection for the Indexing of Electron Backscatter Diffraction Patterns. *MICROSCOPY AND MICROANALYSIS*, pp. 675-681.
- Wright, S. I., Suzuki, S., & Nowell, M. M. (novembro de 2016). In Situ EBSD Observations of the Evolution in Crystallographic Orientation with Deformation. *JOM*, pp. 2730-2736.
- Zaefferer., S., N-N.elhami, & KoNijNeNberg, P. (2012). Electron backscatter diffraction (EBSD) techniques for studying phase transformations in steels. *Diffusionless Transformations, High Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques*, pp. 557-587.